

**ПРИМЕНЕНИЕ РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА
ДЛЯ ФРАКТОГРАФИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ОРИЕНТИРОВАННЫХ
МОНОВОЛОКОН КАПРОНА**

***O. F. Киреенко, B. A. Марихин, L. P. Мясникова,
Ю. В. Ченцов***

Изучение рельефа поверхностей разрыва высокоориентированных моноволокон капрома для выяснения ряда вопросов, касающихся микромеханики процессов разрушения, было начато в работе [1] с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Однако из-за ряда методических трудностей часть полезной информации при использовании реплик все же теряется. Во-первых, в процессе приготовления реплики частично разрушаются, особенно по стущениям сколов и в области грубого рельефа. Поэтому иногда не удается привязать удачно получившийся участок реплики к определенному месту на поверхности разрыва, что важно для установления однозначной связи фрактографических данных с кинетикой роста магистральных трещин и для интерпретации картины разрушения в целом. Кроме того, с помощью реплик, как правило, трудно определять стереоскопию отдельных деталей рельефа, особенно крупных, имеющих выступы и впадины. В нашем случае, например, возникали трудности при выяснении строения полос, связанных с автоколебательным механизмом движения трещины, а также рельефа в области перехода от зеркальной зоны к шероховатой.

Растровый электронный микроскоп обладает тем существенным преимуществом, что подготовительные операции сводятся лишь к нанесению на исследуемую поверхность разрыва тонкого (толщиной в сотни ангстрем) слоя токопроводящего вещества, так что при этом исследуется непосредственно сам макроскопический объект. Это позволяет наблюдать всю картину разрушения в целом и надежно сопоставить весьма тонкие детали рельефа на поверхности разрыва (с разрешением вплоть до 200—500 Å) с определенными стадиями роста магистральной трещины.

Кроме того, за счет большой глубины фокуса растрового микроскопа существенно облегчается исследование рельефов с большими перепадами высот и сложной конфигурацией.

Исходя из этих соображений, в данной работе с помощью растрового электронного микроскопа были проведены исследования поверхности разрыва, полученные при растяжении моноволокон капрома диаметром около 2 м.м. На поверхности разрушения напылением в вакууме наносили тонкий слой золота или смеси платины с квартцем толщиной ~200 Å. Подготовленные таким образом образцы изучали на макете растрового электронного микроскопа ГОИ [2], который при ускоряющем напряжении 20 кв и времени записи кадра 20 сек. обладает разрешением ~200 Å.

На рис. 1 (см. вклейку к стр. 623, рис. 1—8) представлен общий вид поверхности разрушения образца в растровом микроскопе с хорошо выраженным зонами — зеркальной (A) и шероховатой (B). Более детальное исследование зеркальной зоны показало, что эта область имеет явно ориентированную в направлении роста магистральной трещины структуру (рис. 2). Поскольку исходное моноволокно было ориентировано в направлении растяжения, т. е. перпендикулярно плоскости трещины, то наблюдаемый характер рельефа указывает на возможный процесс ориентации материала на поверхности трещины в направлении ее роста, т. е. на участие микро-деформационных явлений в механизме распространения трещины на первой стадии разрушения [3]. В таком случае поглощение магистральной трещиной вторичных трещин, образующихся на дефектах материала перед ее фронтом, может быть замаскировано интенсивными процессами деформирования в ее вершине и проявляется, возможно, лишь в существовании на поверхности разрушения глубоких ямок, также сильно вытянутых в направлении роста трещины (рис. 3).

Исследование рельефа зеркальной зоны с помощью растрового и просвечивающего электронного микроскопа позволяет получить некоторые количественные характеристики степени участия процессов деформирования в разрушении. На рис. 2, особенно в верхней его части, в направлении, перпендикулярном направлению роста магистральной трещины, заметен волнистый рельеф, наблюдавшийся ранее и при использовании реплик [1]. Эти волны можно интерпретировать как следы фронта трещины при прерывистом ее распространении.

