

УДК 54.03;548.4

АНИЗОТРОПИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ И МИКРОХРУПКОСТИ КРИСТАЛЛОВ СЕМЕЙСТВА ЛАНГАСИТА

© 2014 г. О. М. Кугаенко¹, Е. С. Торшина¹, О. А. Бузанов², С. А. Сахаров²

E-mail: crystalxxi@misis.ru

Исследованы микротвердость и микрохрупкость по методу Кнуппа и Виккерса монокристаллов $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, $\text{La}_3\text{Ta}_{0.5}\text{Ga}_{5.5}\text{O}_{14}$, $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ семейства лантан-галлиевого силиката тригонального класса симметрии 32 пространственной группы P_{321} . Обнаружена анизотропия микротвердости I рода (полярная зависимость микротвердости от положения индентора относительно кристаллографических направлений в плоскости измерения) на кристаллографических плоскостях $(11\bar{2}0)$, $(01\bar{1}0)$, (0001) . По измерениям коэффициента интенсивности напряжений кристаллов выявлена анизотропия микрохрупкости, что позволило определить направления и плоскости трещинообразования в монокристаллах семейства лангасита.

DOI: 10.7868/S0367676514110155

Кристаллы семейства лантан-галлиевого силиката (лангасит) представляют собой группу кристаллов, изоструктурных кальций-галлиево-германату ($\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{GeO}_{14}$) и относятся к тригональному классу симметрии 32 пространственной группы P_{321} . Структура кальций-галлогерманата в общем виде описывается как $A_3BC_3D_2O_{14}$. В данном структурном типе вдоль кристаллографической оси Z попеременно располагаются слои, состоящие из тетраэдрических позиций и октаэдрических с додекаэдрическими позициями. В сравнении со структурой $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{GeO}_{14}$ в кристаллах семейства лангасита лантан La^{3+} занимает додекаэдрические позиции (позиции Ca); галлий Ga^{3+} – тетраэдрические и октаэдрические позиции (позиции Ga и Ge). В зависимости от того, какой ион в данном соединении частично замещает галлий в той или иной позиции, материал получает название: лангасит (Si^{3+} в тетраэдрической позиции), лангатат (Ta^{5+} в октаэдрической позиции) и т.д. [1]. Лангасит – самый известный лантан-галлиевый силикат (ЛГС) с химической формулой $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$. Следующие наиболее известные соединения это лантан-галлиевый танталат–лангатат (ЛГТ, $\text{La}_3\text{Ta}_{0.5}\text{Ga}_{5.5}\text{O}_{14}$) и кальций-тантал-галлиевый силикат (КТГС, $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$).

Общий вид элементарной ячейки лангасита представлен на рис. 1: кристаллы в процессе роста формируются слоями, расположенными перпен-

дикулярно кристаллографическому направлению $[0001]$ [2].

Кристаллы семейства лангасита и кварца обладают различными параметрами решетки в направлении Z и X [4], что характерно для кристаллов тригональной сингонии с сильной анизотропией свойств. Соотношение осей c/a в элементарной ячейке кристаллов лангасита достигает 0.6.

Один из недостатков структуры кристаллов семейства лангасита – разупорядоченность, возникающая из-за того, что два из катионов в каждом составе ЛГС, ЛГТ занимают одно и то же положение в элементарных ячейках кристаллической структуры. В ЛГС – это Ga^{3+} и Si^{4+} , в ЛГТ ($\text{La}_3\text{Ta}_{0.5}\text{Ga}_{5.5}\text{O}_{14}$) – Ga^{3+} и Ta^{5+} , что является причиной беспорядочно распределенного искажения структуры и приводит к изменению свойств. На-

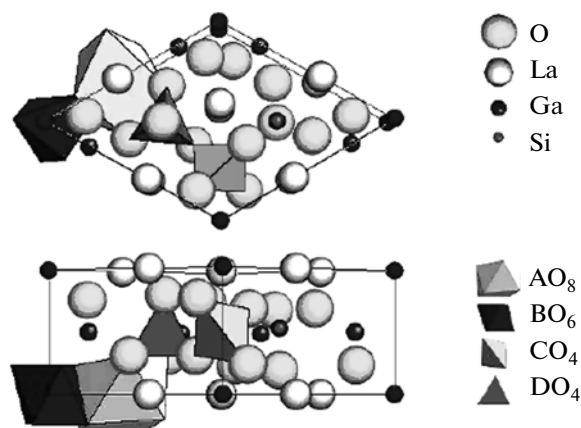


Рис. 1. Элементарная ячейка лангасита [3]. Сверху проекция $[0001]$, снизу проекция $[11\bar{2}0]$.

¹ Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”, Москва.

² ОАО “Фомос-Материалс”, Москва.

Таблица 1. Общие физические свойства лангасита, лангатата и катангасита

Физическая величина	Лангасит	Лангатат	Катангасит	Кварц
Температура плавления, °С	1470	1470	1320	1728
Температура фазового перехода	—	—	—	570
Твердость по Моосу	6.6	6.6–7	6.6–7	7
КТР, $10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$				
$\alpha_{11} (\parallel a, x)$	4.08	6.13 [5]	6.67 [5]	
$\alpha_{33} (\parallel c, z)$	5.63	4.45 [5]	3.3 [5]	
Термические свойства:	при 27 °С			
Удельная теплоемкость, Дж · (г · К) ⁻¹	0.45	0.40	0.57	
Температура Дебая Θ_D , К	740	740 [6]	1000 [5]	
Температурная проводимость, Вт · (м · К) ⁻¹				
K_X	1.3	1.2	1.5	
K_Z	1.9	1.7	2.4	
Коэффициент электромеханической связи	15.8	30		7

пример, при замене иона Si^{4+} ($r_{\text{Si}} = 0.039$ нм) на Ga^{3+} ($r_{\text{Ga}} = 0.062$ нм) в позиции тригональной пирамиды увеличивается значение пьезоэлектрических коэффициентов (табл. 1).

