

05;07;08;12

Фотодефлекционная и фотоакустическая микроскопия трещин и остаточных напряжений, образующихся в керамике нитрида кремния при вдавливании по Виккерсу

© К.Л. Муратиков, А.Л. Глазов, Д.Н. Роуз (D.N. Rose),
Д.Е. Думар (J.E. Dumar), Г.Х. Квай (G.H. Quay)

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург

Поступило в Редакцию 17 декабря 1996 г.

Исследована возможность регистрации методами фотодефлекционной и фотоакустической микроскопии подповерхностных боковых и вертикальных трещин, а также остаточных внутренних напряжений в керамике нитрида кремния, образующихся при вдавливании по Виккерсу. Показано, что нормальная компонента фотодефлекционного сигнала может быть использована для регистрации подповерхностных боковых, а тангенциальная компонента для регистрации вертикальных трещин. Выяснено, что чувствительность фотоакустического метода к остаточным внутренним напряжениям обусловлена зависимостью упругих параметров или коэффициента теплового расширения керамики нитрида кремния от внутренних напряжений.

К исследованию механических свойств керамических материалов в настоящее время привлечено серьезное внимание [1]. Интерес к подобному рода материалам связан с широкими возможностями их использования в разнообразных практических применениях [2]. Один из наиболее эффективных подходов при исследовании керамики основан на использовании метода вдавливания [3]. Образующаяся при этом система радиальных и боковых трещин, а также внутренних напряжений может быть использована для определения механических параметров материала. В частности, длины образующихся радиальных трещин могут использоваться для определения вязкости разрушения материала [3,4].

В настоящее время установлено, что оптические методы не всегда способны обеспечивать правильную информацию о длинах вертикаль-

ных трещин [4,5]. В частности, для керамик более надежная информация может быть получена фототермическими методами. Так, в работах [4,5] была продемонстрирована эффективность использования фотодетекционного метода для определения длин вертикальных трещин. Серьезные трудности связаны с регистрацией боковых подповерхностных трещин в непрозрачных керамиках, возникающих вблизи вдавливаемого участка. В работе [6] показана возможность использования для этих целей фотоакустического газомикрофонного метода.

Помимо трещин процесс вдавливания сопровождается образованием полей остаточных внутренних напряжений. В прозрачных материалах внутренние напряжения могут быть зарегистрированы поляризационными методами [7]. Регистрация остаточных напряжений в непрозрачных материалах представляет собой более сложную задачу. В работах [8,9] была продемонстрирована возможность использования электронно-акустической микроскопии для визуализации остаточных напряжений в керамиках на основе SiC, образующихся при вдавлении по Виккерсу. Вместе с тем физический механизм визуализации внутренних напряжений в этих работах остался невыясненным. В работе [10] для регистрации внутренних напряжений в керамиках $\text{Si}_3\text{N}_4-5\%\text{Al}_2\text{O}_3-5\%\text{Y}_2\text{O}_3$ был использован фотоакустический метод с пьезоэлектрическим способом регистрации. При этом фотоакустический сигнал было предложено связывать с нелинейными упругими свойствами керамики. С другой стороны, в работе [11] влияние внутренних напряжений на фотоакустический сигнал связывалось с зависимостью коэффициента теплопроводности материала от внутренних напряжений.

К сожалению, в проведенных к настоящему времени работах, исследование трещин и внутренних напряжений в керамиках обычно основывается на использовании только одного фототермического метода. В связи с этим значительно ограничиваются возможности получения детальной информации о механизмах образования сигналов и сравнения эффективности использования различных методов. Только в работе [12] одновременно использовались несколько фототермических методик для исследования трещин вблизи областей вдавливания, а также поверхностных дефектов. Однако в этой работе был получен ряд предварительных результатов, касающихся только керамик на основе циркония (70 %) и TiC (30 %) и SiC керамик с заполнением кремнием.

В связи с этим в данной работе для исследования керамики нитрида кремния предложен комплексный подход, основанный на одно-

временном использовании метода фотодефлекционной микроскопии и метода фотоакустической микроскопии с пьезоэлектрическим способом регистрации сигнала. Целесообразность подобного сочетания методов обусловлена тем, что механизмы образования сигналов для них имеют различную природу. Так, в фотодефлекционном методе сигнал образуется в результате теплового воздействия возбуждающего излучения на объект [13,14], а в случае фотоакустического метода дополнительно регистрируется информация об его упругих свойствах [15].

