

УДК 620.178.015

**Ю. В. Мильман, Е. М. Пидгорнюк, А. Н. Катруша,
С. И. Чугунова, А. А. Голубенко,
С. А. Ивахненко** (г. Киев)

Механические свойства синтетического алмаза типа IIb при температуре 900 °С

Исследованы при 900 °С механические свойства синтетического алмаза типа IIb, полученного методом температурного градиента, с использованием инденторов с разными углами между осью и гранью пирамиды. Построена кривая деформации в координатах напряжение–общая деформация. Показано, что при деформации алмаза происходит деформационное упрочнение с линейной зависимостью напряжения течения от степени пластической деформации. Установлено, что величины микротвердости и трещиностойкости исследованного синтетического алмаза и природного алмаза, а также механизмы их деформации существенно не отличаются.

Ключевые слова: индентор, твердость, пластичность, упругая деформация, пластическая деформация, модуль Юнга.

Алмаз – наиболее твердый материал, свойства которого обусловлены электронным строением, обеспечивающим ковалентную межатомную связь. Природные монокристаллы алмаза имеют высокую твердость, но одновременно характеризуются хрупким характером разрушения при стандартных механических испытаниях вплоть до температуры 1200 °С [1]; характеристика пластичности, определяемая методом индентирования, очень низкая по сравнению с другими материалами [2]. Вместе с тем, природный алмаз имеет самый высокий модуль Юнга $E = 1140$ ГПа [3], а монокристаллы алмаза – сравнительно высокую по сравнению с другими ковалентными кристаллами трещиностойкость, достигающую 6,1–7,6 МН/м^{3/2} [4].

Считается, что синтетические алмазы имеют несколько более низкие механические свойства, чем природные, в особенности при высоких температурах [5].

В настоящее время разработаны методы, позволяющие получать достаточно совершенные монокристаллы алмаза методом температурного градиента [6]. Целью настоящей работы является исследование механических свойств и механического поведения этих монокристаллов при индентировании и сопоставление полученных результатов со свойствами природных алмазов.

Индентирование, в силу присущей ему схемы действующих напряжений, позволяет изучать пластические свойства хрупких материалов при стандартных механических испытаниях. Температура 900 °С является наиболее приемлемой для микроиндентирования алмаза в связи с проблемой стойкости инденторов на воздухе и наличия микропластичности в алмазе [7].

Учитывая это, исследования проводили при температуре 900 °С на образцах синтетических алмазов типа IIb в виде пластинок ориентацией (100), вырезанных из монокристаллов и обработанных шлифованием. Для инденти-

© Ю. В. МИЛЬМАН, Е. М. ПИДГОРНЮК, А. Н. КАТРУША, С. И. ЧУГУНОВА, А. А. ГОЛУБЕНКО,
С. А. ИВАХНЕНКО, 2012

рования использовали трехгранные пирамидальные инденторы с различными углами γ_1 между осью пирамиды и ее гранью; нагрузка на индентор составляла 234 г. Как известно, использование алмазных инденторов при измерениях алмаза не накладывает ограничений на определение твердости, поскольку обоснована возможность измерения твердости материалов с помощью инденторов, изготовленных из того же материала, что и испытываемый образец [1]. Исследования проводили в вакууме $\sim 0,013$ Па на установке УИМВ-1 [8], нагрев образца и индентора осуществляли с помощью молибденового нагревателя, температуру измеряли платина-платинародиевой термопарой с точностью $\pm 1\%$.

Как известно, значение твердости, вычисленное на основе измерений, коррелирует с характеристиками прочности материала [2]. Физически обоснована зависимость твердости, как среднего контактного давления (твердость по Мейеру HM) на контактной площадке индентор–образец в направлении действия нагрузки, от напряжения течения материала [2, 9–11].

