

УДК 534.2 : 539.4 : 534.2

АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ДЕФОРМИРОВАНИИ КРИСТАЛЛОВ СОСРЕДОТОЧЕННОЙ НАГРУЗКОЙ

*М. Ш. Акчурина, А. Т. Златкин, М. С. Кац, Э. Л. Лубе,
Е. Ю. Михина, В. Р. Регель*

Исследована акустическая эмиссия при внедрении алмазного индентора в различные по твердости кристаллы. Показано, что высокоамплитудные сигналы связаны с образованием и распространением трещин, а низкоамплитудные — с процессами пластической деформации, в том числе и с процессом перемещения ансамблей точечных дефектов.

Явление акустической эмиссии (АЭ) широко используется в настоящее время для исследования природы процессов деформирования и разрушения твердых тел, в том числе при таком специфическом способе нагружения, как действие сосредоточенной нагрузкой [1-4]. Однако при исследованиях АЭ в процессах микроиндентирования пока из всей богатой информации, которую можно извлекать, измеряя параметры сигналов АЭ, используется в основном суммарный счет или интенсивность потока \dot{N} , т. е. число зарегистрированных превышений импульсами АЭ в единицу времени установленного уровня дискриминации. Между тем, как показано в ряде современных исследований при изучении процессов деформирования (при механических испытаниях образцов на сжатие или растяжение), информативными являются и другие параметры сигналов АЭ, такие как максимальная амплитуда, частота и длительность сигнала, его энергия и т. д. [5, 6].

В настоящей работе поставлена цель: используя более чувствительную систему регистрации и обработки АЭ сигналов, получить информацию о связи процесса образования трещин с АЭ при нанесении на кристаллы царапин и попытаться зарегистрировать сигналы АЭ в процессе индентирования ЦГК кристаллов при малых нагрузках на индентор, чего пока не удавалось сделать, а также провести анализ информативности различных параметров АЭ импульсов, регистрируемых при действии на поверхности кристаллов сосредоточенной нагрузки.

Методика

Деформирование образцов проводилось на склерометре Мартенса, снабженном устройством для равномерного нанесения царапин, а также и на микротвердомере ПМТ-3 алмазной пирамидкой Виккерса. Скорость нанесения царапин 33 мкм/с, нагрузки на индентор варьировались от 1 до 200 г. Образцы ЦГК представляли собой свежие сколы размером $10 \times 8 \times 1.5$ мм, а алюмо-иттриевого граната — химически полированные пластины соответствующей кристаллографической ориентации размером $8 \times 5 \times 1$ мм. Результаты АЭ измерений сопоставлялись с исследованиями деформированных участков кристаллов в оптическом и растровом электронном микроскопах. Получение достаточного количества АЭ сигналов (не менее 100) для надежного проведения анализа регистрируемых импульсов

обеспечивалось в одном эксперименте нанесением нескольких отпечатков или проведением в исследуемом кристаллографическом направлении одной или нескольких царапин достаточной длины. Эксперименты в каждом случае повторялись не менее трех раз. Следует отметить хорошую воспроизводимость результатов, особенно при индентировании, что обычно не достигается при других видах деформирования кристаллов.

Для регистрации сигналов АЭ в процессах индентирования и царапания применена автоматическая система измерения и обработки сигналов, разработанная ранее для «in situ» контроля процессов кристаллизации из расплава [7]. Она представляет собой комплекс аппаратного и программного обеспечения, который позволяет измерять, хранить и отображать сигналы АЭ, а также обрабатывать массивы сигналов в ЭВМ по методу распознавания образов, что помогает идентифицировать источники АЭ по вызываемым ими сигналам АЭ. В окончательном виде для каждого сигнала АЭ в файле хранится 5 параметров: время прихода сигнала t , число импульсов заполнения (число осцилляций) n в сигнале, средняя частота заполнения F (отношение числа импульсов заполнения n к длительности сигнала τ), длительность сигнала τ и его максимальная амплитуда A .