Экспериментальное исследование трещин и полей остаточных напряжений, возникающих в результате вдавливания по Виккерсу, в данной работе было выполнено для керамики нитрида кремния, изготовленной методом горячего прессования.¹ Типичная схема расположения трещин и деформаций в керамиках, образующихся при вдавливании по Виккерсу, приведена в работах [1,6]. Вдавливание образца производилось с использованием нагрузок от 5 до 30 кГ. Изображение исследуемого участка керамики получалось путем сканирования образца по двум координатам. Размер сканируемой области составлял 320×320 мкм² при шаге сканирования 5 мкм по обеим координатам. Для возбуждения температурных волн и акустических колебаний в образце использовалось излучение аргонового лазера ЛГН-503, модулированное акустооптическим модулятором МЛ-201. В случае фотодефлекционного метода в качестве считывающего излучения использовалось излучение He-Ne лазера Meles Griot 05-LHP-151.

Получение изображений области вблизи зоны вдавливания в температурных волнах осуществлялось фотодефлекционным методом с использованием как нормальной, так и тангенциальной компонент сигнала. На рис. 1 показано изображение области вблизи зоны вдавливания в керамике нитрида кремния с нагрузкой в 20 кГ, полученное с помощью нормальной компоненты фотодефлекционного сигнала. Видно, что изображение, формируемое с помощью нормальной компоненты, хорошо воспроизводит структуру подповерхностных боковых трещин и в основном оказывается похожим на изображения, полученные газомикрофонным методом [5]. Вместе с тем, в отличие от газомикрофонного метода, на нормальном фотодефлекционном изображении достаточно отчетливо просматривается и структура вертикальных трещин.

¹ В работе использовался образец керамики нитрида кремния типа NC 132, изготовленный Norton Ceramics Corporation.

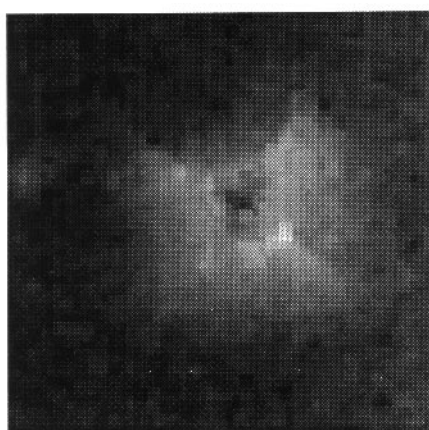
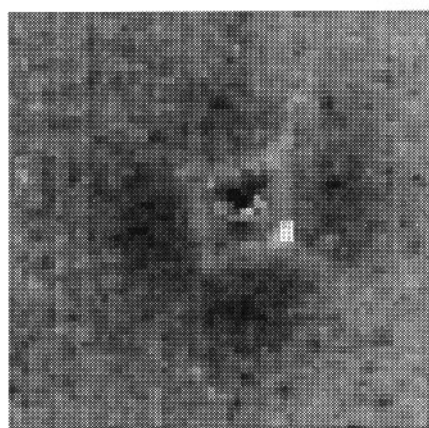
 a  b

Рис. 1. Изображение области керамики нитрида кремния вблизи зоны вдавливания по Виккерсу, полученное с помощью нормальной компоненты фотодетекционного сигнала: a — амплитуда сигнала, b — фаза сигнала. Частота модуляции возбуждающего излучения 3.5 кГц, расстояние между лазерными пучками 22 мкм.

