

06

Повреждаемость поверхности корунда, подвергнутой абразивной и бесконтактной обработке

© И.П. Щербаков, М.Ф. Киреенко, Л.В. Тихонова, А.Е. Чмель

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: chmel@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 9 февраля 2023 г.

В окончательной редакции 7 июля 2023 г.

Принято к публикации 7 июля 2023 г.

Проведено исследование роли наведенного модифицированного слоя в корунде при выборе способов и режимов подготовки поверхности, влияющих на механические характеристики корунда. Эффективность абразивной обработки оценена в сравнении со свойствами поверхности, полученной ионной полировкой, поверхностью скола и с естественной гранью роста кристалла с точки зрения достижения высокой механической стойкости поверхности.

Ключевые слова: корунд, обработка поверхности, микротвердость, ударное нагружение

DOI: 10.21883/JTF.2023.09.56217.20-23

Введение

Монокристаллы корунда (лейкосапфира $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) имеют ромбоэдрическое строение и являются единственным стабильным фазовым состоянием оксида алюминия [1]. Корунд уступает в прочности только алмазу и обладает самой высокой из оксидов стойкостью к царапанию, в частности, к абразивному воздействию. Привлекательные механические свойства сочетаются с высокой прозрачностью материала в диапазоне от вакуумного УФ до среднего ИК диапазона. Благоприятное сочетание прочностных и оптических свойств обуславливает применение кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ во многих областях, где необходимо обеспечить прозрачную защиту различных устройств — от наружных авиационных приборов до ручных часов и телефонных дисплеев — против контактного/абразивного воздействия со стороны внешней среды.

Обратной стороной прочности оксида алюминия является его высокая хрупкость и способность к разрушению фактически без пластической деформации, поскольку достаточно высокие энергия связи и энергия активации движения дислокаций препятствуют холодному деформированию [2]. При приложении нагрузки к изделию очаг разрушения развивается в модифицированном поверхностном слое, параметры которого (толщина, трещиноватость, рельеф) зависят от способа/режима подготовки поверхности. Вторым фактором, влияющим на характер разрушения, может быть скорость или продолжительность механического воздействия.

В настоящей работе поверхности кристаллов корунда как приготовленные полировкой алмазным порошком, так и полученные без применения абразивов тестировались на микротвердость по Виккерсу и подвергались

точечному ударному разрушению. В последнем случае кинетика накопления микротрещин контролировалась методами акустической эмиссии (АЭ) и электромагнитной эмиссии (ЭМЭ).

1. Образцы и оборудование

Кристаллы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ были выращены модифицированным методом Киропулоса (метод ГОИ [3,4]). Исходными поверхностями (до обработки) служили грани роста, которые в этом методе располагаются нормально к главной оси кристалла. Поверхности естественных граней подвергались полировке алмазными порошками со ступенчатым уменьшением размера зерна абразива. Каждый переход к следующему размеру зерна проходил после полного удаления рельефа, созданного предшествующим зерном. Кроме того, тестировались поверхности, полученные неабразивными приемами формирования рельефа, среди которых ионная полировка (облучение ионами Ar^+), поверхность откола, нетронутая грань роста.

Ударное повреждение поверхности образца производилось установленным на нем заостренным закаленным бойком, на который с высоты 70 см падал груз весом 100 г. Акустический сигнал регистрировался закрепленным парафином на образце датчиком из высокочувствительной пьезокерамики PZT; электромагнитный сигнал регистрировали диполем Герца. Импульсы АЭ и ЭМЭ регистрировались в диапазоне сотен килогерц через аналого-цифровой преобразователь и поступали в компьютер. Чтобы отсеять низкочастотные колебания установки при ударе бойка, сигнал АЭ подвергался цифровой дискриминации с частотой 80 kHz.

Твердость по Виккерсу в зависимости от метода обработки поверхности

Обозначение образцов	Метод обработки	Размер зерна абразива, d , μm	Примечание	Твердость по Виккерсу*, H_V , GPa
A	Полирование абразивом	40/28	Алмазный порошок	11.3 ± 0.7
B	То же	1/0	То же	9.4 ± 0.5
C	То же	0.5/0	То же	7.4 ± 0.3
D	Ионное полирование		Бомбардировка ионами Ar^+	18.2 ± 0.7
E	Грань роста			19.1 ± 0.7

Примечание. * — табличное значение величины H_V для корунда — 23.5 GPa.