Можно считать, что дискретный механизм роста трещины, частично рассмотренный, например в [4—6], возникает, когда при определенных условиях процессы деформирования и разрушения начинают разделяться во времени: сначала в вершине трещины формируется пластически деформированная зона, затем трещина прорастает через нее скачком, тормозится и даже останавливается, и снова начинается процесс формирования вершины трещины. Если принять такую модель образования волнистого рельефа, то количественными характеристиками деформационных

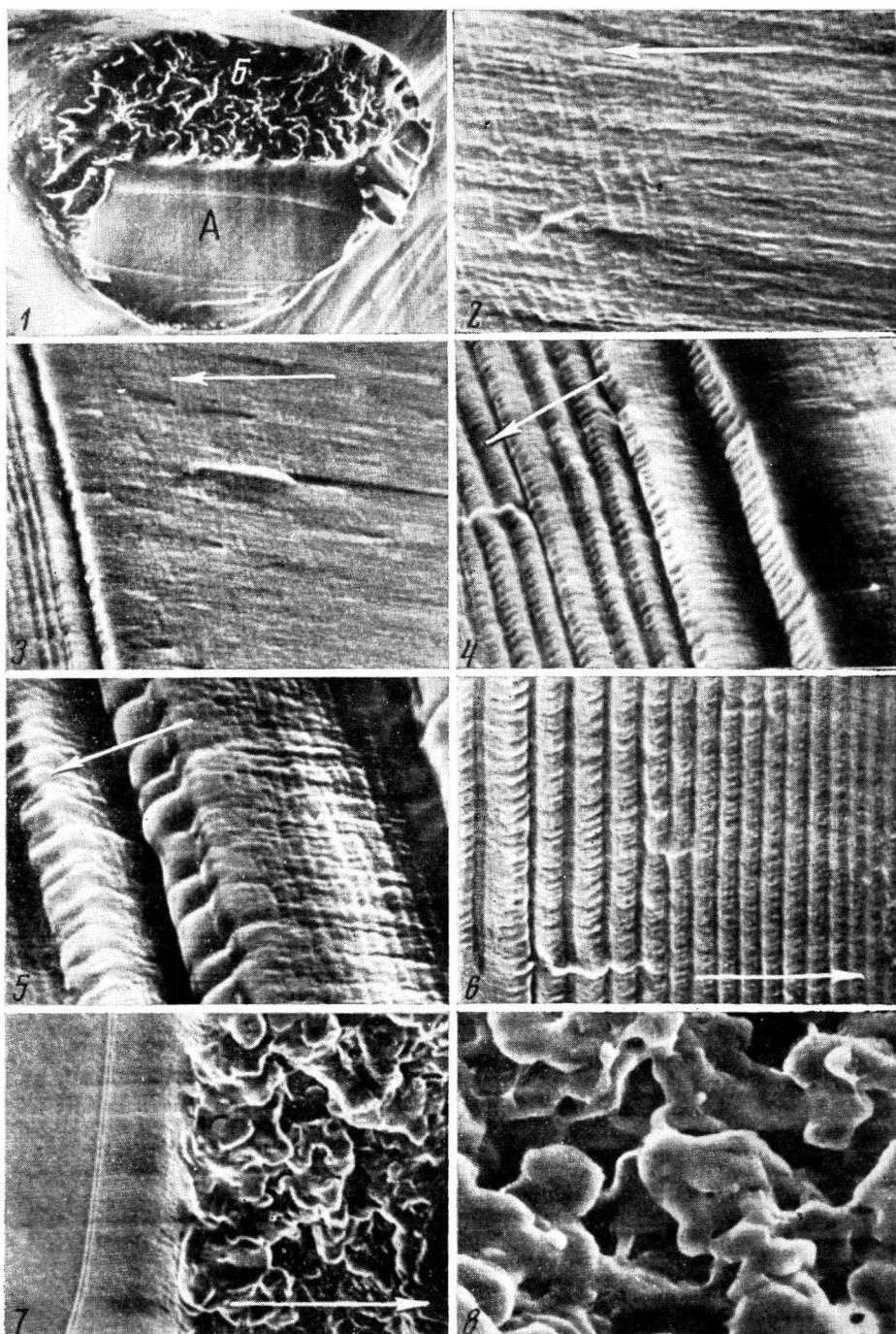


Рис. 1. Общий вид поверхности разрыва капронового моноволокна: А — зеркальная, Б — шероховатая зоны ($\times 28$)

Рис. 2. Рельеф поверхности разрушения в области зеркальной зоны (растровый микроскоп). Направление раstra трещины на всех рисунках показано стрелкой ($\times 1350$)