Акустоземиссионный датчик, используемый в данном эксперименте, изготовлен из пьезокерамики ЦТС. Он представляет собой диск, диаметром 18, толщиной 1 мм с частотой основного резонанса 126 кГц.

АЭ в процессе царапания

При нанесении царапин на сколы ШГК фиксировался широкий спектр АЭ сигналов. Интенсивность потока была примерно одинаковой по всей длине царапины, причем с ростом нагрузки возрастает и количество регистрируемых сигналов. Знание скорости перемещения индентора и фиксация времени поступления АЭ сигналов позволили прямо сопоставить моменты появления трещин около царапины с соответствующими АЭ сигналами. На рис. 1 изображена царапина, нанесенная на кристалле LiF. В таком же масштабе времени приведены высокоамплитудные сигналы АЭ спектра, зарегистрированного в этом эксперименте. Видно, что появление больших и четких трещин совпадает по времени с регистрацией относительно высокоамплитудных (ВА) сигналов. Анализ показал, что величины амплитуд, частоты и длительности АЭ сигналов, соответствующие

Таблица 1

Средние значения параметров ВА сигналов, соответствующих 10 наибольшим трещинам, полученным при нанесении царапин вдоль направления $\langle 100 \rangle$ с нагрузкой $P=50$ г. $V=33$ мкм/с.

	Кристалл			
	KCl	NaCl	NaF	LiF
A , отн. ед.	44	34	28	27
τ , мкс	430	350	300	150
F , кГц	90	100	110	80
H , кг/мм ²	12	25	65	100
E , эВ	7.23	7.93	9.46	10.56

щих надежно фиксируемым в микроскопе одиночным трещинам, симбатно связаны с их длиной и закономерно меняются от кристалла к кристаллу. Эти изменения коррелируют со значениями микротвердости H и ионной энергии решетки E исследуемых кристаллов. В табл. 1 приведены средние значения параметров АЭ сигналов для 10 наибольших трещин, полученных при нанесении царапин в направлении $\langle 100 \rangle$ при $P=50$ г.

Из рис. 1 следует, что длины трещин связаны с амплитудами соответствующих АЭ сигналов зависимостью, близкой к $A \sim l^{3/2}$, что согласуется с теоретическими соображениями в [8]. Следует отметить, что часть трещин (выколы при царапании вдоль $\langle 110 \rangle$ ШГК) возникает через