2. Результаты и обсуждение

2.1. Микротвердость

Микротвердость образцов (кроме скола с неплоской поверхностью) определялась внедрением пирамиды Виккерса с временем экспозиции 10 с под нагрузкой 1 Н; время от начала приложения нагрузки до достижения номинального значения нагрузки составляло 1.8 ± 0.2 с. В таблице приведены рассчитанные величины твердости (H_V). Измерения показали, что в группе образцов с абразивной обработкой поверхности твердость снижается с уменьшением размера алмазного зерна (d). Эффект объяснен следующим образом.

При абразивном полировании поверхности, проводимым для обеспечения прозрачности изделий, возникает нарушенный поверхностный слой, состоящий из неупорядоченных микрокристаллов. В лейкосапфире и других сверхтвердых материалах с ограниченным движением дислокаций частицы абразива, находящиеся под давлением полировальной машины, создают сжимающие напряжения на поверхности [5,6], которые не релаксируют из-за отсутствия пластичности. Ниже сжатого слоя располагается трещиноватый слой с растягивающими напряжениями в вершинах микротрещин [7]. Этот слой определяет низкую твердость поверхности полированно-го абразивом корунда, которая не достигает и половины ее табличного значения (образцы А, В, С в таблице).

Сжатый слой проявляется при измерении микротвердости, поскольку в определенной степени препятствует внедрению индентора. Толщина (D) модифицированного слоя зависит от размера зерен d в соответствии с приблизительным соотношением $D \cong 1.5 \cdot d$ (для сапфира [8]). При уменьшении размера зерна абразива уплотненный слой становится тоньше, и, как показали измерения (образцы А, В, С), твердость по Виккерсу падает.

Поверхности образцов, приготовленные без применения абразива, показали микротвердость, близкую к табличному значению для корунда. Образец D был подвергнут полированию пучком ионов Ar^+ (энергия ионов

20 keV; доза $3 \cdot 10^{15}$ ion/cm²), не создающих микротрещин в поверхностном слое. Кроме того, при ионной бомбардировке диэлектрического образца имплантированные атомы модифицируют рельеф поверхности [9], создавая пространственную волнообразную структуру субмикроскопического масштаба [10–13]. Такая регулярная структура эффективно рассеивает механическую энергию; этот прием применялся для повышения прочности поверхности кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [6,9].

Наиболее высокую микротвердость показала естественная грань роста кристалла (образец E), не имеющая трещиноватого слоя. Кроме того, поверхность грани образована плоскими ступеньками с возвышениями микроскопического масштаба, которые могут препятствовать внедрению индентора, как и упомянутый выше микрорельеф облученной ионами Ar^+ поверхности.

2.2. Ударное повреждение

Модифицированный неупорядоченный слой проявился в морфологии повреждений поверхности, создаваемых ударом заостренного бойка. На рис. 1 показаны оптические фотографии сделанных кратеров в образцах с различной предысторией. Повреждения образцов, полированных абразивами с зернами 40/28 и 1/0 μm , имели характер, типичный для пластичных материалов (рис. 1, a, b), благодаря наличию неупорядоченного, разрушенного абразивом поверхностного слоя. Уменьшение зерен абразива до 0.5/0 μm привело к частичному изменению морфологии повреждения: каверна имеет вид с чертами хрупкого разрушения (рис. 1, c) из-за слишком тонкого переходного слоя.

На фотографиях повреждений, не имеющих модифицированного абразивом слоя, а именно нанесенных бойком на поверхность, подвергнутую ионной полировке (рис. 1, d), на естественную грань роста (рис. 1, e), на скол (рис. 1, f), все повреждения имеют типичный для хрупкого разрушения вид.

Наличие образованного полированием модифицированного поверхностного слоя корунда проявилось также в эмиссионной активности, возбужденной точечным

