

05:08:09;12

Кинетика эмиссии света, звука и радиоволн из монокристалла кварца после удара по его поверхности

© В.И. Веттегрень, В.С. Куксенко, И.П. Щербаков

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

(Поступило в Редакцию 21 сентября 2010 г.)

Удар стальным бойком по поверхности монокристалла кварца приводит к появлению волн деформации и вызванных ими акустической (АЕ) и электромагнитной (ЕЕ) эмиссий. Одновременно в монокристалле возникают микротрещины, на берегах которых располагаются возбужденные свободные радикалы $\text{SiO}\cdot$. Релаксация электронного возбуждения ведет к появлению вспышек фразтолюминесценции (FL). Интенсивность вспышек пропорциональна площади поверхности микротрещин. Установлено, что линейные размеры микротрещин варьируют от ≈ 15 до $70 \mu\text{m}$. На временных зависимостях АЕ и ЕЕ появление трещин вызывает изменения наклона временных зависимостей их интенсивности. Распределение микротрещин по размерам степенное, с показателем степени ≈ 2 .

Кристаллический кварц широко используется в оптических приборах, генераторах ультразвука, в теле- и радиоаппаратуре и т.д. Удар по поверхности деталей из него вызывает появление волн деформации, которые регистрируются методами акустической (АЕ) [1,2] и электромагнитной (ЕЕ) эмиссиями [3,4]. Одновременно при ударе выделяются фразтолюминесценция (FL), которая возникает при релаксации энергии электронного возбуждения в „разорванных химических связях“ — ион-радикалах $\text{SiO}\cdot$ [5–8]. В [8] регистрация FL кварца была выполнена с временным интервалом $1 \mu\text{s}$. Обнаружено, что она состоит из вспышек длительностью в несколько десятков микросекунд. Предполагается, что „разорванные химические связи“ в основном располагаются на берегах растущих трещин. По времени роста интенсивности вспышек были оценены размеры трещин — $\approx 1 \text{mm}$. Известно, что трещины такого размера возникают в твердых телах при объединении более мелких трещин с линейными размерами от долей до нескольких микрометров [9–11]. Чтобы проследить за появлением таких микротрещин в данной работе была построена установка, позволяющая исследовать вспышки FL и временные зависимости АЕ и ЕЕ с временным интервалом 10ns , т.е. на два порядка меньше, чем в [8]. Это позволило (см. ниже) зафиксировать рождение трещин с линейными размерами от $\approx 15 \mu\text{m}$.

Методика эксперимента

Конструкция созданной установки схематически изображена на рис. 1. Эмиссии FL, АЕ и ЕЕ возбуждали ударом груза (1), падающего с высоты $\approx 10 \text{cm}$ после выключения электромагнита (2) на стальной боек (3), установленный на поверхности пластинки (4), вырезанной из монокристалла кварца. Размеры пластинки: длина ≈ 20 , ширина ≈ 15 , толщина $\approx 25 \text{mm}$. Возникающее излучение при помощи кварцевой линзы фокусировалось на

поверхность фотокатода фотоэлектронного умножителя PEU-136 (5).

Для измерения профиля и скорости (она оказалась равной 2km/s) волны деформации, образующейся в образце, на его поверхность на расстоянии 3mm от места внедрения бойка устанавливали квадратную пластину (6) из пьезокерамики CTS-19, длина ребер которой составляла 4mm . Для исследования электромагнитного излучения на расстоянии 5cm от образца помещали диполь Герца (7) с длиной плеча $\approx 50 \text{cm}$.

Электрическое напряжение на выходе PEU-136, на пластине CTS-19 и диполе Герца подавалось на входы аналогово-цифрового преобразователя (ADC) ASK-3106 фирмы „АКТАКОМ“ (8). Система запускалась в момент касания груза по бойку. Напряжение на выходе ADC через каждые 10ns записывалось в память компьютера (9).