Рис. 3. Следы взаимодействия магистральной трещины с дефектами в области зеркальной зоны ($\times 300$)

Рис. 4. Начало области автоколебательного движения трещины ($\times 770$)

Рис. 5. Строение ступени скола в области автоколебательного распространения трещины ($\times 2200$)

Рис. 6. Область автоколебательного движения трещины ($\times 1000$)

Рис. 7. Переходная ступень от зеркальной к шероховатой зоне ($\times 150$)

Рис. 8. Строение шероховатой зоны ($\times 540$)

процессов в вершине трещины могут служить высота отдельных гребней и расстояния между ними. Расстояния между гребнями (порядка 1 мк на рис. 2) можно связывать с размером пластики деформированной зоны в вершине трещины или «концевой области» с предельной ориентацией полимерных молекул по терминологии тех авторов, которые считают эту величину одним из основных параметров при описании долговечности полимеров с точки зрения микромеханики процессов разрушения [7]; поэтому возможности электронной микроскопии (как растровой, так и просвечивающей) для количественного изучения подобных деталей рельефа следуют использовать как можно шире.

В частности, измеряя высоту гребней волнистого рельефа, можно оценить величину так называемого «радиуса закругления» вершины трещины ρ , который, согласно [8], является параметром уравнения для скорости роста трещины и характеристикой степени локального деформирования материала в вершине растущей трещины, а также, в какой-то мере, характеристикой толщины «пропаханного» трещиной слоя на поверхности разрушения. Электронно-микроскопические исследования дают возможность экспериментально установить весьма важную для описания кинетики разрушения функциональную зависимость ρ от скорости роста трещины и температуры испытания. Наших данных для подобных систематических исследований пока еще недостаточно. Можно лишь предварительно отметить, что исходя из наших результатов, высота гребней по мере роста трещины возрастает в несколько раз, согласно качественной зависимости ρ от длины трещины в целлюлозе, приведенной в [9], причем количественно эта высота (0,3–1 мк) также согласуется с примерными оценками размера ρ для полимеров в той же работе.

Конечно, на абсолютных размерах высоты волнистого рельефа может оказаться некоторая релаксация материала после разрыва. Однако вряд ли она будет очень существенной, если считать область в вершине трещины предельно деформированной пластики. Тем не менее, при систематических количественных измерениях возможность обратимости микродеформации при разрыве следует учитывать.

Интерференционные измерения рельефа подобного типа при оптических увеличениях проводили ранее по так называемым «усталостным линиям» на поверхностях разрушения аморфных материалов при циклическом нагружении [10]. Однако, в ориентированных полимерах при статическом режиме нагружения такие измерения возможны лишь при электронно-микроскопических увеличениях, так как в ориентированных системах возможность прохождения локальной пластической деформации ограничена, а кроме того, при статистическом нагружении отсутствуют заметные локальные разогревы в вершине трещины, которые имеют место при циклическом режиме.

Растровый электронный микроскоп позволил также выявить истинный рельеф поверхности разрушения в области автоколебательного распространения трещины в конце зеркальной зоны. На рис. 4 видно, что процесс образования отдельных полос, структура которых в работе [1] оставалась недостаточно ясной, начинается с нескольких ступеней. На их поверхности еще сохраняется волнистый рельеф, присущий зеркальной зоне. Высота таких ступеней составляет от 3 до 10 мк, причем сама грань поперечного скола имеет достаточно интересную структуру, как это можно видеть при больших увеличениях на рис. 5, в виде округлых выступов поперечными размерами 2–3 мк. Границы этих выступов хорошо совпадают с отдельными фрагментами текстуры на поверхности разрушения, вытянутой в направлении роста трещины. Можно думать, что такая структура ступенчатого рельефа связана с фибрillярным строением ориентированного капрона, и поперечные сколы идут по границам каких-то фибрillярных конгломератов. Такие округлые выступы сохраняются и тогда, когда по мере дальнейшего роста трещины ступени превращаются в валики, которые затем постепенно исчезают с поверхности разрыва (рис. 6). Не обсуждая пока детальный механизм образования такой картины разрушения, следует отметить, что растровый микроскоп дает более полную информацию о данном типе рельефа, чем метод реплик.