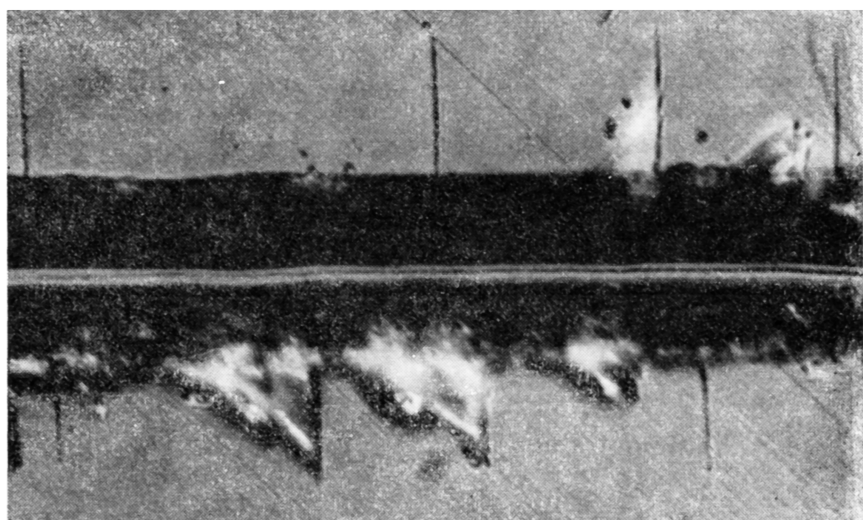
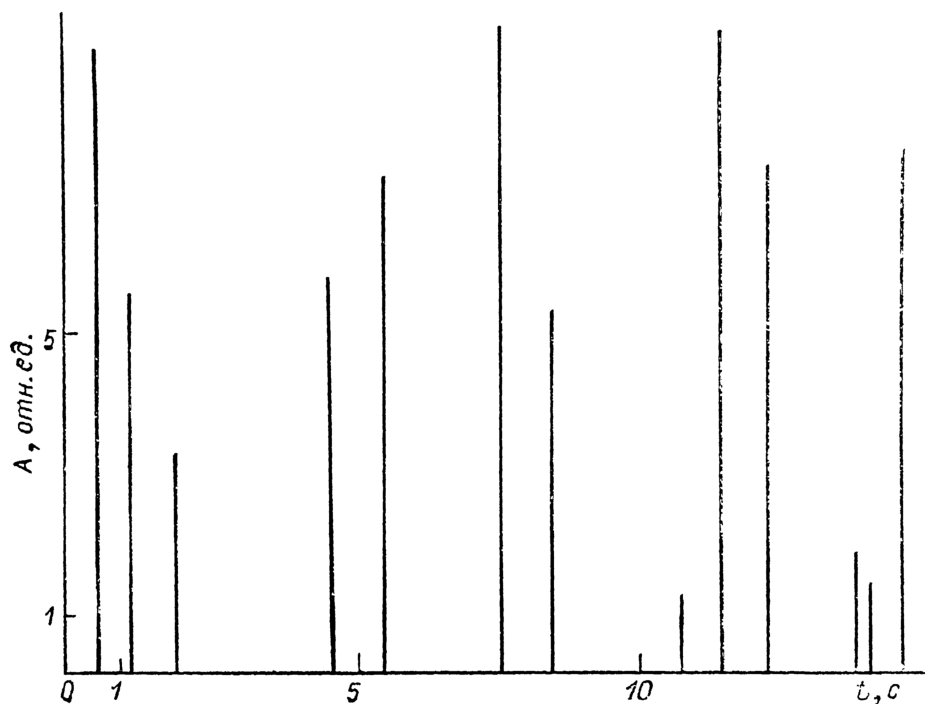


Рис. 1. Распределение амплитуд АЭ сигналов, соответствующих наибольшим трещинам от царапины, проведенной на LiF в направлении $\langle 110 \rangle$. $P=100$ г.

некоторое время после прохождения индентором места их образования, т. е. при разгрузке, что отмечено также и при прямом наблюдении в РЭМ за возникновением трещин в ШГК по методике, описанной в [9].

В спектре АЭ сигналов, регистрируемых при нанесении индентором царапин, относительно высокоамплитудные надежно связываются с воз-

никновением трещин. Можно предположить, что и среднеамплитудные сигналы частично могут быть обусловлены подрастанием некоторых трещин или образованием выколов после прохождения индентора, т. е. связаны с процессом разрушения. Вместе с тем для многих других АЭ сигналов, особенно сравнительно малой амплитуды, в соответствующие моменты времени вблизи царапин появления заметных трещин не обнаруживается. Поэтому, естественно, попытаться связать появление АЭ сигналов сравнительно малой амплитуды не только с актами разрушения, но и с актами образования и перемещения дислокаций и ансамблей точечных дефектов, осуществляющих пластическую деформацию ЦГК при воздействии на кристаллы сосредоточенной нагрузкой.

