

ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

**МИНИСТЕРСТВО НАРОДНОГО ОБРАЗОВАНИЯ МОЛДАВСКОЙ ССР
КИШИНЕВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

М. И. ВАЛЬКОВСКАЯ

ОБ ОСОБЕННОСТЯХ УПРУГОЙ И ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИСПЫТАНИЯХ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ

**Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук**

**Научный руководитель, кандидат
физико-математических наук старший
научный сотрудник.**

Ю. С. БОЯРСКАЯ.

М. И. ВАЛЬКОВСКАЯ

ОБ ОСОБЕННОСТЯХ УПРУГОЙ И ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИСПЫТАНИЯХ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель, кандидат
Физико-математических наук, старший
научный сотрудник.

Ю. С. БОЯРСКАЯ.

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

Работа выполнена в Институте прикладной физики АН МССР.

Ученый Совет Кишиневского государственного университета направляет Вам для ознакомления автореферат диссертации.

Защита состоится **«21» декабря** 1966 г.

Дата рассылки автореферата **«19» ноября** 1966 г.

Отзывы на автореферат просим прислать по адресу:

МССР, г. Кишинев, ул. Пирогова, 65 — Госуниверситет.

Ученому секретарю.

Сдано в набор 2/XI-1966 г.

Подписано к печати 9/XI-1966 г.

Формат бумаги 60×90 ¹/₁₆

Уч.-изд. л. 1

Печ. л. 0,5

АБ07406

Тираж 310

Заказ 1176.



2-я типография Государственного комитета Совета Министров МССР по печати, Кишинев, Советская, 8.

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

Изучение механических свойств кристаллов и других материалов в тонких поверхностных слоях является одним из важных направлений в дальнейшем развитии физики твердого тела.

Одним из новых методов, которые способствуют решению большого числа научных и практических вопросов, является метод испытания на микротвердость вдавливанием. В последнее время также большое внимание уделяется методу царапания. Специфичность этого метода позволяет изучить ряд явлений, которые не могут быть исследованы методом вдавливания.

Однако еще очень мало работ, в которых рассматриваются физические явления, происходящие при испытаниях на микротвердость этими методами.

В связи с этим в настоящей работе было рассмотрено влияние ряда факторов на микротвердость и проведено исследование некоторых особенностей упругой и пластической деформации при испытаниях на микротвердость.

Работа состоит из четырех глав.

В главе первой приводится краткий обзор литературы по вопросам, затронутым в диссертации.

1. Упругое восстановление отпечатков. По вопросу о закономерностях упругого восстановления отпечатков, о влиянии упругого восстановления на зависимость микротвердости от нагрузки и на форму отпечатков и т. д. существует много работ. Однако получаемые различными авторами результаты и высказываемые ими мнения часто являются противоречивыми. Одной из причин этого является практическое отсутствие изучения прямым методом закономерностей упругого восстановления отпечатков, получаемых при испытаниях на микротвердость.

2. Анизотропия механических свойств кристаллов. При исследовании анизотропии механических свойств кристаллов методом микротвердости обычно применяются два способа — метод вдавливания и метод царапания. Известно не мало ра-

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

бот, посвященных изучению этого вопроса. Однако во многих из них производится лишь описание фактов без вскрытия процессов, происходящих при вдавливании и царапании. Почти отсутствуют работы, в которых на одних и тех же веществах производится сравнение обоих методов.

3. Дислокационная структура, возникающая при испытаниях на микротвердость. Во многих случаях при испытаниях по методу царапания царапины получаются за счет пластической деформации материала. Поэтому для вскрытия природы анизотропии твердости необходимо изучать распределение дислокаций вокруг царапин, проведенных по разным направлениям. Вопрос о дислокационной структуре, возникающей при вдавливании индентора исследован гораздо лучше.

Вторая глава посвящена исследованию упругого восстановления отпечатков, получаемых при испытаниях на микротвердость.

Для изучения упругого восстановления было разработано и изготовлено нагрузочное приспособление к металлографическому микроскопу МИМ-7, которое позволило (в случае прозрачных образцов) наблюдать отпечаток непосредственно под пирамидой и после ее поднятия. Этим прямым методом было проведено изучение упругого восстановления отпечатков на ряде прозрачных веществ (KBr, KCl, NaCl, сегнетова соль, LiF, барит, кальцит, флюорит, кварц, топаз, рубин, стекла с различным химическим составом). Измерения показали, что для мягких веществ ($H = 11 \div 225$ кг/мм²) упругое восстановление мало, а для более твердых материалов ($H = 350 \div 2900$ кг/мм²) оно достигает нескольких микрон. Поэтому при испытаниях на микротвердость таких материалов упругое восстановление может оказать существенное влияние на получаемые результаты.

