

ВПЛИВ ЗОВНІШНЬОГО НАВАНТАЖЕННЯ НА ЗАЛИШКОВІ ДЕФОРМАЦІЇ ГРАТКИ АЛМАЗУ

За результатами прецизійного виміру міжплощинних відстаней ($\Delta d_{\{hkl\}}=(1-5)\cdot 10^{-6}$ нм) у восьми кристалографічних напрямках із використанням методу Коселя, визначені компоненти тензора деформацій монокристалів синтетичного алмазу і їхня зміна при одновісному стиску кристалу у напрямку [010] зусиллям до 2,5 ГПа. Встановлено, що значення головних деформацій пірамід росту граней куба й октаедра, а також запасена пружна енергія ґратки змінюються не монотонно.

Based on precision measurements of interplanar spacings ($\Delta d_{\{hkl\}}=(1-5)\cdot 10^{-6}$ nm) in eight crystallographic directions using Kossel's method, the components of tensor of deformations of synthetic diamond single crystals have been established as well as their variations in uniaxial compression of the crystal up to 2.5 GPa in the [010] direction. The values of basic deformations of growth pyramids of cube and octahedron faces and stored elastic energy have been found to vary nonmonotonically.

Дослідження пружно-деформованого стану монокристалів алмазу викликає певні труднощі через надзвичайно високі механічні характеристики цього матеріалу. Водночас вплив вихідного стану кристалів на характер і інтенсивність деформування, а також зміна дефектної структури ґратки при навантаженні, мають великий науковий і практичний інтерес.

У роботі досліджено зміну пружно-деформованого стану монокристалів алмазу розміром біля 1 мм, отриманих у системі Ni-Mn-C. Вивчення поля деформацій кристалічної ґратки проводилося як на підставі аналізу взаємного розташування ліній Коселя на рентгенограмі (орієнтація кристалів $\langle 001 \rangle$, випромінювання $\text{Fe}_{\alpha 1,2}$ і $\text{Co}_{\alpha 1,2}$) [1-3], так і по зміні їхнього профілю інтенсивності [4]. Розрахунок запасеної пружної енергії ґратки виконано із використанням співвідношення [5]:

$$W = \frac{1}{2} C_{11} (\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 + \varepsilon_{33}^2) + c_{12} (\varepsilon_{22} \varepsilon_{33} + \varepsilon_{33} \varepsilon_{11} + \varepsilon_{11} \varepsilon_{22}) + \frac{1}{2} C_{44} (\varepsilon_{23}^2 + \varepsilon_{31}^2 + \varepsilon_{12}^2),$$

де ε_i – головні компоненти тензора деформації, n_i – направляючі косинуси.

За результатами прецизійного виміру міжплощинних відстаней ($\Delta d_{\{hkl\}}=(1-5)\cdot 10^{-6}$ нм) у восьми кристалографічних напрямках, визначені компоненти тензора деформації та їх зміна при одно-

вісному стиску монокристалів алмазу зусиллям до 2,5 ГПа. Характерним для досліджуваних кристалів була наявність залишкових після синтезу деформацій кристалічної ґратки, максимальна величина яких досягала 0,08%. При цьому орієнтація тензора залишкових деформацій не збігалася з віссю четвертого порядку, напрямком найбільш прийнятним для механічного навантаження кристалів.

Виявлено, що значення головних деформацій пірамід росту граней куба й октаедра, при механічному навантаженні кристалів змінюються не однаково. Це свідчить про різницю пружних характеристик [5] у пірамідах росту $\langle 111 \rangle$ і $\langle 100 \rangle$ монокристалів алмазу. Немонотонне зростання запасеної пружної енергії й інтенсивності деформації кристалічної ґратки, що спостерігається при збільшенні зовнішнього навантаження (таблиця 1), обумовлено різницею у вихідному пружно-деформованому стані пірамід росту простих форм реальних кристалів.

Збільшення зовнішнього навантаження до 1 ГПа призводить не тільки до зміни абсолютних значень деформацій, але також до зміни орієнтації тензора деформацій у просторі [6], пов'язаному з кристалографічними осями, і зміні кута між напрямками максимальних деформацій у пірамідах росту граней куба й октаедра. При досягненні навантаження 0,9-1,2 ГПа, абсолютні значення деформацій і запасеної пружної енергії

гратки різко зменшуються, що свідчить про релаксацію напруг у кристалах. Подальше збільшення зовнішнього впливу призводить, як правило, до зміни характеристичної поверхні тензора деформації, що обумовлено пластичним деформуванням алмазів при кімнатній температурі – для кристалу поданого у таблиці 1 характеристична поверхня трансформується з двопорожнинного в однопорожнинний гіперболоїд.