Величины твердости были определены на трех образцах синтетического алмаза типа IIb , выращенных методом температурного градиента со скоростью роста 1–3 мг/ч. Образцы представляли собой пластины размером $1,5 \times (2,5 \pm 0,5) \times (3,5 \pm 0,5)$ мм.

Твердость рассматривали как среднее контактное давление $HM = P/S$, где P – нагрузка на индентор, а S – площадь проекции отпечатка индентора на поверхность образца. Площадь и длину трещин вокруг отпечатка измеряли с помощью сканирующего электронного микроскопа Zeiss EVO 50XVP фирмы “Carl Zeiss”, Германия.

Типичные отпечатки индентора при измерении микротвердости приведены на рис. 1

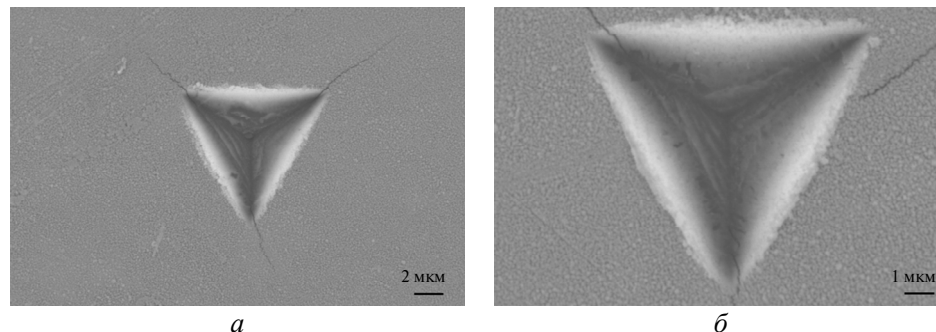


Рис. 1. Отпечатки индентора на образце алмаза типа IIb в плоскости (100) при $T = 900$ °С, $\gamma_1 = 60$ град; $\times 6000$ (а), $\times 10000$ (б).

В [2, 10, 11] предложены характеристика пластичности и методы ее определения при индентировании. В качестве характеристики пластичности использован безразмерный параметр – доля пластической деформации в общей упруго-пластической деформации под индентором $\delta_n = \frac{\epsilon_p}{\epsilon_\tau}$, при этом

$$\epsilon_\tau = \epsilon_p + \epsilon_e, \quad (1)$$

где $\epsilon_\tau, \epsilon_p, \epsilon_e$ – средние по контактной площадке значения общей, пластической и упругой деформации. В предложенной методике упругую деформацию рассчитывают по уравнению [10]

$$\varepsilon_e = (1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HM}{E}, \quad (2)$$

где E – модуль Юнга; ν – коэффициент Пуассона.

Степень пластической деформации на контактной площадке индентор–образец определяли по соотношению [10]

$$\varepsilon_p = -\ln \sin \gamma_2, \quad (3)$$

где γ_2 – угол между гранью пирамиды отпечатка и направлением действия нагрузки (рис. 2). Этот угол определяется из соотношения

$$\operatorname{ctg} \gamma_2 = \operatorname{ctg} \gamma_1 - 1,77 \frac{HM}{E_{ef}},$$

здесь γ_1 – угол между осью пирамиды индентора и гранью; HM – микротвердость по Мейеру; E_{ef} – эффективный модуль Юнга контактной пары индентор–образец;

$\frac{1}{E_{ef}} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2}$, индекс 1 относится к материалу, а 2 – к индентору.

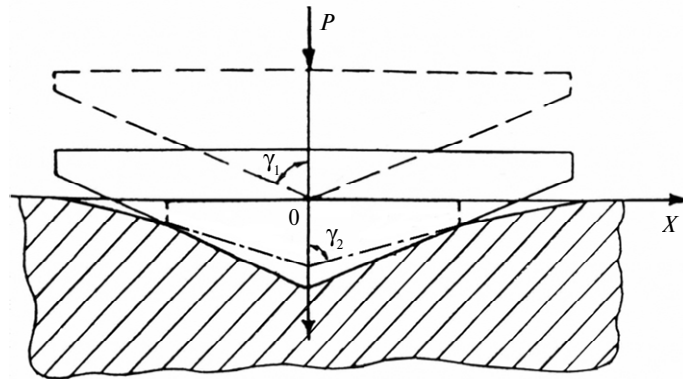


Рис. 2. Схема вдавливания пирамидального индентора в поверхность образца согласно [10].