Кристалл кальций-тантал-галлиевого силиката — представитель семейства лангасита, и интерес к нему вызван тем, что данный кристалл, по теоретическим оценкам, обладает более высокими значениями пьезоэлектрических констант, чем кристаллы лангасита и лангатата.

Монокристаллы семейства лангасита относятся к твердым хрупким материалам, с температурой упругоэластического перехода выше $0.9 T_{\text{пл}}$ [7]. Под воздействием циклических нагрузок при комнатной температуре при нагрузках ниже предела текучести в хрупких монокристаллах ЛГТ обнаружено существенное изменение микроструктуры, указывающее на протекание процессов пластической деформации — возрастание плотности дислокаций на 3–4 порядка по сравнению с исходной, двойникование и образование мезоструктуры. Разрушение кристаллов наблюдается в основном путем растрескивания по плоскостям Y и X [8].

При исследовании теплофизических свойств [5] монокристаллов семейства лангасита обнаружена температурная зависимость анизотропии параметров при нагреве от 300 до 1300 К. С ростом температуры наблюдается уменьшение соответствующих коэффициентов анизотропии. Высокотемпературные рентгеноструктурные исследования показали, что структура кристаллов семейства лангасита устойчива на воздухе до 1200 °С, частичный распад основной фазы наблюдается в тонком приповерхностном слое в вакууме при превышении температуры выше 1000 °С, что связано с выделением летучей двуокиси галлия и

образованием в приповерхностном слое окислов основных компонентов, обедненных галлием [9].

Высокий коэффициент электромеханической связи у лангаситов позволяет создавать высокотемпературные датчики на прямом пьезоэффекте и пьезоэлектрические фильтры с более широкими полосами пропускания, чем у кварца. В настоящее время основная область применения кристаллов — изготовление чувствительных элементов пьезоэлектрических датчиков температуры (до 150 °С на основе кварца и до 600 °С на основе ЛГС) и датчиков давления, ускорения, вибрации (на основе кристаллов ЛГТ), работоспособных до температуры 600 °С. При установке датчиков в двигатели внутреннего сгорания пьезоэлектрические элементы датчиков работают в экстремальных условиях переменных нагрузок, как механических, так и термических. В связи с расширением применений кристаллов в условиях термомеханических нагрузок, для оценки работоспособности кристаллов необходимо изучение их механических характеристик в широком интервале температур.

Но данных о механических свойствах, их однородности и анизотропии свойств монокристаллов группы лангасита недостаточно как для технологии создания устройств акустоэлектроники, так и для повышения надежности использования этого перспективного пьезоэлектрика в сложных условиях эксплуатации. Это обуславливает актуальность вопросов, связанных с изучением механических свойств кристаллов. Цель работы — изучение анизотропии механических свойств монокристаллов группы лангасита. Для оценки неоднородности механических свойств по объему и в плоскостях среза кристаллов исследуются анизотропия и полярные зависимости микротвердости и микрохрупкости.

МАТЕРИАЛ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ И МИКРОСТРУКТУРА ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦОВ

Материалами для испытаний служили монокристаллы группы лантан-галлиевого силиката, выращенные на ОАО «Фомос-Материалс» по методу Чохральского. Из монокристаллов были вырезаны образцы в виде пластин и кубиков различных кристаллографических срезов. Поверхности срезов для снятия полученных в процессе резки и шлифовки приповерхностных нарушений обрабатывали механически до состояния оптической полировки. Шероховатость (Ra) поверхности на исследованных образцах не превышает 0.006 мкм; плоскостность поверхности 0.255–0.650 мкм на длине образца. Кристаллографические направления на исследуемой плоскости определяли рентгеноструктурным анализом методом дифракции рентгеновских лучей с помощью дифрактометра D8 Discover, оснащенного сцинтилляционным детектором Bruker. Плотность дислокаций в исходных кристаллах, выявленная избирательным химическим травлением, не превышает 10^4 см^{-2} .

ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ КРИСТАЛЛОВ СЕМЕЙСТВА ЛАНТАН–ГАЛЛИЕВОГО СИЛИКАТА

Измерения микротвердости проводили на полупавтоматическом микротвердомере Tukon 2100B при вдавливании алмазного индентора по методу Кнуппа, который запрограммирован в аппаратные средства испытательного прибора. Прибор позволяет варьировать в широком диапазоне величину прилагаемой нагрузки, время приложения нагрузки и время выдержки под нагрузкой (автоматическое нагружение и разгрузка) с использованием оснащенного приводом устройства с обратной связью и позволяет исследовать такие хрупкие материалы, как кристаллы семейства ЛГС. Индентирование по методу Кнуппа включает измерение одной длинной диагонали отпечатка и последующий пересчет в значение микротвердости.

На поверхности образца получают легко измеряемые неразрушенные ромбические отпечатки, а измерение большой диагонали отпечатка повышает точность измерения при малых нагрузках и оценки анизотропии микротвердости. Все приведенные в статье данные по микротвердости – результат статистической обработки измерений. Каждое значение – это результат обработки измерений 17–25 отпечатков. При относительной вероятности Стьюдента 0.95 случайная погрешность измерений микротвердости на кристаллах семейства лангасита не превышает 1.5%.

Результаты измерения микротвердости существенно зависят от кристаллографической ориен-

тации и качества обработки исследуемой поверхности, от условий проведения измерения, выбора нагрузки на индентор, длительности нагружения и выдержки под нагрузкой, правильного размещения отпечатков на исследуемом образце.

Для выбора оптимальной нагрузки микровдавливания индентором Кнуппа проведены измерения зависимости микротвердости от нагрузки в интервале от 0.002 до 0.1 кгс при времени приложения нагрузки 3 с. Время выдержки под нагрузкой 10 с. Известно, что с уменьшением величины нагрузки на индентор и уменьшением размера отпечатка измеренные значения твердости могут изменяться (чаще всего увеличиваться). На участке независимости микротвердости от нагрузки выбрана оптимальная нагрузка, равная 0.05 кгс, при которой не происходит образования трещин вокруг отпечатка индентора Кнуппа, при этом величина диагонали превышает величину 30 мкм, что уменьшает погрешность определения длины диагонали при оптической настройке микротвердомера. Выбранные условия измерений позволили применить метод статического вдавливания для испытания механических свойств таких хрупких материалов как кристаллы семейства лангасита.