Причем на веществах, где упругое восстановление достигало заметной величины, восстановленные отпечатки, в основном, получались с вогнутыми сторонами. Это указывает на то, что упругое восстановление больше в центре сторон отпечатков, чем у их концов.

Далее был исследован вопрос о зависимости упругого восстановления от размеров отпечатков. Это представлялось интересным, так как по поводу этой зависимости в литературе нет единого мнения.

В результате измерений было получено, что упругое восстановление стороны отпечатка в ее центре прямо пропорционально ее размерам, а упругое восстановление диагонали для большинства исследуемых веществ является практически

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

постоянным. Учитывая последнее, можно заключить, что восстановление диагонали может повлиять на ход зависимости микротвердости от нагрузки. Для устранения этого влияния целесообразно проводить измерения микротвердости по невосстановленным отпечаткам при помощи нагрузочного приспособления к МИМ-7. Так, микротвердость на плоскости спайности топаза и на свинцовом стекле, измеренная по невосстановленным отпечаткам, не зависит от нагрузки. Почти не зависимой от нагрузки получилась микротвердость органического стекла и меломиновой смолы ЭД-6М, определенная тем же способом.

Однако, измерения таким способом не всегда возможно провести: во-первых, метод применим лишь к прозрачным веществам; во-вторых, такие нагрузочные приспособления не выпускаются промышленностью; в-третьих, для проведения измерений необходимо изготовление образцов в виде тонких плоскопараллельных пластинок, что не всегда удобно.

Поэтому был рассмотрен вопрос, как можно устранить или свести к минимуму влияние упругого восстановления на ход зависимости микротвердости от нагрузки. Для этого нужно учесть, что упругое восстановление стороны отпечатка в ее центре пропорционально ее размерам, а упругое восстановление диагонали или не зависит от ее размеров, или зависит слабо.

В связи с этим можно ожидать, что влияние упругого восстановления на зависимость микротвердости от нагрузки может быть устранено или уменьшено измерением микротвердости не по диагонали, как общепринято, а по стороне восстановленных отпечатков. Это было подтверждено измерениями, проведенными на кварце, теплопоглощающем стекле СЗС5 и кроне-8¹.

При исследовании закономерностей упругого восстановления отпечатков представлялось интересным изучить анизотропию упругого восстановления, т. е. этот вопрос до сих пор совершенно не изучен. Для измерения были выбраны монокристаллы кварца и топаза, на которых упругое восстановление довольно существенно.

В результате измерений было получено, что на плоскости базиса кварца упругое восстановление не зависит от ориен-

¹ Рекоменгуемый метод целесообразно применять для тех материалов, у которых искажение формы отпечатков происходит в основном за счет восстановления.

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

тации отпечатка. На пластинках же X-среза и Y-среза наблюдалась анизотропия упругого восстановления, более ярко выраженная на Y-срезе. Она заключалась в том, что упругое восстановление вдоль оси Z меньше, чем в направлении, перпендикулярном этой оси. Эти результаты хорошо согласуются с характером анизотропии модуля Юнга на исследованных гранях кварца.

Упругое же восстановление отпечатков на гранях (001), (010) и (100) топаза не зависело от направления.

Таким образом, в настоящее время кварц является единственным кристаллом, на котором обнаружена анизотропия упругого восстановления отпечатков.

Далее было исследовано восстановление отпечатков на органическом стекле и меломиншовой смоле ЭД-6М. На этих веществах восстановление стороны отпечатков достигало большой величины ($8,4 \div 22$ мк). При изучении закономерностей восстановления было получено, что величина и скорость восстановления отпечатков зависят от времени вдавливания пирамиды в образец. На оргстекле была проведена киносъемка процесса восстановления отпечатка, которая показала, что больший вклад в восстановление вносит ползучесть. Было так же получено, что с увеличением времени выдержки пирамиды под нагрузкой доля упругого восстановления сильно уменьшается, а ползучести — возрастает.

Третья глава посвящена изучению анизотропии механических свойств монокристаллов флюорита, фосфида галлия, барита, дистена, антимонита, сульфида кадмия. Для исследования были применены два способа — метод вдавливания и метод царапания.

Применение первого способа основано на том, что на многих кристаллах форма отпечатков, получаемых при вдавливании алмазной пирамиды, зависит от ориентации пирамиды относительно кристаллографических направлений образца. Вторым способом позволяет судить об анизотропии механических свойств по розеткам твердости и по виду царапин.