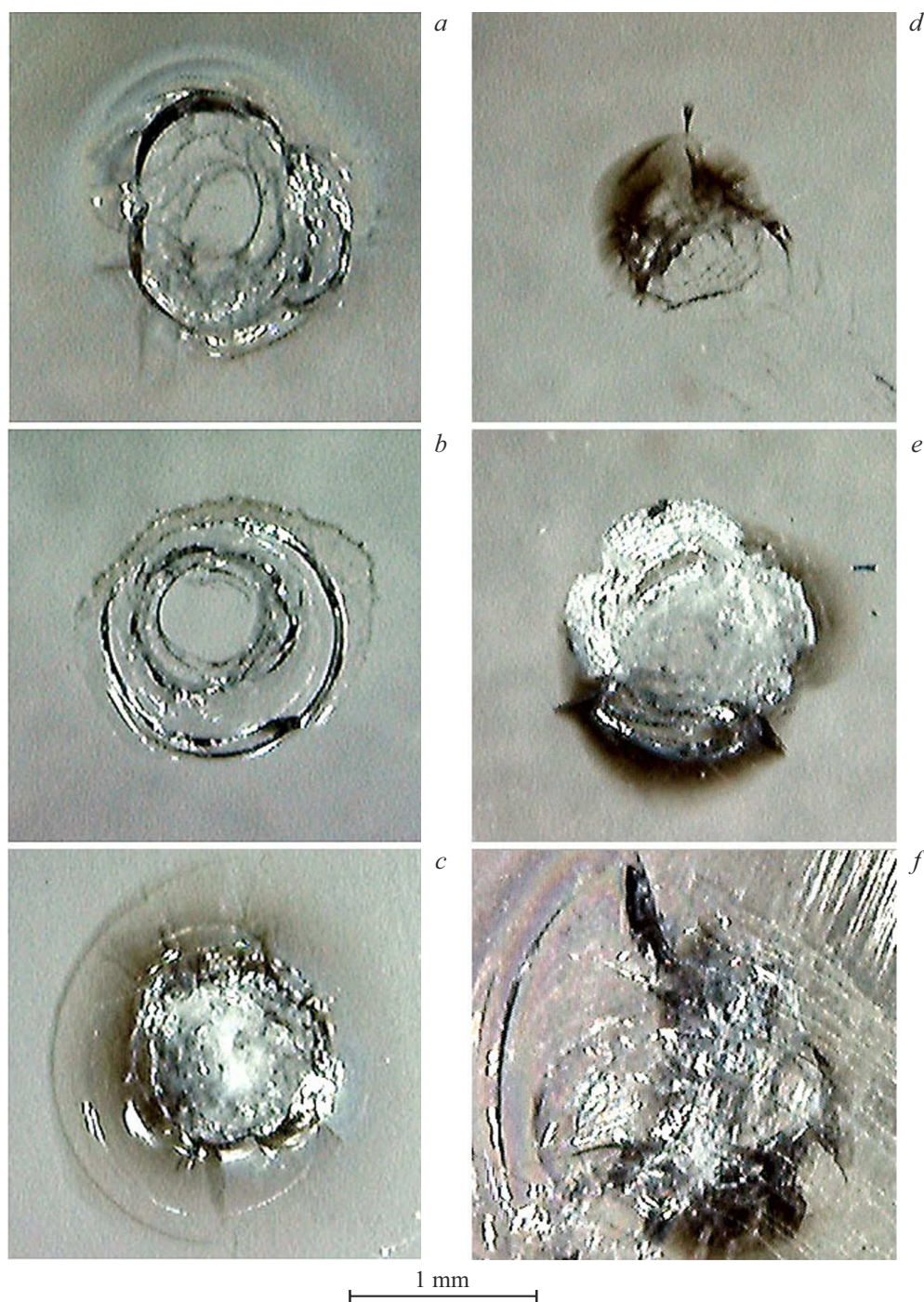


Рис. 1. Оптические фотографии повреждений, нанесенных заостренным бойком. Левый столбец: образцы, полированные алмазным порошком с размером зерен 40/28 (*a*); 1/0 (*b*); 0.5/0 (*c*) μm . Правый столбец: ионная полировка (*d*); грань роста (*e*); поверхность скола (*f*). Время формирования кратеров — 1–2 ms.

ударом в образцах. На рис. 2 показаны временные развертки акустических и электромагнитных сигналов, на которых отчетливо проявилось запаздывание пика генерации ЭМЭ относительно пика АЭ. Интервал между пиками в образцах, подвергнутых абразивной полировке, и образцах, полученных бесконтактными методами формирования поверхности, составили ~ 1 и ~ 2 ms соответственно

2.3. Обсуждение

Источником акустических сигналов при механическом воздействии на твердое тело является деформация напряженного материала или его разрушение с образованием трещин. Частота сигнала АЭ обратно пропорциональна размеру трещин. В нашем случае точечного ударного повреждения поверхности частота в диапазоне