Значения параметров пластичности, твердости, упругости, деформации, трещиностойкости углов γ_1 , γ_2 приведены в таблице.

Механические свойства алмаза типа IIb, полученного методом температурного градиента

γ_1 , град	HM , ГПа	γ_2 , град	ε_e , %	ε_p , %	ε_v , %	δ_n	K_c , МН/м ^{3/2}	c/a
60	52,6	68,1	4,4	7,5	11,9	0,63	7,05	1,608
62,5	50,9	70,6	4,3	5,8	10,1	0,58	8,04	1,685
67,5	47,8	75,7	3,99	3,1	7,1	0,44	8,2	1,414
70	47,3	78,4	3,95	2	6	0,34	–	–

Примечание. c/a – зависимость длины радиальной трещины от диагонали отпечатка.

Трещиностойкость кристаллов K_c измеряли по методике описанной в [7], где использовался метод, предложенный Эвансом и основанный на возник-

новении радиальных трещин при вдавлении пирамидального индентора в плоскую поверхность образца. Трещиностойкость рассчитывали по формуле

$$K_c = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0,5} \left(\frac{P}{c^{3/2}} \right),$$

где E – модуль Юнга, H – твердость, c – длина радиальной трещины, измеряемая от центра отпечатка, P – нагрузка на индентор.

Из таблицы следует, что с уменьшением угла γ_1 , т. е. для более остро заточенных инденторов, величина δ_n увеличивается, при этом увеличивается и общая деформация, и трещиностойкость. При значении угла $\gamma_1 = 70^\circ$ трещин не наблюдали, а вычисленная величина K_c синтетического алмаза была не ниже, чем природного.

По результатам экспериментов построена кривая деформации по методике, предложенной в [2, 10].

Часть кривой, которая относится к упругой области, построена на основании уравнения (2), которое можно рассматривать как закон Гука при индентировании, учитывая, что $\epsilon_e = \epsilon_\tau$ на этом участке кривой. Экспериментальные точки соответствуют данным, приведенным в таблице. Как следует из рис. 3, пластическая деформация алмаза сопровождается деформационным упрочнением.

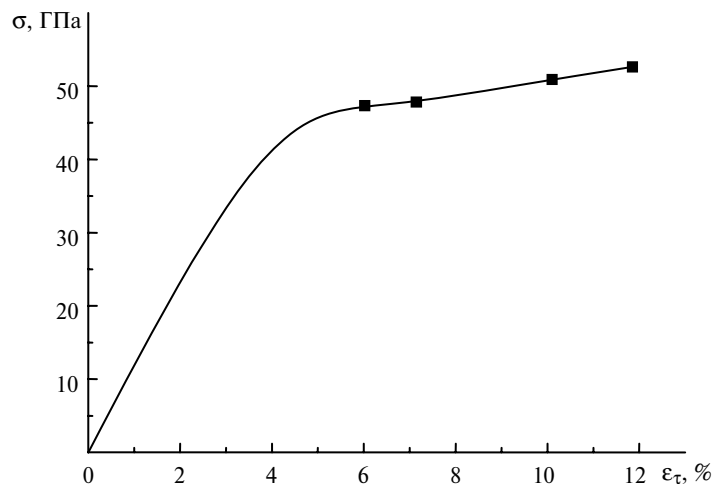


Рис. 3. Кривая деформации монокристалла алмаза типа IIb, полученного методом температурного градиента, при $T = 900^\circ\text{C}$.