Опыты по вдавливанию и царапанию в основном проводились на приборе ПМТ-3, предметный столик которого был снабжен вращающимся кругом, позволявшим получать нужную ориентацию отпечатков и проводить царапины по различным направлениям.

Для изучения рельефа поверхности вокруг отпечатков и царапин применялся интерферометр МИИ-4.

Исследования в основном проводились на плоскостях

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

спайности, получавшихся путем раскалывания кристалла, или на гранях роста. Однако некоторые поверхности были получены при помощи шлифовки и последующей полировки.

Измерения, проведенные на гранях (100) и (111) флюорита, и сравнение этих результатов с полученными ранее данными для щелочногалоидных кристаллов и галенита показало, что розетки твердости на этих веществах связаны с расположением плоскостей и направлений скольжения. Это показывает несправедливость широко распространенного в литературе мнения, что розетки твердости на этих кристаллах связаны с плоскостями спайности.

Отпечатки же на исследуемых гранях флюорита получались в основном с ровными сторонами и не зависели от ориентации пирамиды.

В результате исследований, проведенных на гранях (111) и ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) монокристаллов фосфида галлия, было получено, что на них нельзя построить розетки твердости. Однако об анизотропии механических свойств оказалось возможным судить по наблюдению за видом царапин, проведенных по разным направлениям. Отпечатки же на обеих гранях были квадратными при любой ориентации пирамиды. При этом от отпечатков отходили три трещины, расположенные друг к другу под углом 120° .

Исследования, проведенные на гранях (001) и (210) барита показали, что анизотропия механических свойств на этих гранях проявляется как при испытаниях на вдавливание, так и при испытаниях на царапание.

Форма отпечатков на исследуемых гранях зависела от ориентации пирамиды. Особенно ярко это наблюдалось на грани (001). Так, если диагонали отпечатка были параллельны направлениям [100] и [010], то отпечаток принимал вид ромба, растягиваясь вдоль [010]. Если же стороны отпечатка параллельны этим направлениям, то отпечаток становился прямоугольным, тоже вытягиваясь вдоль [010].

Интерферометрическое изучение рельефа поверхности вокруг отпечатков показало, что около них наблюдается ступенчатое поднятие поверхности, вызванное скольжением по плоскостям $\{011\}$. Это поднятие поверхности и приводит к увеличению диагонали (или стороны) отпечатков вдоль направления [010].

Отпечатки на грани (210) лишь немного отклонялись от квадратных. Поэтому коэффициент анизотропии 1 рода, опре-

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

ни. Показано, что в последней можно судить, сравнивая дислокационные зоны у царапин, проведенных вдоль полярных направлений $\langle 11\bar{2} \rangle$ и $\langle \bar{1}12 \rangle$.

ВЫВОДЫ

1. При помощи сконструированного нагрузочного приспособления к металлографическому микроскопу МИМ-7 прямым методом проведены измерения упругого восстановления на ряде прозрачных веществ. Установлено, что для мягких материалов ($H = 11 \div 225$ кг/мм²) упругое восстановление не существенно, а для более твердых ($H = 350 \div 2900$ кг/мм²) оно достигает нескольких микрон. Поэтому его необходимо учитывать при испытаниях на микротвердость.

2. Получено, что упругое восстановление стороны в ее центре прямо пропорционально ее размерам. Упругое же восстановление диагонали во многих случаях практически постоянно. Поэтому учет упругого восстановления при измерениях микротвердости обычным способом может повлиять на зависимость микротвердости от нагрузки.

3. Выявлена анизотропия упругого восстановления на монокристаллах кварца, которая согласуется с анизотропией модуля Юнга.

4. Показано, что на пластмассах восстановление отпечатков достигает большой величины ($8,4 \div 22$ мк). Изучение кинетики восстановления отпечатков свидетельствует в пользу того, что большой вклад в восстановление вносит ползучесть.

5. Проведено изучение анизотропии микротвердости различных кристаллов. Получены новые данные в пользу того, что анизотропия микротвердости во многих случаях связана с расположением плоскостей скольжения, а не плоскостей спайности, как часто утверждается в литературе.

6. Показано, что форма отпечатков на данной грани отклоняется от квадратной вследствие поднятия или опускания поверхности, а не из-за анизотропии твердости. Поэтому распространное в литературе мнение, что по форме отпечатков можно судить об анизотропии твердости, представляется неправильным. Последнюю можно изучать методом царапания. Методом вдавливания можно исследовать анизотропию микротвердости II рода.