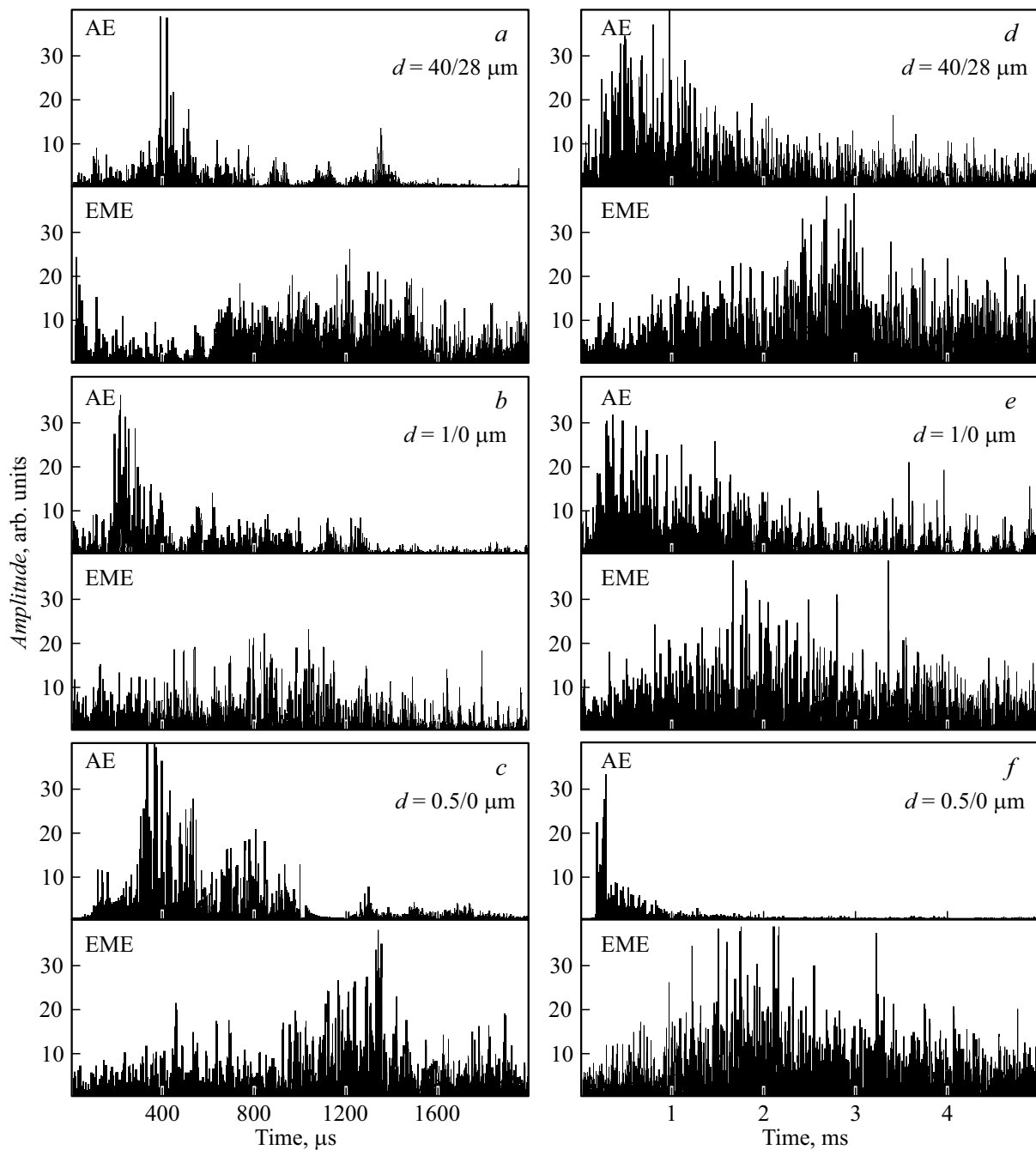


Рис. 2. Временные развертки импульсов АЭ и ЭМЭ при ударном воздействии на поверхность после абразивной обработки (*a–c*), ионного полирования (*d*), грани роста (*e*) и скола (*f*).

сотен kHz соответствует генерации трещин микроскопического диапазона. Протяженность излучения звука во всех образцах составляла около 1 ms с пиком в области 400–600 μ s.

Электромагнитное излучение при ударном воздействии на твердое тело возникает в результате двухстадийного процесса. При зарождении и развитии микротрещин на их берегах образуются электрические заряды противоположных знаков. После прохождения ударной волны трещины закрываются и происходит аннигиля-

ция зарядов с излучением электромагнитных волн [14]. Таким образом, сигнал ЭМЭ всегда запаздывает после акустического сигнала на время, равное времени жизни открытой трещины. В настоящей работе это время оценивалось по интервалу между максимумами в развертках АЭ и ЭМЭ. Как оказалось, интервал был примерно вдвое короче в образцах, полированных абразивами, по сравнению с образцами, подготовленными по технологиям, не оставляющим напряжений в поверхностных слоях. Кроме того, в последних длительность обоих ти-

пов эмиссионной активности после удара была гораздо более продолжительной, чем в образцах, полученных абразивной полировкой (не менее $5 \mu\text{s}$ против $1-2 \mu\text{s}$).