Значения твердости могут быть пересчитаны на напряжения течения σ . Так, согласно К. Джонсону [12], напряжение течения $\frac{HM}{\sigma} =$

$$\frac{2}{3} \left(1 + \ln \frac{E_{ef} \text{ctg } \gamma_1}{3\sigma} \right),$$

где соотношение $1 < \frac{HM}{\sigma} < 3$ соответствует упруго-

пластической деформации. Из проведенных в настоящей работе расчетов следует, что $\frac{HM}{\sigma}$ близко к единице, поэтому было принято $HM = \sigma$.

На рис. 4 показана зависимость микротвердости от степени пластической деформации. Дислокационный характер пластической деформации алмаза не

вызывает сомнения [1]. Линейный, а не параболический характер деформационного упрочнения алмаза представляет значительный интерес, и природа такого характера упрочнения требует дальнейших исследований.

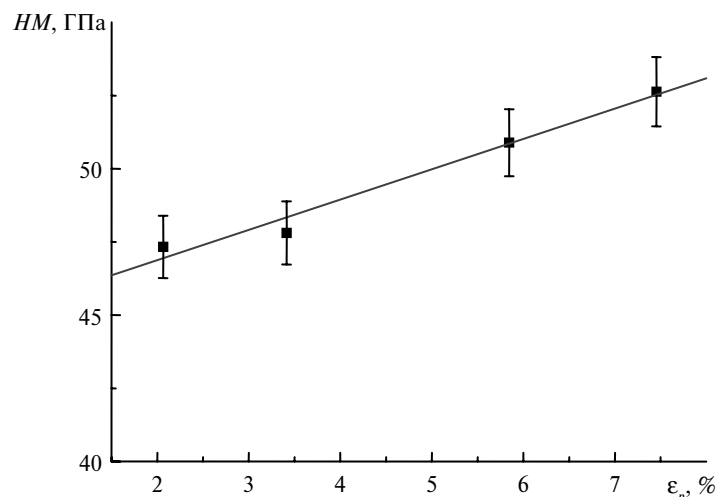


Рис. 4. Зависимость микротвердости монокристалла алмаза типа IIb от степени пластической деформации ϵ_p при температуре 900 °С.

В литературе имеется большое количество данных о микротвердости монокристаллов алмаза, но они существенно отличаются друг от друга. Величина микротвердости зависит от многих факторов: типа пирамиды индентора и величины приложенной к нему нагрузки [13], типа кристаллографической плоскости и совершенства внутреннего строения [14]. Как следует из экспериментальных данных авторов (рис. 5), величина микротвердости кристаллов синтетического алмаза не меньше микротвердости природных кристаллов. На рис. 5 не представлены результаты измерений микротвердости, выполненные с помощью индентора Кнупа [5], значение микротвердости для этого случая были в пределах 37–45 ГПа.

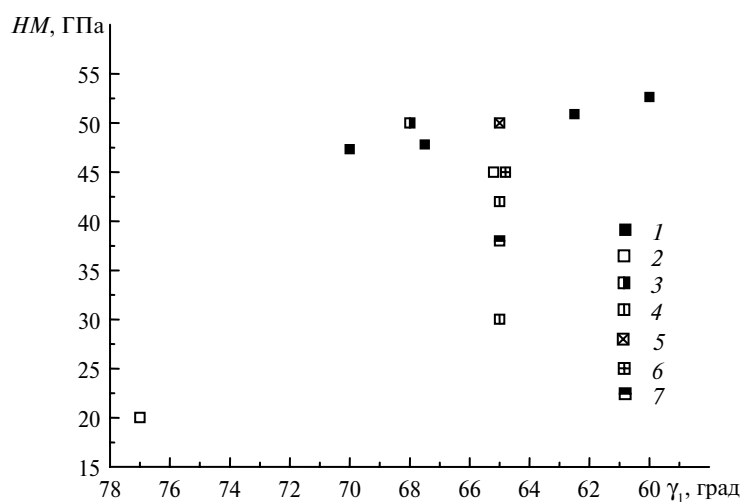


Рис. 5. Микротвердость алмазов, исследованная в настоящей работе (1) и данные [1] (2), [15] (3), [7] (4), [16] – природный алмаз типа Ia (5), синтетический алмаз октаэдрического габитуса (6), синтетический алмаз Ib кубического габитуса (7).