Идентификация сигналов АЭ с физическими механизмами, их порождающими, является ключевой задачей в методике АЭ. В данном случае необходимо выяснить, все ли регистрируемые АЭ сигналы связаны с образованием и развитием трещин или же какая-то их часть связана с актами пластической деформации. В качестве первого шага были построены гистограммы распределения амплитуд АЭ сигналов. Если считать, что источники АЭ срабатывают статистически независимо, то их можно описать пуассоновским потоком. Тогда при наличии единственного физического механизма генерации АЭ распределение амплитуд АЭ сигналов должно быть одномодовым и стремиться к нормальному при достаточно больших

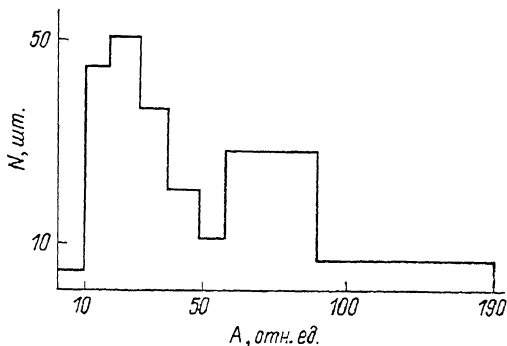


Рис. 2. Гистограмма распределения амплитуд АЭ сигналов при царапании LiF ($P=100$ г) в направлении $\langle 110 \rangle$.

Таблица 2

Кластер-анализ АЭ сигналов, полученных при царапании сколов LiF [110]. $P=50$ г

Число сигналов	Частота F , кГц	Длительность τ , мкс	Амплитуда A_m , отн. ед.	τ/A_m	Показатель компактности кластера, отн. ед.	Расстояние до ближайшего кластера, отн. ед.
13	118.27	29.38	7.15	4.42	0.3282	0.7208 (5)
43	63.99	76.81	11.63	7.50	0.5062	0.9518 (4)
5	110.46	108.80	197.40	0.59	0.2566	1.5388 (4)
28	96.57	91.61	26.04	4.06	0.4155	0.9518 (2)
5	181.34	19.00	7.80	2.58	0.2993	0.7208 (1)

Примечание. В скобках указан номер ближайшего кластера.

плотностях потока. Однако, как видно из экспериментально полученных гистограмм (рис. 2), распределение имеет несколько максимумов и не является одномодовым. Это подкрепляет наше предположение о работе более чем одного механизма генерации АЭ при царапании.

Для проверки этого предположения на втором этапе обработки информации был проведен кластер-анализ сигналов АЭ [10]. Смысл его заключается в классификации сигналов на группы таким образом, что внутри каждой группы (кластера) параметры АЭ сигналов близки, а между группами существенно различаются (табл. 2). В отличие от построения гистограмм в кластер-анализе классифицирующим параметром является не только амплитуда, но и частота заполнения F , длительность τ и отношение τ/A , причем каждому параметру приписывается определенный «вес». В результате процедуры кластеризации, примененной к эксперименталь-

ным данным по царапанию LiF, были выделены от 4 до 6 кластеров. Из них только половина надежно идентифицируется с трещинами, причем с ростом нагрузки количество сигналов в этих кластерах увеличивается, что естественно, поскольку число актов разрушения также возрастает. С учетом изложенного выше кажется вполне разумным соотнести остальные кластеры с актами пластической деформации.

АЭ при-indentировании

Связь АЭ сигналов с процессами пластической деформации удобно проследивать путем анализа АЭ спектров, регистрируемых при микро-indentировании, а не при царапании исследуемых кристаллов. На индентор устанавливалась заданная нагрузка, внедрение индентора происходило 20 с, затем образец разгружался.

Прежде всего можно отметить, что характер АЭ сигналов при вдавлении существенно отличается от АЭ сигналов при царапании, как этого

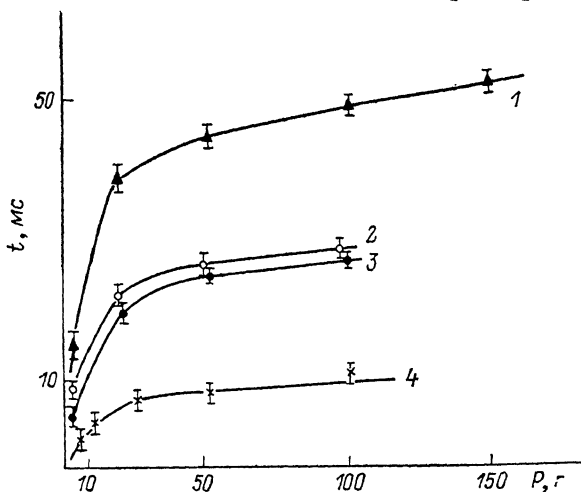


Рис. 3. Зависимость длительности t стадии «быстрого» внедрения индентора от нагрузки P .