Характерно, що зміна запасеною пружної енергії у цьому діапазоні навантажень не є квадратичною залежністю, чого слід було очікувати при зміні запасеної енергії гратки кристалу. Як зазначено у роботі [7] таке поведіння поля деформацій легко пояснити, якщо взяти до уваги не тільки зміну абсолютного розміру деформації у кристалі, але також враховувати його векторну природу й обертання стосовно кристалографічних осей при зміні зовнішнього навантаження.

Відзначимо, що після зняття зовнішнього навантаження, запасена пружна енергія кристалу змінюється. Ступінь її зміни легко простежити при циклічному стисненні алмазу до навантаження більш 2 ГПа (рис.1).

Розмір і форма першого максимуму для кристалів різноманітного походження відрізняється між собою; залежить від величини початкового пружно-деформованого стану й орієнтації тензора залишкових деформацій гратки по відношенню до осі механічного навантаження кристала. Мінімум запасеної енергії характеризує повну релаксацію залишкових деформацій. Подальше її збільшення обумовлене впливом зовнішнього навантаження.

Таблиця 1. Зміна головних деформацій і пружної енергії гратки алмазу при одновісному навантаженні кристалу.

$\sigma_{[001]}$, ГПа	Піраміда росту	Головні деформації ϵ_i , %				$W_s, 10^5$ (Дж ⁻³)
		ϵ_1	ϵ_2	ϵ_3	$\sqrt{\epsilon_i^2}$	
0,00	–	0,022	–0,008	–0,010	0,025	0,3
0,48	<111>	0,057	–0,083	–0,092	0,0136	5,5
	<100>	0,049	–0,024	–0,077	0,094	3,9
0,94	<111>	0,061	–0,067	–0,136	0,097	9,6
	<100>	0,058	–0,054	–0,120	0,144	7,6
1,05	–	0,051	–0,023	–0,043	0,071	2,2
1,24	<111>	0,066	0,038	–0,189	0,204	17,9
	<100>	0,104	0,033	–0,154	0,189	18,3
1,44	<111>	0,100	0,140	–0,228	0,286	26,2
	<100>	0,093	0,031	–0,243	0,267	28,2
1,55	<111>	0,105	0,041	–0,224	0,251	30,3
	<100>	0,099	0,031	–0,238	0,260	31,9
1,64	<111>	0,063	0,009	–0,032	0,072	2,5
	<100>	0,065	0,011	–0,020	0,069	2,0
1,96	<111>	0,077	0,010	–0,143	0,163	13,4
	<100>	0,069	0,013	–0,161	0,176	14,5

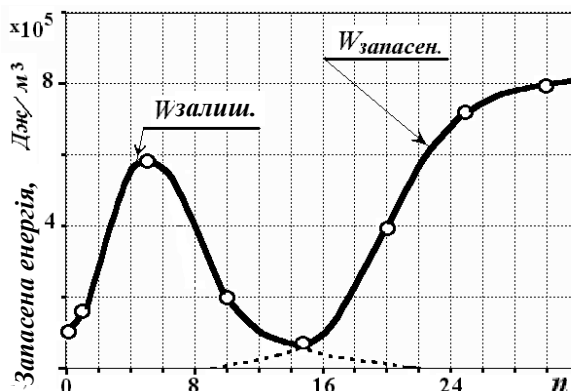


Рис.1. Зміна запасеної пружної енергії гратки алмазу при циклічному навантаженні кристалу.

Дослідження профілю інтенсивності ліній Коселя проводилося на мікроденситометрі, як це описано у роботі [4]. Виявлено, що профіль інтенсивності $K_{\alpha 1,2}$ -ліній, при одновісному стиску кристалів до 1,3-1,5 ГПа, сильно уширюється і може трансформуватися у розмиту смугу, що при подальшому збільшенні зовнішнього навантаження вище 2,0 ГПа знову набуває різких обрисів $K_{\alpha 1,2}$ - ліній (рис.2), що свідчить про релаксацію пружних напруг гратки при навантаженні.

Перерозподіл інтенсивності $K_{\alpha 1}$ - і $K_{\alpha 2}$ -ліній, що відбувається при цьому, обумовлено взаємодією дифракційної складової з екстинкційною компонентою чорно-білої структури лінії Коселя і характеризує вплив реальної структури алмазу на динаміку гратки при стискуванні. Після зняття зовнішнього навантаження спостерігається незворотня зміна структури алмазу (пластична деформація), що виявляється в істотному розширенні $K_{\alpha 1,2}$ -ліній Коселя на рис.2 і зміні компонент тензора деформацій.