С помощью уравнений (1)–(3), были выполнены расчеты упругой, пластической и общей деформации синтетического алмаза (рис. 6). Следует отметить, что с уменьшением угла γ_1 упругая деформация изменяется всего на 0,44 %, в то время как пластическая возрастает на 5,39 %. В [1] подобные эксперименты были проведены на природных кристаллах, на основании которых по формулам (1)–(3) были рассчитаны значения упругой, пластической и общей деформаций (см. рис. 6). Видно, что значения упругой, пластической и общей деформации природных кристаллов алмаза находятся на соответствующих кривых для синтетического алмаза. Полученные результаты свидетельствуют о том, что механизм пластической деформации алмазов, выращенных методом температурного градиента [3], не отличается от механизма деформации природных алмазов.

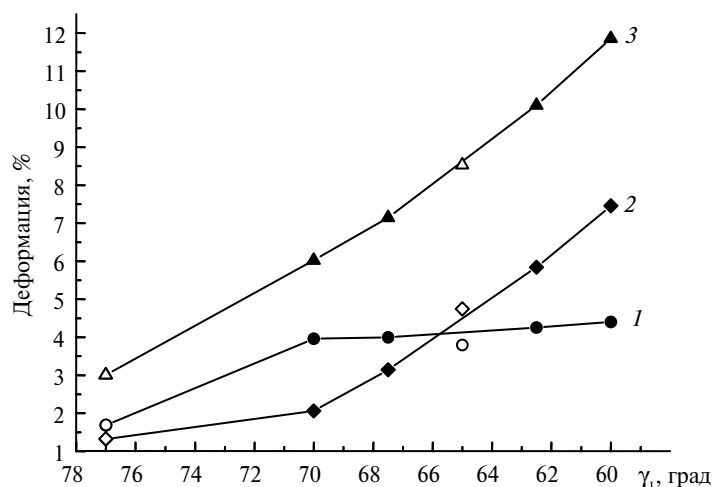


Рис. 6. Зависимость степени упругой ϵ_e (1), пластической ϵ_p (2) и общей ϵ_t (3) деформаций от угла γ_1 для природных ([1], светлые символы) и синтетических алмазов типа Пв (данные настоящей работы, темные символы) при $T = 900$ °С.

Таким образом, методом индентирования при температуре 900 °С изучено механическое поведение монокристаллов синтетического алмаза типа Пв, выращенных методом температурного градиента. Применение трехгранных алмазных инденторов с различными углами между осью и гранью пирамиды позволило построить кривую деформации в координатах напряжение–общая деформация. Показано, что при деформации алмаза происходит деформационное упрочнение с линейной зависимостью напряжения течения от степени пластической деформации. Рассчитаны также зависимости микротвердости от степени пластической и упругой деформации на контактной площадке индентор–образец в направлении приложенной силы. Величины микротвердости и трещиностойкости исследованного синтетического алмаза, а также, механизм его деформации существенно не отличаются от этих свойств и механизма пластической деформации природного алмаза.

Досліджено при 900 °С механічні властивості синтетичного алмазу типу Пв, отриманого методом температурного градієнта, із застосуванням інденторів з різними кутами між віссю і гранню піраміди. Побудовано криву деформації в координатах напруження–загальна деформація. Показано, що при деформації алмазу спостерігається деформаційне зміцнення з лінійною залежністю напруження течії від ступеня пластичної деформації. Встановлено, що величини микротвердості та тріщиностійкості

синтетичного алмазу, що досліджували, і природного алмазу, а також механізм їх деформації суттєво не відрізняються.