На различных поверхностях анизотропного монокристалла, в связи с различной ретикулярной плоскостью, размеры отпечатков, нанесенных при одинаковой нагрузке, оказываются различными, а также зависят от ориентации индентора относительно кристаллографических направлений в кристалле. Задача исследования – изучение анизотропии микротвердости I и II рода (по методу Кнуппа) монокристаллов семейства лангасита (ЛГТ, ЛГС, КТГС) различной кристаллографической ориентации.

Для оценки анизотропии используется понятие коэффициента анизотропии микротвердости P_k [11]:

$$P_k = \frac{H_{max}}{H_{min}} = \left(\frac{d_{min}}{d_{max}} \right)^2, \quad (1)$$

где H_{max} , H_{min} – измеренная микротвердость материала, кгс · мм⁻²; d_{max} , d_{min} – диагонали отпечатков при различных ориентациях индентора, мм.

Полярная анизотропия микротвердости I рода

Анизотропия микротвердости определяется возможностью выноса материала под индентором, что и определяет значение микротвердости на разных плоскостях и в разных кристаллографических направлениях на плоскости. Исследовалась анизотропия микротвердости I рода (полярная зависимость микротвердости от положения индентора относительно кристаллографических направлений в плоскости измерения) и II рода (микротвердость различных кристаллографических плоскостей кристалла) на кристаллографических плоскостях $(11\bar{2}0)$, $(01\bar{1}0)$, (0001) .

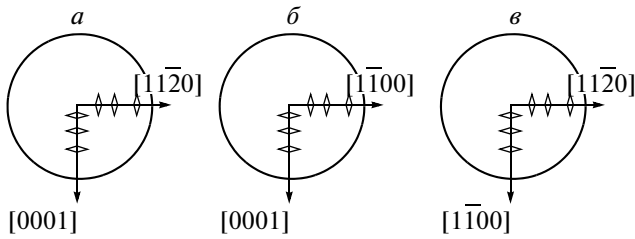


Рис. 2. Схема ориентации индентора Кнуппа относительно кристаллографических направлений: *a* – на плоскости $(01\bar{1}0)$; *b* – на плоскости $(11\bar{2}0)$; *в* – на плоскости (0001) при измерении полярных зависимостей микротвердости.

Для изучения полярной анизотропии микротвердости I рода проводили измерения по методу Кнуппа при нагрузке 0.05 кгс, отпечатки наносились на исследуемую поверхность при повороте образца от 0° до 360° через каждые 15° , с направлением длинной диагонали индентора перпендикулярно исследуемому кристаллографическому направлению (рис. 2). Такой выбор геометрии воздействия определяет массоперенос материала при образовании отпечатка индентора в направлении, перпендикулярном положению длинной диагонали индентора.

Схема разложения силы F на плоскости контакта ромбической пирамиды Кнуппа с материалом образца показана на рис. 3, где F_1 – сила, действующая перпендикулярно поверхности образца, определяющая массоперенос в глубину

образца, F_2 – сила, действующая параллельно поверхности образца и определяющая угловые значения микротвердости. По величине сила F_1 в 2 раза больше F_2 ($F_1 = F_2 \operatorname{tg} 65^\circ$). F – результирующая сила, определяющая нормальное растягивающее напряжение. Нормальные растягивающие напряжения являются причиной возникновения трещины. В начальный момент нагружения в локальной области под индентором возникают напряжения порядка модуля сдвига, которые не приводят к разрушению и релаксируют в пластичных материалах дислокационными путями, а в хрупких – за счет перемещения точечных дефектов.

На рис. 4 представлена полярная диаграмма микротвердости монокристалла ЛГТ на плоскости $(11\bar{2}0)$.

Полярная диаграмма микротвердости на плоскости $(11\bar{2}0)$ кристалла ЛГТ имеет вид “восьмерки” с сужением в направлении $[1\bar{1}00]$ и свидетельствует о наличии на плоскости $(11\bar{2}0)$ анизотропии микротвердости I рода с коэффициентом анизотропии 1.1: минимальное значение микротвердости в кристаллографическом направлении $[1\bar{1}00]$ НК = 760 ± 10 кгс · мм⁻², максимальное в направлении $[0001]$ НК = 845 ± 10 кгс · мм⁻².

Полярная диаграмма микротвердости на плоскости $(10\bar{1}0)$ монокристалла ЛГС (рис. 5) подобно предыдущей диаграмме, полученной на кристалле ЛГТ, представляет собой фигуру в виде “восьмерки” с сужением по направлению $[1\bar{1}\bar{2}0]$. Фор-