1 — KCl, 2 — NaCl, 3 — NaF, 4 — LiF.

и следовало ожидать. Для всех ЩГК (KCl, NaCl, NaF, LiF) массив АЭ сигналов условно можно разделить на три участка. Первый — это начальный участок, соответствующий стадии «быстрого» внедрения индентора. На этом участке в течение нескольких сотых секунды регистрируется основная серия АЭ сигналов. На рис. 3 приведена зависимость продолжительности начального участка от нагрузки. Амплитуды сигналов малы и практически не меняются с увеличением нагрузки (до нагрузок, при которых появляются трещины). Во многих случаях в момент опускания индентора перед этим начальным участком регистрируется первый сигнал, который на один-два порядка больше по амплитуде всех последующих сигналов начального участка и связан, по-видимому, с «шумом», вызванным первым касанием индентора поверхности образца.

Вслед за начальным участком в течение 20 с выдержки при постоянной нагрузке на индентор наблюдаются редкие нерегулярные сигналы. С ростом нагрузки их количество и амплитуда возрастают, а время «молчания» системы после окончания стадии быстрого внедрения (до появления первого сигнала на стадии выдержки) уменьшается. В некоторых случаях особенно при малых нагрузках ($P < 20$ г) во всем интервале выдержки АЭ сигналы вообще не регистрируются. Можно отметить еще и наличие короткого конечного участка, соответствующего процессу подъема индентора, содержащего и ВА сигналы. Обращает на себя внимание и тот факт, что

через 5—10 мс после приложения нагрузки на стадии быстрого внедрения регистрируется несколько АЭ сигналов большой длительности. На КСl и LiF $\tau = 2 \div 5$ мс, что на один-два порядка больше длительности остальных сигналов, причем эти длительности мало зависят от P . Показано, что трение индентора о кристалл не сказывается заметно на характере АЭ спектра.

Таким образом, в настоящей серии опытов удалось зарегистрировать АЭ сигналы в процессе вдавливания индентора в ШГК, в то время как в работах [1, 3, 8] АЭ сигналы были зарегистрированы только при вдавливании индентора в хрупкие материалы, а в [1, 8] прямо указывается, что при индентировании таких пластических кристаллов, как LiF, АЭ не наблюдается. Этот факт легко объяснить, если учесть, что в наших измерениях достигнута значительно большая чувствительность метода.

Факт регистрации АЭ даже при малых нагрузках на индентор ($P \leq 5$ г), когда не происходит разрушения кристаллов (образования трещин), заставляет предположить, что основная масса регистрируемых при индентировании АЭ сигналов связана с процессами пластической деформации. Согласно [2] и из опытов по вдавливанию полусферы в монокристаллы GaAs [11], непрерывная АЭ объясняется прорывом скоплений дислокаций и их размножением, поэтому и в нашем случае АЭ сигналы большой длительности (тысячи микросекунд) могут быть связаны с деформационными и в первую очередь с дислокационными процессами. Однако следует иметь в виду, что, как было показано в [12], непосредственно под индентором в первую очередь происходит образование и перемещение комплексов точечных дефектов и только вслед за этим образуются и перемещаются дислокации, т. е. в механизм процесса микровдавливания всегда включается процесс механической имплантации материала за счет образования и перемещения под индентором внедренных атомов и их комплексов. Не исключено, что именно с этим механизмом, определяющим энергетику процесса микровдавливания, может быть связана часть АЭ сигналов, особенно на стадии «быстрого» внедрения.