Ключові слова: індентор, твердість, пластичність, пружна деформація, пластична деформація, модуль Юнга.

Mechanical properties of a type IIb synthetic diamond produced by the temperature gradient method have been studied at 900 °C using indenters having different angles between the pyramid axis and face. The strain–strain curve has been constructed in the stress–total strain coordinates. It has been shown that in the diamond deformation the strain hardening with a linear dependence of flow stress on the plastic strain degree occurs. It has been found that the microhardness and fracture toughness of the tested synthetic diamond and natural diamond and the mechanism of their deformation do not differ essentially.

Keywords: indenter, hardness, plasticity, elastic strain, plastic strain, Young modulus.

1. Григорьев О. Н., Мильман Ю. В., Трефилов В. И. Особенности механизма пластической деформации и параметры термически активируемого движения дислокаций в алмазе и нитриде бора // Элементарные процессы пластической деформации кристаллов: Сб. науч. тр. – Киев: Наук. думка, 1978. – С. 144–159.
2. Мильман Ю. В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя. – Киев: Наук. думка, 1998. – С. 637–656.
3. Field J. E., Telling R. H. The Young modulus and Poisson ratio of diamond: Research note. – Cambridge: PCS Caverdisch Laboratori, Dep. of Physics, 1999.
4. Дуб С. Н., Мальнев В. И. Особенности испытаний кристаллов алмаза и кубонита на трещиностойкость // Методы исследования свойств сверхтвердых материалов – Киев: ИСМ АН УССР, 1981. – С. 21–25.
5. Бакуль В. Н., Лошак М. Г., Мальнев В. И. Микротвердость алмаза и ее зависимость от температуры // Синтет. алмазы. – 1978. – Вып. 1. – С. 7–12
6. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова; НАН Украины. Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля. – Т. 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Под. ред. А. А. Шульженко. – Киев, 2003. – 318 с.
7. Налетов А. М., Клюев Ю. А., Григорьев О. Н. и др. Влияние оптически активных центров на прочностные свойства алмаза // Докл. АН СССР. – 1979. – 246, № 1. – С. 83–86.
8. Гудюков Н. Т., Лозинский М. Г. Изучение процесса старения металлов и сплавов измерением твердости при нагреве в вакууме // Журн. техн. физики. – 1952. – 22, № 8. – С. 1249.
9. Tabor D. Indentation hardness: fifty years on. A personal view // Phil. Mag. A. – 1996. – 74, N 5. – P. 1207–1212.
10. Галанов Б. А., Мильман Ю. В., Чугунова С. И., Гончарова И. В. Исследование механических свойств высокотвердых материалов методом индентирования // Сверхтв. материалы. – 1999. – № 3. – С. 25–38.
11. Мильман Ю. В., Галанов Б. А., Чугунова С. И., Гончарова И. В. Определение механических свойств малопластичных материалов методом индентирования // Ceramics 50, Polish Ceramic Bulletin 12. – Краков: Изд-во Польск. Акад. наук. – 1996. – С. 95–102.
12. Jonson K. J. Contact Mechanics. – Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1985. – 510 p.
13. Milman Yu. V., Gridneva I. V., Golubenko A. A. Construction of stress-strain curves for brittle materials by indentation in a wide temperature range // Sci. Sintering. – 2007. – 39, N 1. – P. 67–75.
14. Физические свойства алмаза: Справ. / Под ред. Н. В. Новикова. – Киев: Наук. думка. – 1987. – 188 с.
15. Лоладзе Т. Н., Бокучава Г. В., Давыдова Г. Е. Измерение твердости алмаза при высоких температурах // Заводская лаборатория. – 1967. – XXXIII, № 8. – С. 1005–1008.
16. Краткая химическая энциклопедия. – М.: Сов. энцикл., 1961. – Т. 1. – 631 с.

Ин-т проблем материаловедения
им. И. Н. Францевича НАН Украины
Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 08.05.12