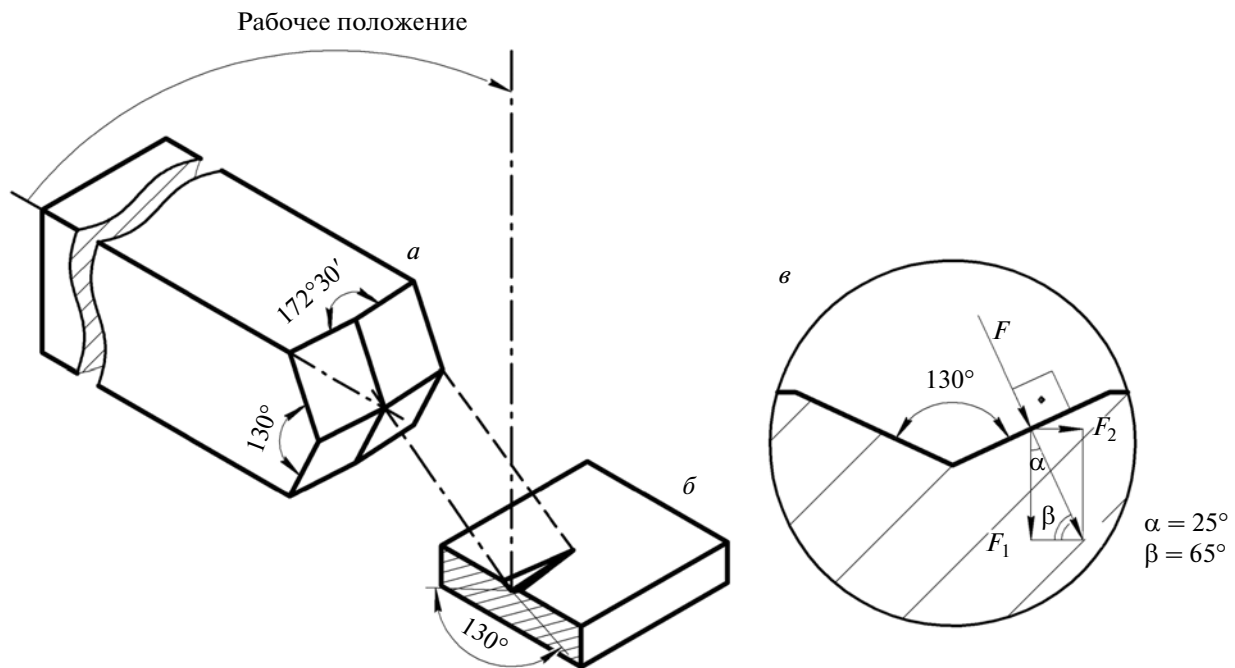


Рис. 3. Схема разложения силы F на плоскости контакта индентора Кнуппа (*a*) с материалом образца (*b*) в поперечном разрезе отпечатка индентора (*в*).

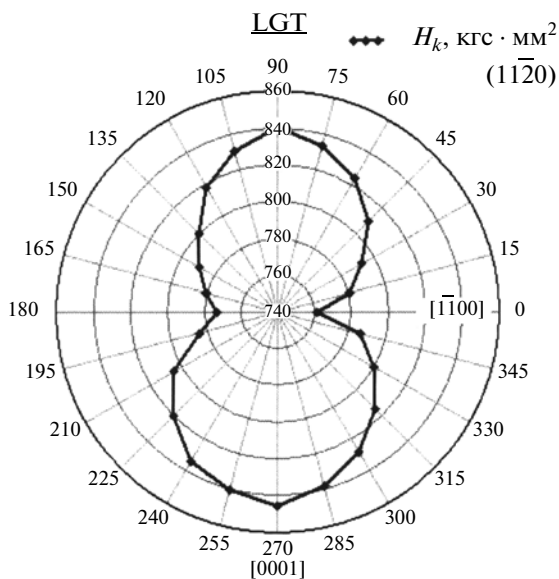


Рис. 4. Полярная диаграмма микротвердости кристалла ЛГТ на плоскости $(11\bar{2}0)$.

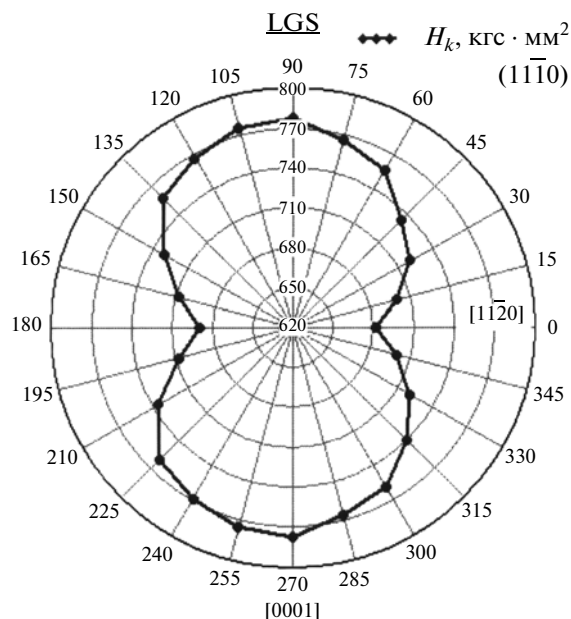


Рис. 5. Полярная диаграмма микротвердости кристалла ЛГС на плоскости $(01\bar{1}0)$.

ма диаграммы микротвердости кристалла лангасита свидетельствует о наличии анизотропии микротвердости I рода с коэффициентом 1.2: максимальное значение микротвердости кристалла соответствует кристаллографическому направлению $[0001]$ $H_K = 780 \pm 10$ кгс · мм⁻², минимальное – $[1\bar{1}20]$ $H_K = 680 \pm 10$ кгс · мм⁻².

На призматических плоскостях кристаллов семейства лангасита сужение формы полярных диаграмм микротвердости в направлении, перпендикулярном оси Z, связано со слоистой структурой кристаллов и массопереносом при образовании отпечатка индентора вдоль слоя по плоскости плотнейшей упаковки (0001). В направлении $[0001]$ значение микротвердости на 10–20% выше, чем в перпендикулярных направлениях $[1\bar{1}20]$ и $[1\bar{1}00]$ вдоль слоя, что связано с затруднением массопереноса через слои полиэдров структуры.

Полярные диаграммы микротвердости на противоположных плоскостях (0001) и $(000\bar{1})$ монокристалла лангасита приведены на рис. 6. Характерна для базовых плоскостей с осью симметрии 3-го порядка шестиугольная форма диаграммы, связанная с симметрией кристалла и индентора. Полярная диаграмма представляет собой фигуру в виде звезды с шестью максимумами, повторяющимися через каждые 60 градусов. Несимметричность фигуры на рис. 6 связана, очевидно, с геометрическими параметрами пластины.

Отпечатки, нанесенные на поверхность (0001), не имеют трещин. Это связано с тем, что в наиболее плотноупакованной плоскости, где межатомные

расстояния меньше, достаточно легко происходит перестройка структуры, тогда как на призматических плоскостях $(11\bar{2}0)$ и $(01\bar{1}0)$ в направлениях $[1\bar{1}20]$ и $[1\bar{1}00]$ незначительные напряжения приводят к растрескиванию вокруг отпечатка индентора.