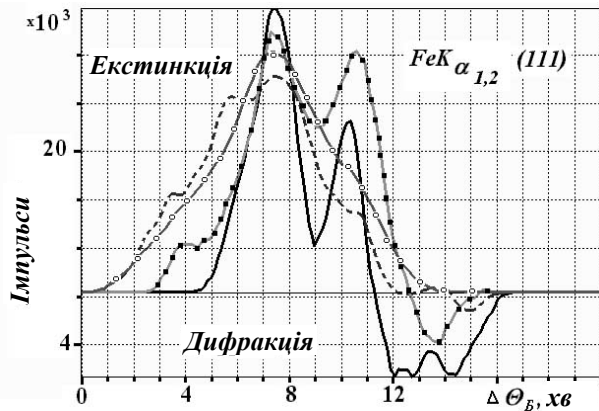


Рис.2. Зміна профілю інтенсивності ліній Коселя при одновісному стиску кристалу: — вихідний кристал, - - - навантаження 1,3 ГПа, -•-•- навантаження 2,1 ГПа, -o-o-o- після розвантаження.

З таблиці 1 випливає, що при навантаженнях 0,9-1,2 ГПа напруги зсуву в октаедричній площині різко зменшуються. Раніше [3] показано, що при одновісному стиску алмазу релаксація напруг ґратки відбувається як у результаті мікродвійникування по площині (111) у напрямку $\langle 211 \rangle$, так і завдяки зсуву по октаедричній площині у напрямку $\langle 110 \rangle$. Співвідношення між цими процесами складає 96/89, тобто обидва механізми релаксації внутрішніх напруг при навантаженні кристалів алмазу рівномірні. Враховуючи енергію С-С зв'язку в алмазі $5,8 \times 10^{-19}$ Дж [8] і зміну запасеною пружної енергії зсуву при релаксації внутрішніх напруг, можна підрахувати кількість розірваних зв'язків реального кристала. Для алмазу, наведеного у таблиці 1, ця величина складає порядку 10^{18} см⁻³, тобто $\sim 10^{-3}\%$ загальної кількості атомів у кристалі.

Мікроскопічні дослідження зламу, отриманого при одновісному стиску алмазу, підтверджують наявність двох механізмів релаксації внутрішніх напруг у алмазах (рис.3).

Звертає на себе увагу той факт, що діапазони навантажень, для яких спостерігається релаксація внутрішніх напруг, обумовлених зміною запасеної пружної енергії і зміною профілю інтенсивності ліній Коселя, не збігаються – 0,9-1,2 ГПа і біля 2 ГПа, відповідно. Оскільки релаксаційні процеси в октаедричній площині по напрямку $\langle 110 \rangle$ властиві перебудові дислокаційної структури ґратки кристалів кубічної сингонії [9], то зміна профілю ліній Коселя, очевидно, описує переважно цей процес. У алмазі зазначені елементи зсуву характерні для гвинтової дислокації.

Дослідженням алмазної кераміки при температурі 1400°C і тиску 6 ГПа методами трансмісійної мікроскопії, встановлено утворення дис-

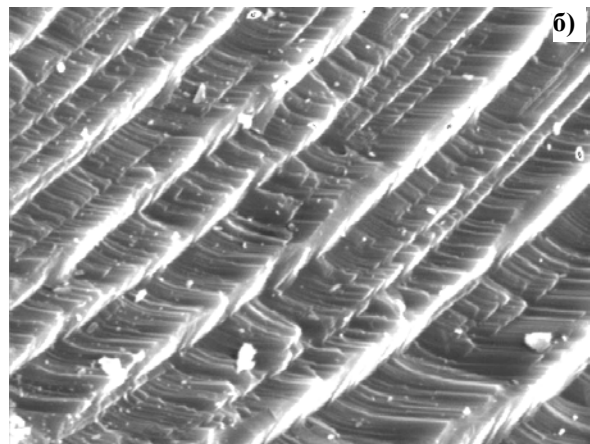
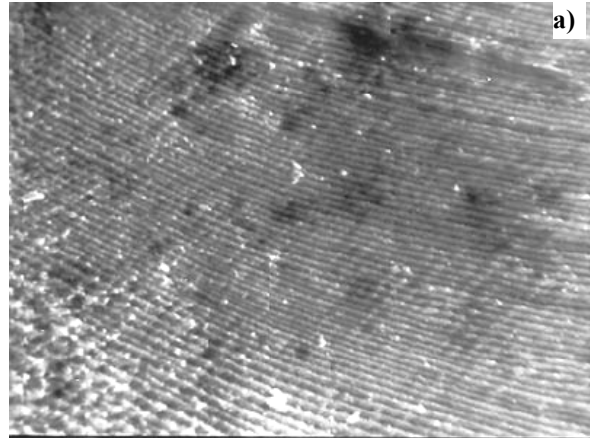


Рис.3. Характерний вид поверхні зламу алмазу після критичного одновісного стиску. Загальний вид нееквідистантного стиску площин ґратки (збільшення 1000), виявлених у результаті ковзання по площині (111) (а). Вид мікродвійникових прошарків у площині (111) (збільшення 20000) (б).