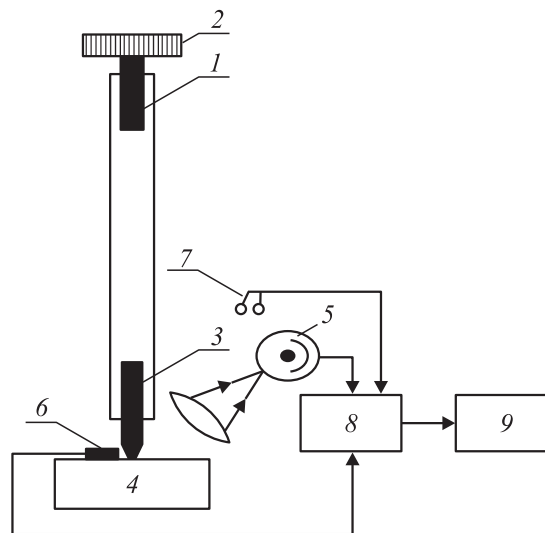


Рис. 1. Схема установки для исследования FL, АЕ и ЕЕ при ударе: 1 — груз; 2 — электромагнит; 3 — боек; 4 — пластинка кварца; 5 — PEU-136; 6 — пьезоэлемент; 7 — диполь Герца; 8 — ADC; 9 — компьютер.

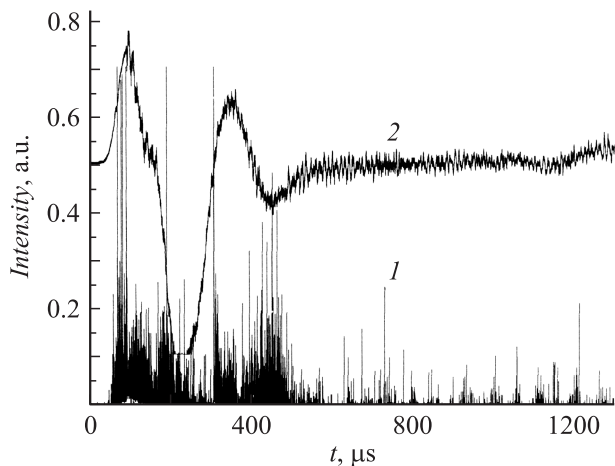


Рис. 2. Временные зависимости интенсивности FL (1) и АЕ (2) после удара.

Результаты измерений и их обсуждение

Волна сжатия, возникающая под влиянием удара по бойку, достигала поверхности монокристалла кварца через $\approx 10 \mu\text{s}$. На $\approx 30 \mu\text{s}$ позже наблюдали появление FL, АЕ и ЕЕ (рис. 2). Проанализируем вначале временные зависимости FL, а затем АЕ и ЕЕ.

Динамика вспышек фректोलюминесценции

Вначале в течение $\approx 500\text{--}600 \mu\text{s}$ наблюдали 4–5 серий из $\approx 10^2\text{--}10^3$ вспышек FL (рис. 2). Длительность каждой из них составляла $\approx 80\text{--}100 \mu\text{s}$, а их интенсивность в каждой серии варьировала в несколько десятков раз. По истечении этого времени интенсивность, число вспышек в серии и их длительность уменьшались на порядок. Вариация интенсивности в каждой из них также уменьшалась до $\approx 2\text{--}3$ раз.

Спектры люминесценции, наблюдаемые при разрушении кристаллов кварца, приведены в работах [5–8]. Установлено, что свечение возникает при переходе между возбужденным и основным электронными уровнями в свободных радикалах $\text{SiO}\cdot$ (энергия максимума полосы $\approx 1.9 \text{ eV}$), образующихся при разрывах SiOSi -связей. Поскольку свечение имеет вид вспышек, было выдвинуто предположение [8], что эти радикалы располагаются на берегах микротрещин. Действительно, анализ поверхности монокристалла кварца при помощи оптического микроскопа показал [9], что после удара на ней наблюдаются микротрещины, имеющие вид эллипсоидов, с линейными размерами от нескольких микрометров до нескольких миллиметров.

Оказалось, что форма вспышек, вне зависимости от интенсивности, одинакова: \approx за 10 ns интенсивность достигает максимального значения, а затем уменьшается экспоненциально от времени со средним временем затухания $\tau = 30 \text{ ns}$. Постоянство этих значений обусловлено особенностями конструкции прибора, так как минимальное время обработки РЕУ-136 $\approx 10 \text{ ns}$, а среднее

время уменьшения сигнала от него после прекращения свечения (определяемое величиной паразитной емкости и сопротивлением нагрузки) — 30 ns . Таким образом, наша установка позволяет только регистрировать появление вспышек, но не обладает достаточным временным разрешением, чтобы определить действительную временную зависимость их интенсивности.

