# 04,07

# Акустическая и электромагнитная эмиссии при ударном повреждении сверхтвердых керамик SiC и AIMg<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

© А.Г. Кадомцев<sup>1</sup>, Е.В. Гольева<sup>2,3</sup>, А.А. Дунаев<sup>2</sup>, А.Е. Чмель<sup>1</sup>, И.П. Щербаков<sup>1</sup>

 <sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
<sup>2</sup> Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова, Санкт-Петербург, Россия
<sup>3</sup> Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: chmel@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 22 мая 2019 г. В окончательной редакции 22 мая 2019 г. Принята к публикации 23 мая 2019 г.

Сверхтвердые керамики SiC находят применение для изготовления индивидуальных средств защиты людей от точечных ударных воздействий, а прозрачные в широкой спектральной области керамики MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> — для защитных экранов оптических приборов летательных аппаратов, которые подвергаются ударам твердых пылевых частиц и атмосферных осадков. В настоящей работе исследован процесс зарождения и релаксации микротрещин при ударном воздействии методами акустической эмиссии и электромагнитной эмиссии соответственно. Поскольку механизм генерации указанных видов эмиссии имеет различное происхождение, то сопоставление эмиссионной активности того и другого вида позволило выявить общие и индивидуальные закономерности ударного повреждения твердых керамик SiC и MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

Ключевые слова: ударное разрушение, карбид кремния, алюмо-магниевая шпинель, акустическая эмиссия, электромагнитная эмиссия.

DOI: 10.21883/FTT.2019.10.48246.488

### 1. Введение

Твердые керамики используются для изготовления сосудов давления, клапанных седел, подложек для электронных блоков и многого другого. Для сверхтвердых керамик, таких как карбид кремния (SiC) и алюмомагниевая шпинель (AMIII, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), особый интерес представляет их использование в качестве легкой брони для высокоэффективной защиты людей и техники [1,2].

Несмотря на меньшую твердость керамической шпинели по сравнению с керамиками из диоксида кремния, ее привлекательными чертами являются высокая радиационная стойкость [3,4], прозрачность ввидимой и средней ИК областях и отсутствие двулучепреломления благодаря кубической структуре [5]. Последнее обстоятельство открывает широкие области применения шпинели — от стекол для ручных часов и смартфонов до защитных экранов летательных аппаратов [6–8]. В последнем случае окна и обтекатели подвергаются ударам твердых пылевых частиц и атмосферных осадков, повреждающих поверхность изделий [9].

В настоящем сообщении повреждение керамик SiC и MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> производилось ударом заостренного бойка по полированной поверхности образца, то есть способ механического воздействия был связан с типичными приложениями этих керамик. При этом одновременно регистрировались два вида стимулированной эмисси-онной активности — акустическая эмиссия (AE) и

электромагнитная эмиссия (ЭМЭ). Поскольку механизм генерации указанных видов эмиссии имеет различное происхождение, то сопоставление временных рядов излучения каждого вида позволило выявить общие и индивидуальные закономерности точечного повреждения твердых керамик SiC и MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

## 2. Образцы и оборудование

Исходное порошкообразное сырье MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> синтезировали соосаждением из сернокислых солей с последующим прокаливанием смешанной соли MgSO<sub>4</sub>·Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·25H<sub>2</sub>O при температуре 1300°C до образования AMIII. После высокотемпературного вакуумного прессования порошков плотность образцов достигала 99.6% от плотности монокристалла. Размер образующих керамику кристаллитов составлял 0.5–0.7  $\mu$ m (рис. 1, *a*). Твердость по Виккерсу около 12 GPa.

Образцы керамик SiC получены спеканием ультрадисперсного порошка карбида кремния с размером частиц  $\sim 0.2\,\mu$ m. При высоких температурах частицы спекались в зерна размером  $2-6\,\mu$ m, формируя материал с пористостью  $\sim 1\%$  (рис. 1, *b*). Твердость по Виккерсу составляла 31 GPa.

Повреждение образцов, изготовленных в виде полированных дисков диаметром 20–30 mm и толщиной 1–2 mm, производилось ударом груза, падающего на



Рис. 1. Микрофотографии керамик  $AlMg_2O_4$  (*a*) и SiC (*b*).