Переходная ступень от зеркальной зоны к шероховатой области хорошо наблюдается на рис. 7. Растровый микроскоп позволил установить, что боковая поверхность такой ступени имеет рельеф «смятого» типа, который уже наблюдался в работе [1] методом реплик. Возможно, такой тип рельефа является результатом частичного легкого оплавления материала в начале области разрыва.

Использование растрового микроскопа позволило также детально исследовать рельеф шероховатой зоны Б на рис. 1. Можно видеть, что разрушение полимера на предельной скорости роста трещины сопровождается возникновением довольно крупных, хаотически расположенных образований (рис. 8), поверхность которых, однако, не имеет следов какой-либо структуры, что также может служить признаком оплавления материала. По-видимому, образование такого рельефа связано с необходимостью рассеяния большого количества упругой энергии при окончательном разрыве образца. При этом возможны большие локальные разогревы [11], которые могут привести к поверхностному оплавлению материала в шероховатой зоне.

Таким образом, применение растрового электронного микроскопа при фрактографических исследованиях, наряду с методом реплик, позволяет получать ценную информацию о микромеханике процесса разрушения материалов. К аналогичному вы-

воду приходят многие исследователи, занимающиеся изучением характера разрушения различных материалов, в том числе металлов [12] и полимеров [13].

Авторы выражают искреннюю признательность С. Н. Журкову и В. Р. Регелю за интерес к работе и обсуждение результатов.

Выводы

С помощью растрового электронного микроскопа изучены поверхности разрыва высокоориентированных моноволокон капрана с целью выявления механизма процесса разрушения. Растровая микроскопия позволила уточнить ряд существенных деталей рельефа поверхностей разрыва. Обсуждаются возможность измерений по электронно-микроскопическим фрактографическим данным величин, характеризующих микродеформационные процессы, сопровождающие разрушение. Показано, что величина радиуса закругления вершины трещины и размер пластиически деформированной зоны перед трещиной возрастают по мере ее продвижения.

Физико-технический институт
им. А. Ф. Иоффе

Поступила в редакцию
15 X 1971

ЛИТЕРАТУРА

1. О. Ф. Киреенко, В. А. Марихин, Л. П. Мясникова, Proceedings International Conference on Electron Microscopy, Grenoble, v. 2, 1970, 369.
2. В. Н. Вернер, В. М. Крыгин, Ю. В. Ченцов, Оптико-механ. пром-сть, 38, 38, 1971.
3. О. Ф. Киреенко, А. М. Лековский, В. Р. Регель, Э. Е. Томашевский, Механика полимеров, 1970, 842.
4. M. L. Williams, Fracture of Solids, N. Y. 1963, p. 157.
5. C. E. Feltner, J. Appl. Phys., 38, 3576, 1967.
6. H. W. Greensmith, J. Polymer Sci., 21, 175, 1956.
7. Г. И. Баренблatt, В. М. Ентов, Р. А. Салганик, Прикл. математ. и механика, 27, 436, 1963.
8. А. М. Лековский, В. Р. Регель, Механика полимеров, 1970, 253.
9. Э. Е. Томашевский, Диссертация, 1966.
10. Э. Ю. Локх, С. Б. Ратнер, Механика полимеров, 1969, 1014.
11. R. P. Kamboor, R. E. Barker, J. Polymer Sci., 4, A-2, 359, 1966.
12. L. Meny, A. Maillard, G. Henry, M. Champigny, J. Legrand, Metaux, 45, 340, 1970.
13. R. J. Bird, J. Mann, G. Pogany, G. Rooney, Polymer, 7, 307, 1966.

APPLICATION OF A SCANNING ELECTRON MICROSCOPE TO FRACTOGRAPHIC STUDIES OF ORIENTED KAPRON MONOFILAMENTS

*O. F. Kireenko, V. A. Marikhin, L. P. Myasnikova,
Yu. V. Chentsov*

Summary

The breakdown surface of highly-oriented Kapron monofilaments has been studied by means of a scanning electron microscope with the aim of establishing the mechanism of the breaking process. Some important details of the breakdown surface relief have been defined more accurately. The possibility is discussed of measuring from electron-microscopic fractographic data the parameters characterizing the microdeformation processes involved in breakdown. It is shown that the curvature radius of the crack apex and the size of the plastically deformed zone before the crack increase as the crack advances.