Наконец, микротвердость поверхности подверженных механическому полированию образцов была далека от табличных значений, а у грани роста и облученной ионами поверхности величина H_V приближалась к таковым.

Все указанные различия можно отнести к возникновению под механическим воздействием зерен абразива бинарной системы [5]: уплотненного слоя и лежащего под ним неупорядоченного слоя [1], который иногда условно называют „аморфизованной пленкой“ [15], хотя он состоит из мелких кристаллических осколков, соединенных слабыми перемычками [8]. Этот модифицированный полированием слой обладает высокой подвижностью фрагментов, которые при ударе по поверхности облегчают множественное накопление микротрещин.

На поверхности роста, скола и обработанного ионным пучком корунда неупорядоченный слой отсутствует, поэтому для рассеяния энергии удара требуется более длительное время, и микротрещины, возникшие под действием бойка, имеют большее время жизни. Соответственно активность ЭМЭ при разрушении монолитного кристалла продолжается дольше, и интервал между пиками эмиссионной активности увеличивается.

3. Заключение

Поверхность монокристаллов корунда полировалась алмазным порошком и готовилась неабразивными методами — ионной полировкой, отколом, формированием естественной грани роста. Поверхность подвергалась точечному ударному повреждению, при котором кинетика накопления и релаксации микротрещин контролировалась соответственно методами АЭ и ЭМЭ. При возникновении микротрещин на их берегах образуются электрические заряды противоположных знаков, которые аннигилируют после релаксации открытых трещин с излучением электромагнитных волн. Интервал между пиками АЭ и ЭМЭ характеризует время жизни открытых микротрещин после удара, который был вдвое короче в образцах, полированных абразивами, по сравнению с образцами, подготовленными по технологиям, не оставляющим напряжений в поверхностных слоях.

Проведенные измерения твердости по Виккерсу показали пониженную микротвердость образцов, полученных абразивной (алмазной) полировкой (менее половины табличной твердости кристалла), тогда как для поверхности роста и обработанного ионным пучком корунда получены величины, близкие к таковой. Различия указанных механических характеристик поверхностей образцов, подвергнутых алмазной полировке и подготовленных неабразивными методами, объяснено присутствием в первом случае наведенного абразивом неупорядоченного слоя, состоящего из связанных мелких кристалликов, в котором при ударе по поверхно-

сти легко образуются микротрещины. Бесконтактные методы формируют рельеф поверхности, но почти не снижают стойкость к ударной нагрузке.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] W.E. Lee, K.P.D. Lagerlöf, T.E. Mitchell, A.H. Heuer. *Philos. Mag. A*, **51**, L23 (1985).
- [2] Ю.Г. Носов, Л.И. Деркаченко. *ЖТФ*, **73**, 139 (2003).
- [3] М.И. Мусатов. Патент РФ №2056463 (1996).
- [4] D.C. Harris (With contributions from H. Labelle and M.I. Musatov). *Proc SPIE*, 742525, 1–12 (2009).
- [5] F.F. Lange, M.R. James, D.J. Green. *J. Amer. Ceram. Soc.*, **66**, C-16 (1983).
- [6] S. Huang, J. Lin, N. Wang, B. Guo, F. Jiang, Q. Wen, X. Lu. *Crystals*, **11**, 930 (2021).
- [7] W.H. Tuan, J.C. Kuo. *J. Eur. Ceram. Soc.*, **19**, 1593 (1999).
- [8] A. Chmel, S.B. Eronko, A.M. Kondyrev, V.Ya. Nazarova. *J. Mater. Sci.*, **28**, 4673 (1993).
- [9] F. Wanga, X. Yana, L. Liub, M. Nastasic, Y. Lub, B. Cui. *Mater. Res. Lett.*, **9**, 155 (2021).
- [10] Э.И. Pay, А.А. Татаринцев, Е.Ю. Зыкова, С.В. Зайцев. *ЖТФ*, **89**, 13 (2019).
- [11] R.M. Bradley, J.M.E. Harper. *J. Vac. Sci. Technol. A*, **6**, 2390 (1988).
- [12] W.L. Chan, E. Chason. *J. Appl. Phys.*, **101**, 121301 (2007).
- [13] Н. Андрианова, А.М. Борисов, В.В. Боровская, Е.С. Машкова. *Прикладная физика*, **2**, 36 (2012).
- [14] K. Eftaxias, V.E. Panin, E.E. Deryugin. *Tectonophys.*, **431**, 273 (1997).
- [15] S. Tomczewski, L. Salbut. *Proc. SPIE – Int. Soc. Opt. Eng.* 8494 (2012).