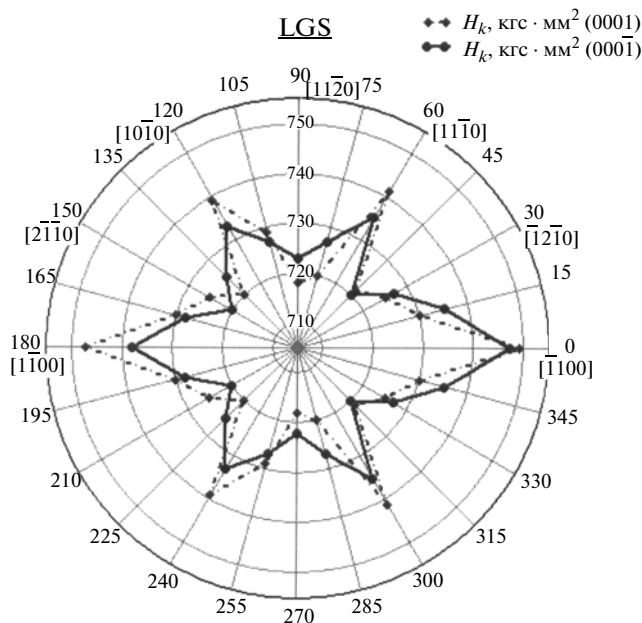


Рис. 6. Полярная диаграмма микротвердости кристалла ЛГС на плоскостях (0001) и $(000\bar{1})$.

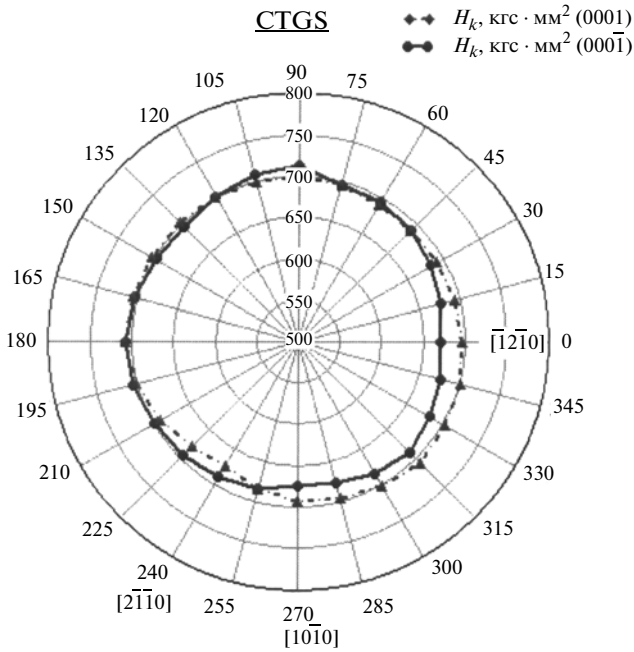


Рис. 7. Полярная зависимость микротвердости кристалла КТГС на плоскостях (0001) и (000 $\bar{1}$).

Минимальная микротвердость на поверхностях (0001) и (000 $\bar{1}$) кристалла ЛГС наблюдается в кристаллографическом направлении $[11\bar{2}0]$ НК = (715 ± 10) кгс · мм $^{-2}$, максимальная — $[10\bar{1}0]$ НК = (750 ± 10) кгс · мм $^{-2}$, коэффициент анизотропии равен 1.1.

В разных монокристаллах семейства лангасита форма полярных диаграмм на одинаковых гранях подобна: на призматических гранях имеет вид “восьмерок”, вытянутых вдоль направления $[0001]$, а на базисных плоскостях (0001) и (000 $\bar{1}$) имеет вид шестиугольных звезд. Полярную зависимость механических свойств монокристаллов лангасита и лангата необходимо учитывать в технологии обработки поверхности и в технологии изготовления пьезо- и акусто- элементов.

Полярные диаграммы монокристаллов катангасита имеют другой вид (рис. 7, 8, 9). Измерения показали, что микротвердость на всех исследованных плоскостях как на базисных, так и на призматических ниже, чем на соответствующих плоскостях монокристаллов ЛГС и ЛГТ (табл. 2); при этом в монокристаллах КТГС отсутствует анизотропия микротвердости как I, так и II рода. Разброс значений микротвердости на всех плоскостях монокристалла КТГС не превышает погрешности измерений (1.5%). Значения микротвердости на противоположных плоскостях монокристаллов КТГС также равны в пределах погрешности измерения. Отсутствие анизотропии микротвердости указывает на высокую однородность механических свойств монокристаллов КТГС в отличие от других исследованных кристаллов семейства лангасита.

Сложность исследования структуры непосредственно под индентором связана с отсутствием методических возможностей изучения напряжений, их релаксации и образующейся нестабильной структуры с огромной плотностью дефектов.

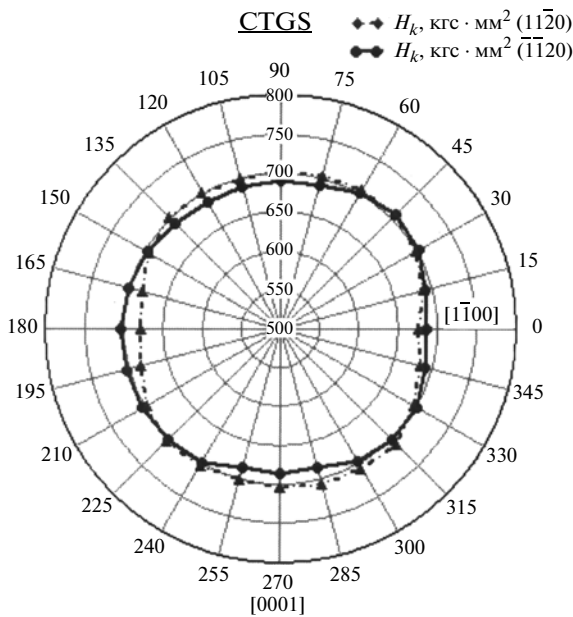


Рис. 8. Полярная зависимость микротвердости кристалла КТГС на плоскостях $(11\bar{2}0)$ и $(\bar{1}\bar{1}20)$.