Вспышки FL часто накладываются друг на друга, что затрудняет анализ распределения их амплитуд. Чтобы построить временную зависимость амплитуд их интенсивности дифференцировали по времени. Производная имеет два значения [12]: одно — I_m — равно искомой амплитуде вспышки и второе — отрицательное — скорости разрядки напряжения на выходе РЕУ через паразитную емкость и сопротивление нагрузки. Нас интересует только первое, величина которого пропорциональна числу фотонов, вылетающих из образца при образовании микротрещины и площади S трещин: $I_m \approx qS$, где q — коэффициент пропорциональности.

Измерения показали, что средняя величина $I_m \approx \approx 2 \cdot 10^6 \text{ (V/s)}$. Так как скорость волны упругой деформации равна 2 km/s , то \approx за 10 ns трещины вырастают примерно на $20 \mu\text{m}$, а площадь их поверхности составляет около $\approx 3 \cdot 10^2 \mu\text{m}^2$. Отсюда $q \approx \approx 7 \cdot 10^3 \text{ V/(s}\cdot\mu\text{m}^2)$ и диаметр микротрещин можно оценить как $L \approx 1.2 \cdot 10^{-2} \sqrt{I_m}$. Наибольшая величина амплитуды вспышек для всех образцов кварца $\approx 3.4 \cdot 10^7 \text{ V/s}$, а наименьшая $\approx 1.6 \cdot 10^6 \text{ V/s}$. Тогда можно оценить диаметр самых крупных и самых мелких трещин: ≈ 70 и $15 \mu\text{m}$ соответственно.

Временные зависимости деформации кристалла

Как и для FL, через $\approx 30 \mu\text{s}$ после того как упругая волна в бойке достигнет поверхности кристалла, в течение $\approx 500\text{--}600 \mu\text{s}$ наблюдалось от 4 до 5 интенсивных волн АЕ и ЕЕ (рис. 2 и 3). Их период составил $\approx 80\text{--}100 \mu\text{s}$.

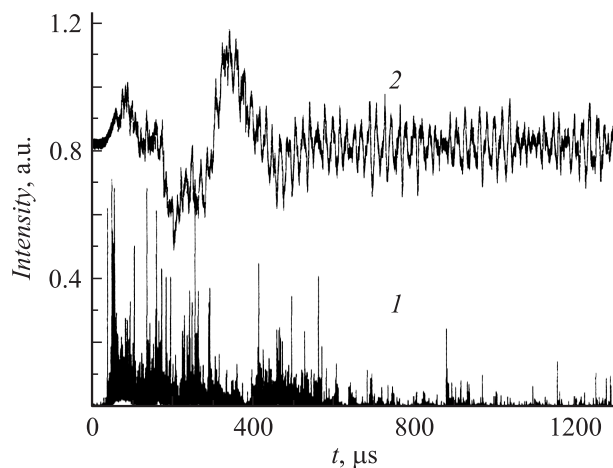


Рис. 3. Кинетика интенсивности FL (1) и ЕЕ (2) после удара.

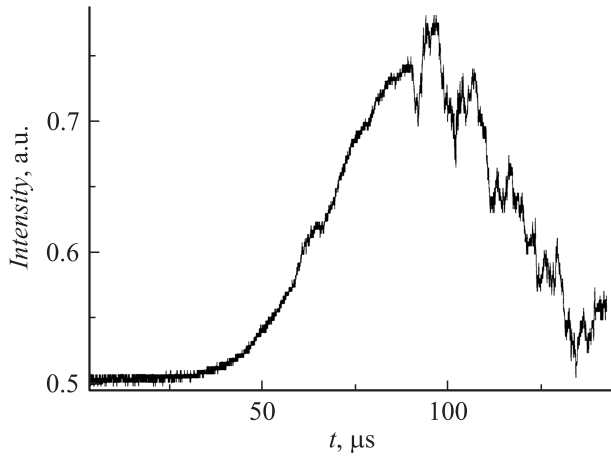


Рис. 4. Фрагмент начального участка временной зависимости АЕ.