7. Рассмотрен вопрос о том, как более целесообразно измерять микротвердость в случае сильно искаженных отпечатков.

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

8. Выдвинуто предложение получаемые на опыте розетки твердости делить на два типа: розетки хрупкости и розетки пластичности. Экспериментально получено, что на некоторых кристаллах при одних и тех же условиях царапания получаются как розетка пластичности, так и розетка хрупкости в зависимости от выбора исследуемой грани.

9. Показано, что дислокационная структура, возникающая при царапании на грани (001) NaCl и LiF, зависит от направления царапания. Сравнивая распределения дислокаций, соответствующие царапанию вдоль направлений максимальной и минимальной твердости, можно сделать качественный вывод о природе анизотропии микротвердости на исследуемой грани.

10. Разработана методика полировки и травления грани (111) монокристаллов NaCl. Показано, что при действии сосредоточенной силы на эту грань возникает трехлучевая дислокационная розетка, лучи которой идут вдоль направлений минимальной твердости — $\langle 11\bar{2} \rangle$. Получено, что дислокационные зоны царапин, идущих вдоль направлений минимальной и максимальной твердости ($\langle 11\bar{2} \rangle$ и $\langle \bar{1}12 \rangle$ соответственно) являются резко различными.

Из полученных экспериментальных данных сделан вывод, что по дислокационной структуре, возникающей при вдавливании и царапании, можно судить о полярности механических свойств на исследуемой грани.

11. Получено, что не все рекомендуемые в литературе травители действительно выявляют дислокации на грани (111) GaP. Показано, что в отличие от щелочногалогенидных кристаллов распределение дислокаций, возникающее при вдавливании наконечника, не позволяет судить о полярности механических свойств на этой грани. Последняя выявляется по наблюдению за дислокационными зонами царапин, проведенных вдоль полярных направлений $\langle 11\bar{2} \rangle$ и $\langle \bar{1}12 \rangle$.

Основные результаты диссертации были доложены на III научной конференции молодых ученых Молдавии (Кишинев, 1962), на II-м Всесоюзном совещании по микротвердости (Москва, 1963), на совещании по дислокационной структуре и механическим свойствам полупроводников (Ленинград, 1965), на Всесоюзном совещании по теории, методам и применению склерометрии (испытание царапанием) (Москва, 1966) и изложены в следующих работах:

(ОЗНАКОМИТЕЛЬНЫЙ ФРАГМЕНТ)

1. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. «Известия Вузов» (физика), № 5, 10, 1962.
2. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. «Кристаллография», т. 7, № 2, 261, 1962.
3. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. «Известия АН МССР», № 5, 78, 1962.
4. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская, Н. Т. Савельев. «Заводская лаборатория», № 12, 1494, 1962.
5. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. ФТТ, т. 5, № 2, 518, 1963.
6. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. «Известия АН МССР», № 7, 3, 1963.
7. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. «Заводская лаборатория», № 7, 874, 1963.
8. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. ФТТ, т. 5, № 8, 2324, 1963.
9. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. «Заводская лаборатория», № 4, 486, 1964.
10. М. И. Вальковская. «Труды III конференции молодых ученых Молдавии», «Карта молдовеняскэ», 13, 1964.
11. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская, Р. П. Житару. «Минералогический сборник», Львов, № 19, в. 2, 236, 1965.
12. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. Сб. «Методы испытания на микротвердость», «Наука», 231, 1965.
13. М. И. Вальковская, Ю. С. Боярская, Р. П. Житару. Сб. «Теоретические и экспериментальные исследования физических свойств п/п материалов и др. кристаллов», «Карта молдовеняскэ», 76, 1965.
14. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская, Р. П. Житару. «Известия АН МССР», № 2, 3, 1965.
15. М. И. Вальковская, В. В. Негрескул, С. И. Радауцан. Phys. stat. sol. 8, 625, 1965.
16. Yu. S. Boyarskaya, M. I. Valkovskaya, R. P. Zhitaru. Phys. stat. sol., 10, 493, 1965.
17. М. И. Вальковская. «Известия АН МССР», № 2, 21, 1965.
18. М. И. Вальковская, Ю. С. Боярская. ФТТ, т. 8, № 8, 2475, 1966.
19. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская, Р. П. Житару. Тезисы Всесоюзного совещания по теории, методам и применению склерометрии, Москва, 1966.
20. Ю. С. Боярская, М. И. Вальковская. Тезисы Всесоюзного совещания по теории, методам и применению склерометрии, Москва, 1966.