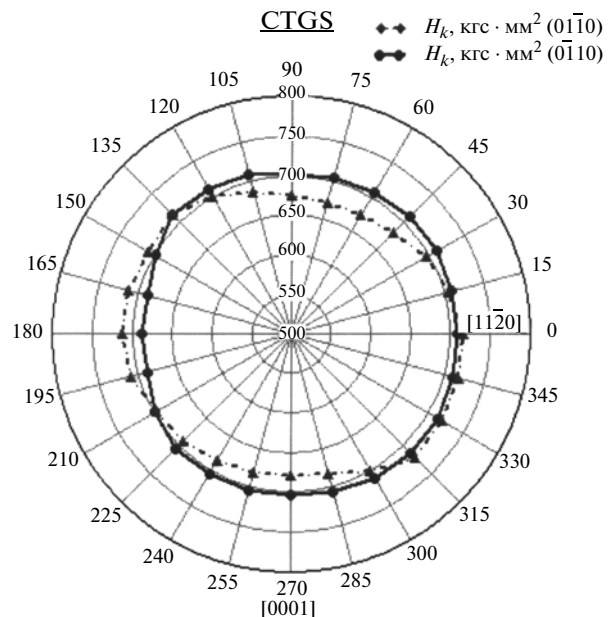


Рис. 9. Полярная зависимость микротвердости кристалла КТГС на плоскостях $(01\bar{1}0)$ и $(0\bar{1}10)$.

Таблица 2. Анизотропия микротвердости по методу Кнуппа (при нагрузке 0.05 кгс) на основных кристаллографических плоскостях кристаллов семейства лангасита

Кристалл	Плоскость	Направление	Микротвердость, кгс · мм ⁻²	Коэффициент анизотропии микротвердости I рода $P_k = \frac{H_{max}}{H_{min}}$
Лангатат (ЛГТ) (x-срез)	(11 $\bar{2}$ 0)	[1 $\bar{1}$ 00]	760 ± 10	1.1
		[0001]	845 ± 10	
Лангасит (ЛГС) (z-срез)	(0001)	[11 $\bar{2}$ 0]	715 ± 10	1.1
		[10 $\bar{1}$ 0]	750 ± 10	
Лангасит (ЛГС) (y-срез)	(01 $\bar{1}$ 0)	[11 $\bar{2}$ 0] [0001]	680 ± 10 780 ± 10	1.2
Катангасит (КТГС) (z-срез)	(0001)	[11 $\bar{2}$ 0]	700 ± 5	1
		[10 $\bar{1}$ 0]		
Катангасит (КТГС) (x-срез)	(11 $\bar{2}$ 0)	[0001]	695 ± 5	1
		[1 $\bar{1}$ 00]		
Катангасит (КТГС) (y-срез)	(01 $\bar{1}$ 0)	[0001] [11 $\bar{2}$ 0]	705 ± 5	1

Напряжения порядка модуля сдвига возникают в локальной области под индентором без катастрофического разрушения и релаксируют не дислокационными путями, а за счет перемещения точечных дефектов. Диффузионный поток дефектов при нагружении вызывает массоперенос вакансий в область более высоких напряжений, а межузельных атомов – навстречу, в область низких напряжений. В кристаллах семейства лангасита массоперенос с образованием отпечатка связан с перемещением при индентировании точечных дефектов, таких как межузельные атомы галлия и вакансии кислорода и галлия.

КОЭФФИЦИЕНТ ИНТЕНСИВНОСТИ НАПРЯЖЕНИЙ КАК МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ СТОЙКОСТИ КРИСТАЛЛА

Помимо значения микротвердости определенную информативную нагрузку имеют форма отпечатка и характер растрескивания вокруг отпечатка. Пирамида Виккерса может оставлять отпечатки прямосторонней, выпуклой, вогнутой и сигмоидальной формы; кроме того, могут образовываться и комбинированные отпечатки. Исследовались трещины разрыва (обычно радиальные) – начинаются либо от сторон, либо от углов отпечатка (рис. 10).

Оценку микрохрупкости проводили методом измерения микротвердости при вдавливании алмазного индентора по методу Виккерса при нагрузке 0.050 кгс на полуавтоматическом микро-

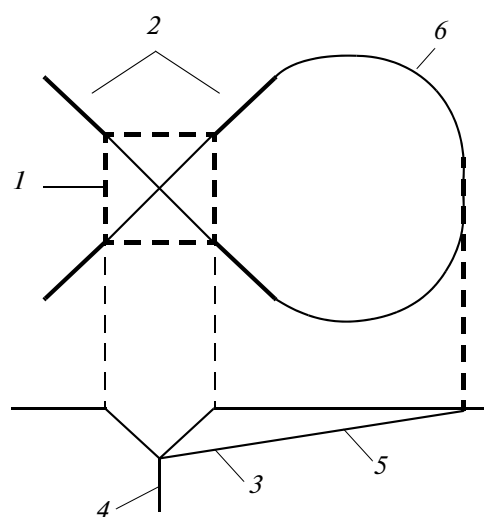


Рис. 10. Схема трещин, образующихся вблизи отпечатка индентора Виккерса: 1 – отпечаток пирамиды, 2 – радиальные трещины, ориентированные вертикально к поверхности образца, 3 – боковая наклонная (латеральная) трещина, 4 – медианная трещина, 5 – скол, 6 – видимый контур скола.

Таблица 3. Результаты измерений радиальных трещин, величин микротвердости, коэффициента интенсивности напряжений для различно ориентированных образцов кристаллов лангасита

Кристаллографическая ориентация образца (<i>hkl</i>)	<i>L</i> , мкм	HV, кгс · мм ⁻²	<i>K_{Ic}</i> , МПа · м ^{-1/2}
(11 $\bar{2}$ 0)	10.1	742	0.93
(01 $\bar{1}$ 0)	9.3	770	0.98
(0001)	7.0	778	1.4

твердомере Tukon® 2100. Глубина отпечатка, который он оставляет, примерно 1/7 от длины его диагонали.