локаційних прошарків і двійникових ламелей у площині (111), орієнтованих у напрямку $\langle 110 \rangle$ і $\langle 211 \rangle$ відповідно [10]. На відміну від зазначеної роботи, де проводився гідростатичний стиск алмазів при високій температурі, нами виявлене мікродвійникування по зміні запасеної пружної енергії ґратки і перебудові дислокаційної структури в алмазах (зміна профілю інтенсивності ліній Коселя) при кімнатній температурі й одновісному стиску до 2,5 ГПа.

Визначені елементи пластичної деформації кристалічної ґратки алмазу порушують питання про швидкість даного процесу. На рис.4 подані профілі інтенсивності ліній Коселя алмазу, стиснутого зусиллям 1,9 ГПа. Видно, що профілі екстинкційної складової лінії Коселя співпадають. Навпаки, дифракційна складова даної лінії (праве крило профілю) через 13 годин змінилося. Зауважимо, що проведення подібних досліджень на алмазі надзвичайно ускладнюється через його високі механічні характеристики – зміна лінії

може бути обумовлено частковою релаксацією напруг у навантажуючому пристрої. Щоб виключити вплив зовнішніх чинників, записані профілі інтенсивності алмазу після зняття навантаження 2,5 ГПа і через 5 днів. На жаль помітної зміни профілю інтенсивності ліній Коселя не виявлено. Отже, питання про швидкість релаксації напруг у алмазі залишається відкритим і потребує подальшого вивчення.

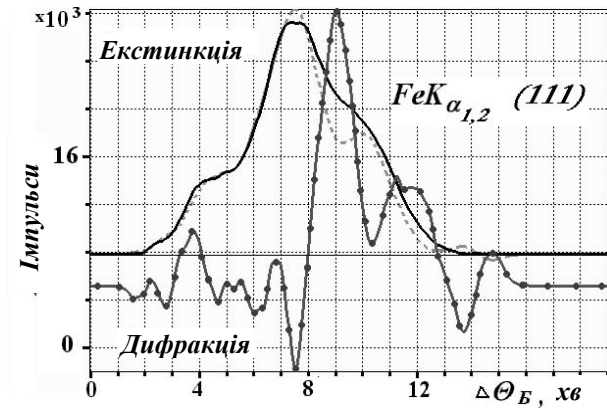


Рис.4. Профілі інтенсивності ліній Коселя алмазу синтезованого у системі Ni-Mn-C: — навантаження 1,9 ГПа, - - - навантаження 1,9 ГПа через 13 годин, -•-•- різниця спектрів.

Виконані дослідження дозволили вивчити вплив вихідного пружного стану алмазу на характер і інтенсивність деформування ґратки, установити механізми релаксації внутрішніх напруг (мікродвійникування та зміна дислокаційної структури на границях пірамід росту) у процесі одновісного стиску кристалів при кімнатній температурі.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Вишневский А.С., Новиков Н.Н., Ткач В.Н. // Докл. Акад. наук УССР сер. А. - 1984. - 5. - С.55.
2. Вишневский А.С., Ткач В.Н. // Сверхтвердые материалы. - 1988. - №3. - С.44-46.
3. Tkach V.N. // Diamond and related materials. - 1993. - 3. - P.112.
4. Ткач В.Н., Вишневский А.С. // Сверхтвердые материалы. - 1992. - 3. - С.10.
5. Новиков Н.В., Ткач В.Н., Вишневский А.С. // Докл. Акад. наук СССР. - 1988. - 302, №6. - С.1368.
6. Работнов Ю.Н. Механика деформируемого твердого тела. - М.: Наука, 1979.
7. Slade J.J., Weissmann S., Nakajima K., Hirabayashi M. // J.Appl. Phys. - 1964. - 35, No. 11. - P. 3364-3372.
8. Fild J.E. Properties of Diamond. - London: Akad. Press, 1979.
9. Шаскольская М.П. Кристаллография. - М.: Высшая школа, 1976.
10. Walmsley J.C., Lang A.R. // J.Mater. Sci. Lett. - 1983. - 2, No.12. - P.785.