стальной боек, поставленный на поверхность образца. ЭМЭ регистрировалась с помощью диполя Герца. Детектором АЭ в частотной области 100 kHz-1 MHz служила пластина из высокочувствительной пьезокерамики Pb(Zr<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub>. Сигналы ЭМЭ и АЭ поступали на вход аналогово-цифрового преобразователя ACK-3106 и в цифровой форме сохранялись в компьютере. Продолжительность сбора сигналов всех типов составляла 0.5 ms. Временное разрешение 10 ns.

## 3. Результаты

На рис. 2 показаны временные развертки ЭМЭ и АЭ, возбужденные точечным ударом в керамиках SiC и AlMg<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Квадрат амплитуды  $(A^2)$  в импульсах пропорционален энергии (E), выделенной при зарождении (AЭ)и релаксации (ЭМЭ) микротрещины. Можно видеть, что генерация ЭМЭ происходит с некоторой задержкой относительно начала излучения звука, причем последовательность начала генерации особенно четко выражена в более крупнозернистой и более пористой керамике SiC.

На рис. 3 показаны распределения импульсов ЭМЭ в зависимости от энергии в импульсе построенные в виде зависимостей  $N(E > \varepsilon)$  от  $\varepsilon$ , где N — число импульсов, энергия которых E выше величины  $\varepsilon$ , которая принимает последовательно значения энергии в импульсах, пришед-



Рис. 2. Временные развертки АЭ (a, c) и ЭМЭ (b, d) из АМШ (a, b) и SiC (c, d), стимулированные ударной нагрузкой.



**Рис. 3.** Распределения энергии во временных рядах ЭМЭ из керамик АМШ (1) и SiC (2).

ших за время от 0 до 0.5 ms (горизонтальная координата), и число импульсов, энергия которых E превышает текущее значение  $\varepsilon$ , откладывается по вертикальной оси.

Распределения построены в полулогарифмических координатах, в которых экспериментальные точки укладываются на прямую с наклоном *a*:

$$\lg N(E > \varepsilon) \propto -a\varepsilon \tag{1}$$

Соотношение (1) эквивалентно экспоненциальному закону пуассоновского типа:

$$N(E > \varepsilon) \propto \exp(-a\varepsilon),$$
 (1a),

который характерен для случайных событий, возникающих независимо друг от друга. Наклон прямых характеризует относительный вклад "больших" и "малых" импульсов: чем ниже наклон *a*, тем больше в процессе разрушения происходило крупных событий. В частности, рис. 3 демонстрирует, что электромагнитные явления в

АМШ при ударе имели более высокую интенсивность, чем в карбиде кремния.

Рис. 4 представляет распределения  $N(E > \varepsilon) \propto \varepsilon$  для акустической активности. Одни и те же данные построены в полулогарифмических и двойных логарифмических координатах. В керамике AlMg<sub>2</sub>O<sub>4</sub> накопление дефектов, вызывающих АЭ, происходило случайным образом — прямые в полулогарифмических координатах, отвечающие соотношению (1а). Эмиссия АЭ из керамики SiC показывает в этих координатах нелинейную зависимость  $N(E > \varepsilon) \propto \varepsilon$ , но в двойных логарифмических координатах следует лог-линейному соотношению

$$\lg N(E > \varepsilon) \propto -b \lg \varepsilon, \tag{1}$$

что эквивалентно степенной функции

$$N(E > \varepsilon) \propto \varepsilon^{-b}$$

характерной для событий, между которыми имеется дальнодействие.

## 4. Обсуждение

Рассмотрим механизмы генерации звука и ЭМЭ в хрупких твердых телах, и сопоставим их с физикомеханическими характеристиками исследованных керамик. Формирования микротрещин, сопровождаемое ростом сигналов АЭ, начинается с момента касания бойком поверхности образца. При образовании микротрещин на их берегах возникают слои противоположных по знаку зарядов, которые аннигилируют с излучением сигнала ЭМЭ [10] при релаксации трещин после окончания действия ударной волны. Сочетание указанных эмиссионных механизмов проявляется в некоторой задержке начала ЭМЭ относительно АЭ, длительность которой зависит от физико-механических свойств материалов.

Как мы видели, распределение энергии в импульсах ЭМЭ из обеих керамик оказалось случайным. Это мож-



**Рис. 4.** Распределения энергии во временных рядах АЭ из керамик АМШ (1) и SiC (2). *а* — полулогарифмические координаты, *b* — двойные логарифмические координаты.

но объяснить тем, что аннигиляция зарядов на берегах трещин не вносит изменений в структуру материала. Исчезновение той или иной пары зарядов не влияет на стабильность других зарядов, которая определяется изменением геометрии трещины при ее релаксации.