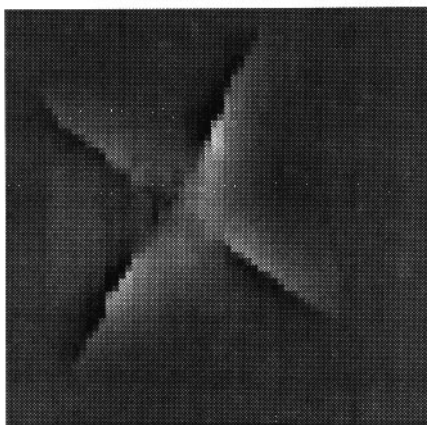
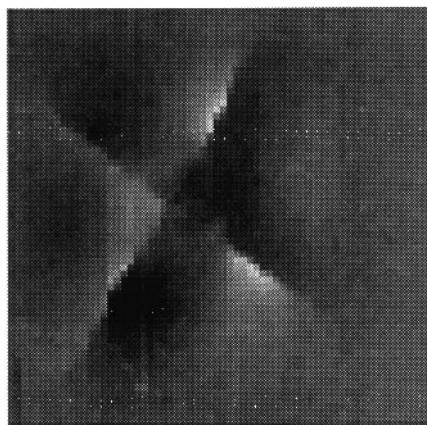
 a  b

Рис. 2. Изображение области керамики нитрида кремния вблизи зоны вдавливания по Виккерсу, полученное с помощью тангенциальной компоненты фотодефлекционного сигнала: a — амплитуда сигнала, b — фаза сигнала. Частота модуляции возбуждающего излучения 3.5 кГц, расстояние между лазерными пучками 22 мкм.

На рис. 2 представлено изображение этой же области вдавливания, зарегистрированное с помощью тангенциальной компоненты фотодифлекционного сигнала при аналогичных условиях. Характерной отличительной чертой этих изображений является значительно более высокая контрастность по отношению к вертикальным трещинам. Так, например, на частоте температурных волн 3.5 кГц контрастность изображения вертикальных трещин в фазе тангенциальной компоненты фотодифлекционного сигнала оказывается в 30–50 раз выше, чем в фазе нормальной. Вместе с тем у изображений, полученных с помощью тангенциальной компоненты фотодифлекционного сигнала, сохраняется чувствительность и к подповерхностным боковым трещинам. Однако как экспериментальные результаты, так и теоретические оценки показывают, что эта чувствительность оказывается несколько ниже, чем у нормальной компоненты фотодифлекционного сигнала или фотоакустического сигнала, полученного методом газомикрофонной ячейки.

Изображение области вблизи вдавливания, полученное фотоакустическим методом с регистрацией пьезоэлектрического сигнала с помощью PZT керамики представлено на рис. 3. Сравнение этого изображения с полученным ранее методом электронно-акустической микроскопии [8,9] показывает их большое сходство. В частности, яркие области вблизи концов вертикальных трещин соответствуют зонам остаточных внутренних напряжений [9]. Вместе с тем одновременное использование в данной работе фотодифлекционного и фотоакустического методов позволяет сделать дополнительные выводы. Так, из рис. 1 и 2 видно, что вблизи концов вертикальных трещин на фотодифлекционных изображениях отсутствуют какие-либо характерные особенности. Поэтому можно утверждать, что у керамики нитрида кремния нет сильной зависимости теплофизических параметров от внутренних напряжений, которая должна приводить к появлению существенных изменений в фотодифлекционном сигнале. В связи с этим образование фотоакустического сигнала в этом материале, по-видимому, не происходит по механизму, предложенному в работе [11], а связано, в первую очередь, с зависимостью упругих параметров и коэффициента теплового расширения от остаточных внутренних напряжений. Однако для окончательного выяснения связи фотоакустического сигнала с упругими параметрами или коэффициентом теплового расширения необходимо проведение дополнительных экспериментов.

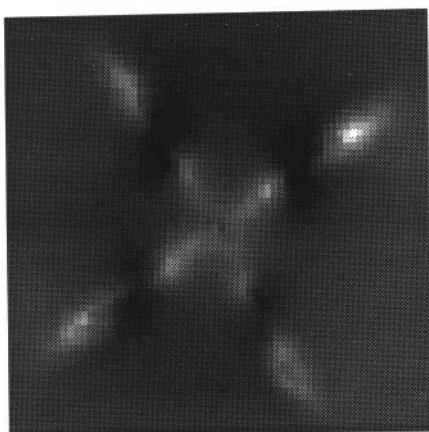
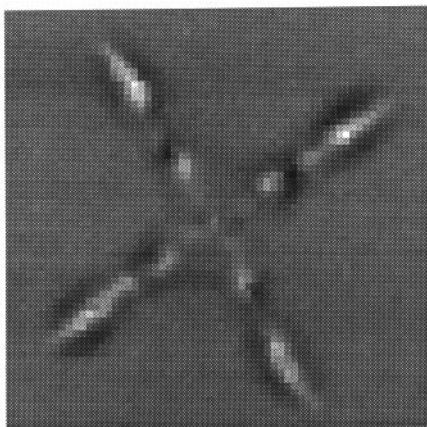
*a**b*