Для подтверждения этого предположения были проведены эксперименты на кристаллах $Y_3Al_5O_{12}$, пластическая деформация которых при комнатной температуре осуществляется без участия дислокаций, только за счет перемещения ансамблей межузельных атомов [9]. Характер АЭ сигналов, регистрируемых в этом случае, сильно отличается по параметрам от случая деформирования ШГК. Это в первую очередь заметное уменьшение (2—3 раза) средних значений амплитуд и длительности АЭ сигналов, а также разброса численных значений всех измеряемых параметров. Кластер-анализ АЭ сигналов, полученных при индентировании и царапании $Y_3Al_5O_{12}$, и исследования в РЭМ деформированных образцов в режиме катодolumинесценции показали, что источниками АЭ могут прежде всего быть два типа трещин (раковистые и распространяющиеся по плоскости спайности); за два других типа наблюдаемых кластеров предположительно можно считать ответственными процессы перемещения межузельных атомов.¹ Однако ясно, что подобные предположения неубедительны до тех пор, пока не появятся прямые экспериментальные доказательства их справедливости. Можно попытаться для этого воспользоваться описанной в [9] методикой деформирования кристаллов «in situ» в РЭМ. Совмещая видеомагнитфонную регистрацию в режиме катодolumинесценции процессов образования и перемещения дислокаций и ансамблей точечных дефектов с одновременной регистрацией сигналов АЭ, можно надеяться на получение необходимой информации о связи АЭ сигналов с этими процессами. Постановку подобных прямых экспериментов в даль-

¹ Механизмы переноса материала из-под индентора за счет образования и перемещения ансамблей точечных дефектов пока не установлены. Поэтому точная оценка количества точечных дефектов, которые необходимы для генерации сигналов АЭ, регистрируемых современной аппаратурой, невозможна. Из очень грубой оценки следует, что этот ансамбль должен состоять во всяком случае более чем из 10^3 — 10^4 точечных дефектов.

нейшем следует считать наиболее перспективной и для выявления предполагаемого участия коллективного перемещения точечных дефектов в формировании соответствующих АЭ сигналов.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Боярская Ю. С., Грабко Д. З., Кац М. С. Физика процессов микровдавливания. Кишинев: Штиинца, 1986. 296 с.
- [2] Трипалин А. С., Буйло С. Н. Акустическая эмиссия. Физико-механические аспекты. Ростов: Изд-во РГУ, 1986. 160 с.
- [3] Зопунов Э. А., Первухин А. В. // Заводская лаборат. 1987. № 2. С. 65—68.
- [4] Баскин Б. Л., Данилов В. В., Хохлова Е. В., Зернов В. Н. // Акустическая эмиссия гетерогенных материалов. Л., ФТИ, 1986. С. 82—87.
- [5] Ржевкин В. Р. // Автореф. канд. дис. Л., ФТИ, 1986. 18 с.
- [6] Виноградов А. Ю., Лексовский А. М., Берштейн В. А., Егоров В. М., Смирнов В. В. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 2. С. 550—556.
- [7] Лубе Э. Л., Златкин А. Т. // Дефектоскопия. 1985. № 10. С. 7—13.
- [8] Бойко В. С., Кривенко Л. Ф. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 3. С. 716—723.
- [9] Акчурина М. Ш., Галстян В. Г., Регель В. Р., Рожанский В. Н. // Поверхность. 1983. № 3. С. 119—123.
- [10] Златкин А. Т., Лубе Э. Л. // Рост кристаллов. М.: Наука, 1988. Т. 16. С. 155—163.
- [11] Ogura M., Adachi Y., Ikoma T. // J. Appl. 1979. V. 50. P. 6745—6750.
- [12] Акчурина М. Ш., Васев Е. Н., Михина Е. Ю., Регель В. Р. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 3. С. 760—764.

Институт кристаллографии
АН СССР
Москва

Поступило в Редакцию
29 июля 1988 г.
В окончательной редакции
21 ноября 1988 г.