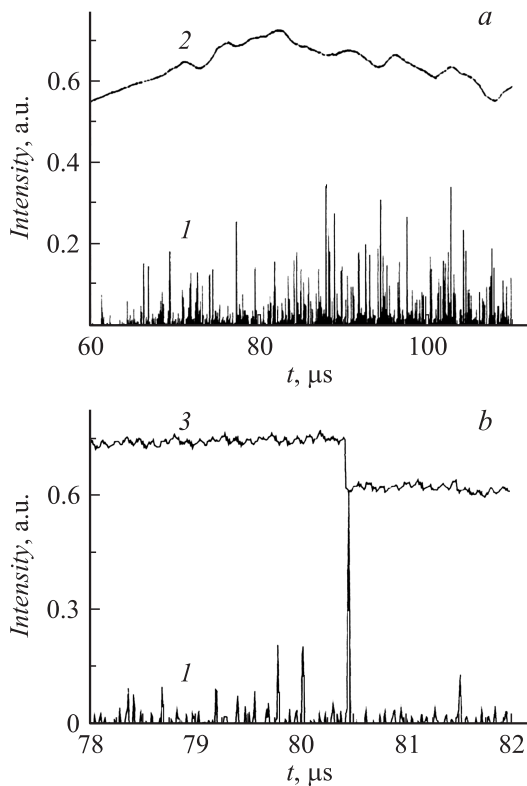


Рис. 5. Фрагменты временной зависимости интенсивности FL (1) и АЕ (2) и ЕЕ (3) после удара.

На фронте волны АЕ примерно через $\approx 10 \mu\text{s}$ после ее образования появлялись слабоинтенсивные волны (рис. 4) с периодом $\approx 8 \mu\text{s}$, что совпадает с периодом собственных колебаний образца кварца. Они наблюдались до конца каждой серии измерений (1.3 ms). Одновременно через те же самые $\approx 10 \mu\text{s}$ наблюдалось образование волн ЕЕ, период которых несколько больше, чем акустических $\approx 14 \mu\text{s}$. Причиной появления ЕЕ

является, как известно, пьезоэффект и периоды АЕ- и ЕЕ-колебаний должны были совпадать. Однако длина волны собственных колебаний использованного нами диполя Герца в $\approx 10^2$ раз больше, чем пластины из пьезокерамики СТС-19 (см. выше). Это и приводит к кажущемуся увеличению периода колебаний ЕЕ.

Поскольку длины волн собственных колебаний исследованных пластин из пьезокерамики на много порядков больше линейных размеров микротрещин, формирование отдельных микротрещин, линейные размеры которых меньше $\approx 40 \mu\text{m}$, не проявлялось во временных зависимостях АЕ и ЕЕ. Их наклон несколько изменялся только при появлении серий из 20–30 таких микротрещин (рис. 5, а). Наоборот, появление микротрещин, линейные размеры которых превышали $\approx 40 \mu\text{m}$, приводило к резкому скачкообразному изменению временных зависимостей АЕ и ЕЕ (рис. 5, б).

Влияние собственных колебаний образца и системы с ним на рождение в нем микротрещин

Из графиков рис. 2 следует, что серии вспышек FL и волны АЕ и ЕЕ наиболее интенсивных вспышек появляются одновременно — примерно через $30 \mu\text{s}$ после того, как упругая волна в бойке достигнет поверхности кристалла. По-видимому, это время тратится на внедрение бока в кристалл и возбуждение интенсивных колебаний системы боек—кристалл—подложка. При каждом из таких колебаний боек все глубже внедряется в кристалл, и около него образуются микротрещины. Затем (через $600 \mu\text{s}$) интенсивные колебания системы затухают и остаются слабоинтенсивные собственные колебания образца. Одновременно резко уменьшается и интенсивность вспышек FL.

Эти результаты показывают, что появление трещин в кварце вызвано колебаниями сначала системы боек—кристалл—подложка, а затем собственными колебаниями кристалла.