Инденитор Виккерса проникает примерно в 2 раза глубже в образец, чем инденитор Кнуппа, поэтому испытание по Виккерсу менее чувствительно к состоянию поверхности, чем испытание по Кнуппу.

Расчеты прогнозирования роста трещин выполняются с помощью механики разрушения по важнейшей основной характеристике трещиностойкости — коэффициенту интенсивности напряжений, который является мерой возрастания напряжений при вершине трещины по сравнению с номинальным значением напряжения. Трещиностойкость (вязкость разрушения) — способность сопротивляться началу движения и развитию трещин при механических и других воздействиях.

Критический коэффициент интенсивности напряжений при статической нагрузке K_{Ic} (МПа · м^{1/2}), или вязкость разрушения (stress-intensity factor) при нормальном отрыве, — одна из основных механических характеристик конструкционных материалов, которая характеризует сопротивление материала образованию и развитию трещин. Значение коэффициента интенсивности напряжений зависит от формы и размеров исследуемого тела и трещины, а также от способа нагружения.

Коэффициент интенсивности напряжений используется в линейной механике разрушения для описания полей напряжений у вершины трещины. Само определение коэффициента интенсивности напряжений возникло из рассмотрения задачи о напряжениях в теле с трещиной. Поле напряжений у вершин трещины имеет сингулярность вида $1/\sqrt{r}$, где r — расстояние от вершины трещины до

точки, напряжение в которой рассматривается; другими словами, коэффициент интенсивности напряжений является мерой сингулярности напряжений в окрестности трещины.

Если у двух тел с трещинами одинаковые значения коэффициента интенсивности напряжений, то поля напряжений в окрестности трещины будут одинаковыми. Американский ученый Ирвин предположил, что условие начала распространения трещины можно сформулировать как условие достижения напряжениями критического значения, сформулировав тем самым силовой критерий хрупкого разрушения [12].

Критический коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} — это критерий трещиностойкости материала. Для случая индентирования пирамидой Виккерса, коэффициент K_{Ic} может быть записан в виде

$$K_{Ic} = 0.035(L/a)^{-1/2} (CE/H)^{2/5} Ha^{1/2} C^{-1}, \quad (2)$$

где K_{Ic} — коэффициент интенсивности напряжений, МПа · м^{-1/2};

L — длина радиальной трещины, м;

a — полуширина отпечатка, м;

C — коэффициент стеснения, для хрупких материалов равенный 2;

E — модуль Юнга, Па;

H — микротвердость, Па.

Результаты измерений радиальных трещин, величин микротвердости, коэффициента интенсивности напряжений для различно ориентированных образцов кристаллов лангасита представлены в табл. 3.

Результаты показали, что при одинаковой нагрузке на поверхностях кристалла (11 $\bar{2}$ 0) и (01 $\bar{1}$ 0) образование трещин происходит легче, чем на поверхности (0001), а наиболее твердые поверхности имеют больший коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} .

Для кристалла ЛГС на плоскости (01 $\bar{1}$ 0) была получена полярная зависимость коэффициента интенсивных напряжений. Отпечатки наносились с поворотом от 0° до 180° через каждые 15° по радиусу пластины с помощью индентора Виккерса при нагрузке 0.05 кгс (рис. 11).

Минимальное значение коэффициента интенсивности напряжений соответствует направлению [11 $\bar{2}$ 0] $K_{Ic} = 0,75$ МПа · м^{-1/2}. Максимальное значение коэффициента интенсивности напряжений соответствует направлению [0001] $K_{Ic} = 0,9$ МПа · м^{-1/2}. Коэффициент анизотропии микрохрупкости составил 1.2.

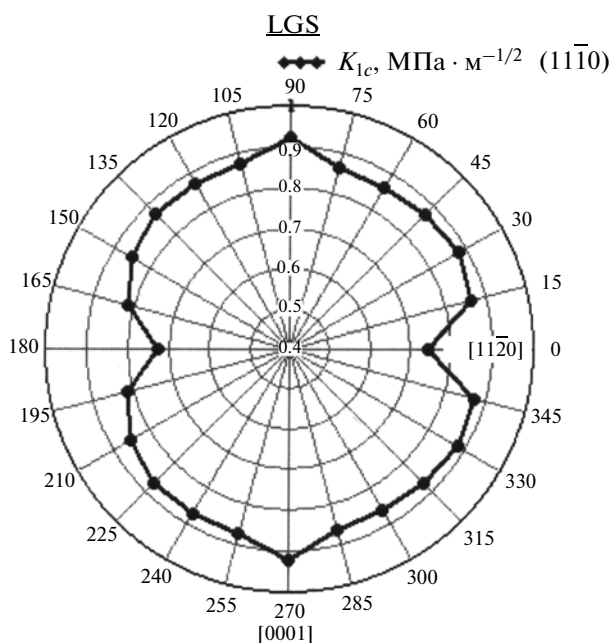


Рис. 11. Полярная диаграмма коэффициента интенсивности напряжений кристалла ЛГС (0110).

Обнаружена анизотропия микрохрупкости на монокристаллах ЛГС, достигающая 20% на полярной зависимости микрохрупкости, что необходимо учитывать при технологии обработки поверхности пьезоэлектрических элементов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

За длительное время использования методов индентирования были высказаны различные предположения о состоянии материала под индентором: от предположения об образовании огромной плотности дислокаций, формирующих неподвижную сетку, до полного их отсутствия и реализации фазовых превращений. Недостаточное понимание процессов, происходящих в сложной многокомпонентной структуре кристалла, происходящих в месте контакта индентора с образцом, не позволяет придать однозначный физический смысл понятию микротвердости. Необходимо исследование перестройки структуры кристалла под индентором, которая связана с процессами перемещения точечных дефектов и анизотропией движения межузельных атомов, осуществляющих пластическую деформацию.