В керамике SiC выделение акустической энергии при образовании трещин в SiC происходило по степенному закону. Медленно спадающая степенная функция отражает кооперативность процесса, то есть появление новой микротрещины влияет на вероятность зарождения соседней, изменяя таким образом механические свойства твердого тела.

Известно [11–13], что коррелированное формирование ансамбля микротрещин специфично для гетерогенных материалов, в которых макроскопическое повреждение предваряется накоплением микротрещин и их слиянием в очаг разрушения. В гомогенных материалах разрушение развивается как высоко-локализованный процесс без образования множества взаимодействующих микротрещин.

В то же время, керамика АМШ, будучи гетерогенным материалом (рис. 1, *a*), также показала случайное распределение энергии импульсов. Можно полагать, что причина в том, что этот материал имеет очень высокую плотность, близкую к плотности монокристалла. Соответственно, его механическое поведение в условиях данного эксперимента оказалось типичным для однородных твердых тел.

#### 5. Заключение

Точечное ударное повреждение керамик SiC и  $AlMg_2O_4$  сопровождается акустической эмиссией из растущих микротрещин, а релаксация трещин после прохождения ударной волны — излучением электромагнитных волн. Активность ЭМЭ обусловлена тем, что на берегах возникающих трещин образуются противоположные по знаку заряды, которые аннигилируют при релаксации трещин.

Выделение акустической энергии при образовании трещин в керамике SiC происходило по степенному закону, поскольку накопление микротрещин в гетерогенных материалов имеет делокализованный характер, и появление нового дефекта влияет на вероятность зарождения соседнего, изменяя механические свойства твердого тела.

Распределение энергии АЭ в керамике  $AlMg_2O_4$  оказалось экспоненциальным. Как правило, распределения пуассоновского типа типичны для однородных твердых тел, в которых разрушение развивается в единственном очаге. Случайное распределение энергии АЭ в  $AlMg_2O_4$ объясняется очень высокой плотностью этой керамики, приближающейся к таковой в монокристалле. Также случайным оказалось распределение энергии в импульсах ЭМЭ из обоих материалов, что указывает на то, что возникновение/гибель зарядов происходит независимо друг от друга.

#### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант РФФИ № 18-08-00359а).

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] Ю.В. Келина, В.В. Ленский, В.П. Параносенков, Л.А. Посыпкина. Огнеупоры и техн. керамика *1*-2, 17 (2010).
- [2] J.M. Sands, C.G. Fountzoulas, G.A. Gilde, P.J. Patel. J. Eur. Ceram. Soc. 29, 2, 261 (2009).
- [3] С.В. Габелков, Р.В. Тарасов, Н.С. Полтавцев, Ю.П. Курило, М.П. Старолат, Н.Ф. Андриевская, А.Г. Миронова, Е.Г. Дедовская, Л.М. Дитвиненко, Ф.В. Белкин. Неорган. материалы 43, 4, 462 (2007).
- [4] F.A. Garner, G.W. Hollenberg, F.D. Hoobs, J.L. Ryan, Z. Li, C.A. Black, R.C. Bradt. J. Nucl. Mater. 212–215, 1087 (1994).
- [5] M. Sokol, B. Ratzker, S. Kalabukhov, M.P. Dariel, E. Galun, N. Frage. Adv. Mater., Special Issue: Mater. Res. Israel, 30, 41, 1706283 (2018).
- [6] J.L. Sepulveda, R.O. Loutfy, S. Chang, S. Ibrahim. Proc. SPIE, Wind. Dome Technol. Mater. XII. 8016, 801604 (2011).
- [7] D.V. Tolstikova, E.V. Gol'eva, V.S. Lebanin. Opt. Zh, 81, 12, 69 (2014).
- [8] E.V. Gol'eva, M.D. Mikhaĭlov, A.A. Dunaev, B.A. Ignatenkov. J. Opt. Technol. 83, 2, 127 (2016).
- [9] G.H. Jilbert, J.E. Field. Wear **243**, *1*-2, 6 (2000).
- [10] K. Eftaxias, V.E. Panin, Ye. Deryugin. Tectonophys. 431, 273 (2007).
- [11] A. Carpinteri. Int. J. Solid Struct. **31**, 291 (1994).
- [12] J. Weiss, M. Gay. J. Geophys. Res., 103B, 24005 (1998).
- [13] D. Sornette. Proc. National Acad. Sci. USA 99, Suppl 1 (2002) 2522.

Редактор К.В. Емцев