Распределение микротрещин по размерам

Представляет интерес исследовать распределение трещин по их размерам. На рис. 6 показаны зависимости числа вспышек от площади их поверхности в двойных логарифмических координатах. Видно, что экспериментальные точки укладываются на прямые линии, т.е. распределения трещин по размерам (площадям) имеют степенной вид:

$$N(S) \approx N_0 S^\beta,$$

где N_0 — опытный параметр, зависящий от расположения РЕУ относительно места удара, черноты образца, глубины, на которую внедряется боек и т.п. В то же время значение β не зависит от этих параметров. Согласно фрактальной геометрии [13,14], оно является мерой. Для исследованного образца кварца $\beta = 2$, что согласуется с вышеупомянутым наблюдением, что микротрещины

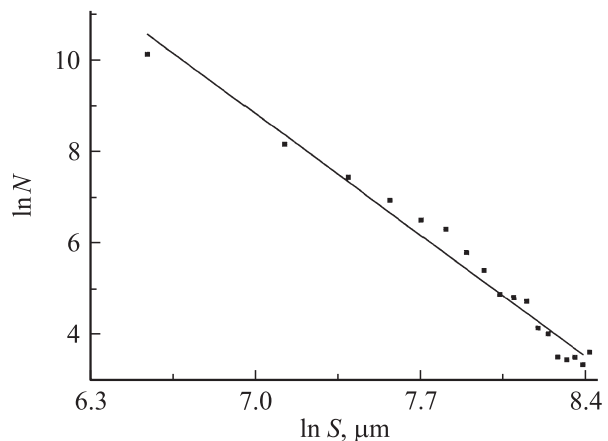


Рис. 6. Зависимость числа микротрещин от площади их поверхности в двойных логарифмических координатах.

имеют вид круглых эллипсоидов и их мера должна быть близка в двум.

Заключение

Удар стальным бойком по поверхности монокристалла кварца приводит к появлению волн деформации, которые вследствие пьезоэффекта генерирует низкочастотную ЕЕ. Одновременно возникают вспышки FL, которая вызвана релаксацией энергии в возбужденных радикалах $\text{SiO}\cdot$, образующихся после разрыва связей SiOSi . Радикалы расположены на берегах микротрещин с линейными размерами от ≈ 15 до $\approx 70 \mu\text{m}$. Распределение микротрещин по размерам степенное, с показателем степени ≈ 2 , величина которого согласуется с данными микроскопии, показывающей, что трещины плоские и острые.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 10-05-00256-а).

Список литературы

- [1] Журков С.Н., Куксенко В.С., Савельев В.Н., Султонов У. // Изв. АН СССР. Сер. физ. Земли. 1977. № 6. С. 11–15.
- [2] Kuksenko V., Tomilin N., Damaskinskaja E., Lackner D. // Pure Appl. Geophys. 1996. Vol. 146. N 1. P. 253–263.
- [3] Соболев Г.А., Демин В.М. Механоэлектрические явления в Земле. М.: Наука, 1980. 215 с.
- [4] Chapman G.N., Walton A.J. // J. Appl. Phys. 1983. Vol. 54. N 10. P. 5961–5988.
- [5] Стрелецкий А.Н., Пакович А.Б., Бутягин И.Ю. // Изв. АН СССР. 1986. Т. 50. № 3. С. 477–482.
- [6] Силинь А.Р., Трухин А.Н. Точечные дефекты и элементарные возбуждения в кристаллическом и стеклообразном SiO_2 . Рига: Зинатне, 1985. 244 с.
- [7] Kawagichi Y. // Phys. Rev. B. 1995. Vol. 52. N 13. P. 9224–9228.
- [8] Веттегрень В.И., Башкарев А.Я., Мамалимов Р.И., Щербаков И.П. // ФТТ. 2008. Т. 50. Вып. 1. С. 29–31.
- [9] Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.Е. Кинетическая природа прочности твердых тел. М.: Наука, 1974. 560 с.
- [10] Петров В.А., Башкарев А.Я., Веттегрень В.И. Физические основы прогнозирования долговечности конструкционных материалов. СПб: Политехника, 1993. 475 с.
- [11] Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М.: Энергоатомиздат, 1990. 376 с.
- [12] Веттегрень В.И., Ляшков А.И., Щербаков И.П. // ЖТФ. 2010. Т. 80. Вып. 6. С. 155–158.
- [13] Mandelbrot B.B. The Fractal Geometry of Nature. N.Y.: W.H. Freeman and Company, 1983. 468 p.
- [14] Falconer K.J. Fractal Geometry. Mathematical Foundations and Applications. London: J. Wiley&Sons, 1995. 288 p.