Обнаружена полярная анизотропия микротвердости I рода на базисной и призматических плоскостях монокристаллов ЛГТ и ЛГС, достигающая 10–20%, связанная с сопротивлением решетки внедрению индентора соответственно элементам симметрии решетки кристалла. Анизотропия микротвердости в хрупких кристаллах семейства лангасита определяется возможностью

массопереноса под индентором путем перемещения межузельных атомов и вакансий кислорода и галлия. Кристаллы лангасита, характеризующиеся слоистой структурой, в направлении [0001] имеют большее значение микротвердости, что связано с затруднением массопереноса через слои плотнейшей упаковки, по сравнению с массопереносом в направлениях [1120] и [1100] в плоскости слоя. Анизотропия микротвердости в монокристаллах КГТС не обнаружена. Кристаллы КГТС – новые кристаллы, наиболее стехиометричны по своему составу из рассмотренных кристаллов, имеют наименьшее количество дефектов.

Обнаружена анизотропия микрохрупкости монокристаллов ЛГС, достигающая 20% на полярной зависимости микрохрупкости. Минимальное значение коэффициента интенсивности напряжений соответствует направлению [1120] $K_{Ic} = 0.75$ МПа · м^{-1/2}. Максимальное значение коэффициента интенсивности напряжений соответствует направлению [0001] $K_{Ic} = 0.9$ МПа · м^{-1/2}. Наиболее твердые поверхности имеют больший коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} , в кристаллах ЛГС – это базисная плоскость (0001).

Анизотропию механических свойств монокристаллов ЛГС и ЛГТ, и ее отсутствие в кристаллах КГТС, можно объяснить, исходя из анализа пьезоэффектов и анизотропии коэффициентов, определяющих механические свойства кристаллов.

1. С точки зрения возникающего пьезоэффекта с анализом матрицы пьезоэлектрических констант (e_{11} и e_{14}). Для ЛГС $e_{14} = 0.130$ Кл · м⁻²; ЛГТ $e_{14} = 0.094$ Кл · м⁻² [6]; КГТС по разным данным $e_{14} = 0.283$ Кл · м⁻² [13] или $e_{14} = 0.439$ Кл · м⁻² [14]. На призматических плоскостях, по данным пьезокоэффициента, большая анизотропия микротвердости должна наблюдаться в монокристаллах КГТС, что противоречит исследованиям.

2. Природа анизотропии микротвердости и микрохрупкости рассматривается по структурным причинам из-за анизотропии свойств дефектов с точки зрения движения точечных дефектов в процессе массопереноса при индентировании. Модель рассмотрения анизотропии механических свойств в монокристаллах ЛГС и ЛГТ и ее отсутствие в кристаллах КГТС объясняет обнаруженный эффект микротвердости I и II рода и микрохрупкости монокристаллов. Анизотропия модуля сдвига $(C_{44} - C_{66})/C_{44}$ в монокристаллах ЛГТ и ЛГС составляет 21%, тогда как в монокристаллах КГТС 2.4%. Изотропия микротвердости монокристаллов КГТС связана с малой анизотропией модуля сдвига.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Гринев Б.В., Дубовик М.Ф., Толмачев А.В.* Оптические монокристаллы сложных оксидных соединений. Харьков: Ин-ут монокристаллов, 2002. 251 с.
2. *Mill B.V., Pisarevsky Yu.V.* // Proc. 2000 IEEE Int. Frequency Control Symp. P. 133–144.
3. *René Fachberger.* Materialentwicklung von Langasit-Einkristallen als Substrat für Oberflächenwellenbauelemente // Dissertation. Wien, 2003. 12 p.
4. *Милль Б.В., Буташин А.В., Эллерн А.М.* // Изв. Академии наук СССР. Неорган. матер. 1983. Т. 19. № 10. С. 1715.
5. *Кугаенко О.М., Уварова С.С., Крылов С.А., Сенатулин Б.Р., Петраков В.С., Бузанов О.А., Егоров В.Н., Сахаров С.А.* // Изв. РАН. Сер. физ.. 2012. Т. 76. № 11. С. 1406; *Kugaenko O.M., Uvarova S.S., Krylov S.A., Senatulin B.R., Petrakov V.S., Buzanov O.A., Egorov V.N., Sakharov S.A.* // Bull. Russ. Acad. Sci. Physics. 2012. V. 76. № 11. P. 1258.
6. *Андреев И.А.* // Журн. техн. физики. 2006. Т. 76. № 7. С. 80.
7. *Аронова А.М., Бережкова Г.В., Буташин А.В.* // Кристаллография. 1990. Т. 35. № 1. С. 93.
8. *Кугаенко О.М., Уварова С.С., Бузанов О.А. и др.* // Деформация и разрушение материалов. 2012. № 2. С. 16.
9. *Кугаенко О.М., Петраков В.С., Сагалова Т.Б. и др.* // Сб. матер. Третьей международной молодежной научной школы-семинара “Современные методы анализа дифракционных данных (дифракционные методы для нанотехнологии) и актуальные проблемы рентгеновской оптики”, В. Новгород. 2011. С. 68.
10. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд-во стандартов, 1991.
11. *Колесников Ю.В., Морозов Е.М.* Механика контактного разрушения. М.: Наука, 1989. 250 с.
12. *Вейс В., Юкава С., Парис П., Си Дж., Макклиток Ф., Ирвин Дж., Краффт Дж., Сроули Дж. и др.* Прикладные вопросы вязкости разрушения. М.: Мир, 1968. 320 с.
13. *Roshchupkin D.V., Irzhak D.V., Emelin E.V., Fahrtdinov R.R., Plotitsyna O.A., Sakharov S.A., Buzanov O.A., Zabelin A.N.* // Proc. IEEE Ultrason. Symp. 2012. P. 2730.
14. *Shi D. Yuan, Yin X., Wei A., Guo S., Yu F.* // Solid State Commun. 2007. V. 142. P. 173.