Рис. 3. Изображение области керамики нитрида кремния вблизи зоны вдавливания по Виккерсу, полученное фотоакустическим методом с пьезоэлектрическим способом регистрации сигнала: *a* — амплитуда сигнала, *b* — фаза сигнала. Частота модуляции возбуждающего излучения 98.2 кГц.

Вместе с тем наличие сильных особенностей на рис. 3 вблизи окончания вертикальных трещин может использоваться и для определения точного положения их концов. При этом важным преимуществом фотоакустического метода по сравнению с фотодэфлекционным методом и другими термоволновыми методиками является способность обеспечивать существенно более высокий контраст изображения этой области. Однако некоторая дополнительная сложность при использовании фотоакустического сигнала для этих целей связана с необходимостью учета реального распределения остаточных напряжений у поверхности образца вблизи концов трещин.

В целом полученные результаты показывают, что комбинация фотодэфлекционного и фотоакустического методов исследования областей вдавливания в керамиках нитрида кремния способна обеспечивать важную информацию о структуре подповерхностных боковых и радиальных трещин, а также остаточных внутренних напряжений. При этом для исследования вертикальных трещин более целесообразно использовать тангенциальную компоненту фотодэфлекционного сигнала, а для подповерхностных боковых — нормальную.

Данное исследование было проведено при частичной поддержке Европейского исследовательского центра американской армии.

Список литературы

- [1] Cook R.F., Pharr G.M. // J. Am. Ceram. Soc. 1990. V. 73. N 4. P. 787–817.
- [2] Ajayi D.O., Ludeme K.C. // Wear. 1988. V. 124. P. 237–357.
- [3] Ostojic P., McPerson R. // Int. J. Fracture. 1987. V. 33. N 4. P. 297–312.
- [4] Rantala J., Hartikainen J., Jaarinen J. // Appl. Phys. A. 1990. V. 50. P. 465–471.
- [5] Inglehart L.J. // Optical Beam Deflection Detection of Thermal Waves in Opaque Solids. Dissertation. 1984. Wayne State University. Detroit. MI.
- [6] Rose D.N., Bryk D.C., Arutunian G., Dumar J.E., Slavin M.J. // J. de Physique IV. 1994. C7. V. 4. P. 599–602.
- [7] Александров А.Я., Ахметаянов М.Х. Поляризационно-оптические методы механики деформируемого тела. М.: Наука, 1974. 576 с.
- [8] Urchulutegui M., Piqueras J., Llopis J. // J. Appl. Phys. 1989. V. 65. N 7. P. 2677–2680.
- [9] Cantrell J.H., Qian M., Ravichandran M.V., Knowles K.W. // Appl. Phys. Lett. 1990. V. 57. N 18. P. 1870–1872.

- [10] *Burbelo R.M., Gulyaev A.L., Robur L.I., Zhabitenko M.K., Atamanenko B.A., Kryl Ya.A.* // J. de Physique IV. 1994. C7. V. 4. P. 311–314.
- [11] *Qian M.* // Abstracts of 8th Int. Topical Meeting on Photoacoustic and Photothermal Phenomena. Guadeloupe (France). 1994. P. 157–158.
- [12] *Zhang H., Gissing S., Weides G., Netzelmann U.* // J. de Physique. 1994. C7. V. 4. P. 603–606.
- [13] *Jackson W.B., Amer N.M., Voccaro A.C., Fournier D.* // Appl. Opt. 1981. V. 20. N 8. P. 1333–1344.
- [14] *Aamodt L.C., Murphy J.C.* // J. Appl. Phys. 1981. V. 52. N 8. P. 4903–4914.
- [15] *Rosencwaig A.* Photoacoustics and Photoacoustic Spectroscopy. N.Y.: John Wiley and Sons, 1980. 309 p.