

05;07;08;12

Исследование влияния остаточных напряжений на теплофизические и термоупругие свойства керамики нитрида кремния фототермическими и фотоакустическими методами

© К.Л. Муратиков, А.Л. Глазов, Д.Н. Розе, Д.Е. Думар

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

Поступило в Редакцию 19 июня 1998 г.

Методами фотодефлекционной и фоторефлекционной микроскопии показано, что остаточные напряжения не влияют на теплофизические параметры керамики нитрида кремния. При этом продемонстрировано, что фоторефлекционная микроскопия способна обеспечивать информацию о теплофизических свойствах керамик на уровне отдельных зерен. Установлено, что теория образования фотоакустического сигнала с пьезоэлектрическим способом регистрации, основанная на модели Мурнагана с учетом зависимости коэффициента термоупругой связи от напряжения, способна качественно объяснить полученные экспериментальные данные и может быть использована для оценки термоупругих параметров керамики.

Исследованию остаточных напряжений в различных материалах и развитию методов их регистрации уделяется большое внимание. К наиболее важным методам, используемым для решения данной задачи, можно отнести ультразвуковой [1], рамановской спектроскопии [2–3], дифракции рентгеновских лучей [4] и нейтронов [5–6], магнитный [7], а также методы, основанные на использовании голографической интерферометрии [8–10]. Подобные методы продемонстрировали свою высокую эффективность при решении задачи регистрации остаточных напряжений, хотя каждому из них и присущи определенные ограничения, связанные с природой используемых в них физических процессов.

В связи с этим в последнее время серьезное внимание уделяется исследованию возможности использования термоупругого эффекта

для диагностики механических напряжений в твердых телах [11–16]. Важным достоинством термоупругого метода является его универсальность и возможность применения к объектам различной природы. Уже имеется ряд экспериментальных данных для металлов [11,14–15] и керамик [12–13,16], подтверждающих такую возможность. Вместе с тем механизм влияния механических напряжений на результаты термоупругих измерений остается недостаточно выясненным. Так, в работе [14] предложена модель образования термоупругого сигнала, существенным образом связывающая его зависимость от механических напряжений с зависимостью от них теплофизических параметров материала. С другой стороны, в работе [17] поведение термоупругого сигнала объясняется в рамках нелинейной механической модели твердого тела, предложенной Мурнаганом [18], с учетом возможной зависимости коэффициента термоупругой связи от механических напряжений [19].

В связи с этим основной целью данной работы является выяснение природы образования термоупругого сигнала в твердотельных объектах с внутренними напряжениями. Для экспериментального решения вопроса о механизме образования термоупругого сигнала в работе использовался комплексный подход, основанный на одновременном применении нескольких фототермических и фотоакустических методов. Из фототермических методов были использованы фотодефлекционный и фоторефлекционный методы, а также фотоакустический метод с газомикрофонным способом регистрации сигнала. Отличительной особенностью перечисленных методов является чувствительность только к теплофизическим параметрам исследуемого объекта [20]. Кроме того, образец исследовался фотоакустическим методом с пьезоэлектрическим способом регистрации сигнала, дополнительно обладающим чувствительностью к упругим параметрам и коэффициенту термоупругой связи материала.

Экспериментальные исследования в данной работе проведены на керамике нитрида кремния, изготовленного методом горячего прессования.¹ Поля остаточных напряжений вводились в керамику в результате вдавливания по Виккерсу с использованием нагрузок от 5 до 15 kg. Изображение исследуемого участка керамики получалось путем сканирования образца по двум координатам с шагом 5 μm .

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

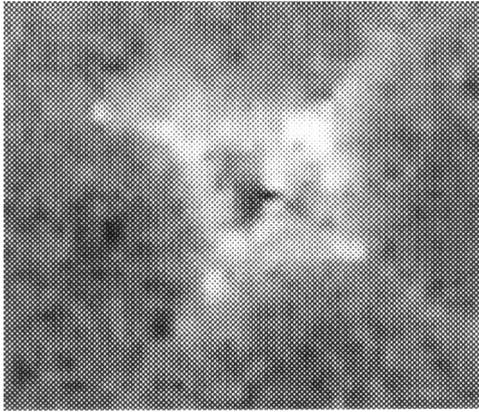


Рис. 1. Изображение области керамики нитрида кремния вблизи зоны вдавливания по Виккерсу, полученное путем регистрации амплитуды нормальной компоненты фотодефлекционного сигнала. Нагрузка 10 kg. Размерность изображения $240 \times 240 \mu\text{m}$. Частота модуляции возбуждающего излучения 10 kHz.

Для возбуждения температурных волн и акустических колебаний в образце использовалось излучение аргонового лазера ЛГН-503, модулированное акустооптическим модулятором МЛ-201. В случае фотодефлекционного и фоторефлекционного методов в качестве считывающего излучения использовалось излучение He-Ne-лазера Meles Griot 05-LHP-151.

Изображения области вблизи зоны вдавливания в керамике нитрида кремния, полученные фотодефлекционным и фоторефлекционным методами, представлены на рис. 1 и 2. Видно, что изображение, формируемое с помощью нормальной компоненты фотодефлекционного сигнала, хорошо воспроизводит структуру подповерхностных боковых трещин и в основном оказывается похожим на изображения, получаемые газомикрофонным методом. Что касается изображения, полученного фоторефлекционным методом, то на нем значительно сильнее проявляется зернистость структуры керамики, хотя оба изображения получены при примерно одинаковых частотах возбуждающего излучения. Отметим, что указанная особенность не связана с оптическими различиями

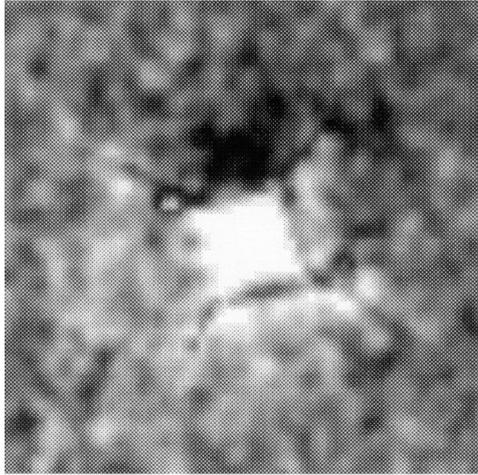


Рис. 2. Изображение области керамики нитрида кремния вблизи зоны вдавливания по Виккерсу, полученное путем регистрации амплитуды нормальной компоненты фоторефлекционного сигнала. Нагрузка 10 kg. Размерность изображения $320 \times 320 \mu\text{m}$. Частота модуляции возбуждающего излучения 10 kHz.

при отражении считывающего излучения в фоторефлекционном методе от различных зерен керамики, так как формируемое одновременно с фоторефлекционным изображением оптическое изображение исследуемой области керамики являлось достаточно однородным. В связи с этим представленные на рис. 2 неоднородности керамики имеют тепловую природу и могут быть связаны с разбросом теплофизических параметров зерен и границ между ними. Указанная особенность изображений, полученных двумя термоволновыми методами, связана с различной разрешающей способностью систем термоволновой микроскопии [21–22].

На рис. 3 представлено изображение области вблизи той же зоны вдавливания, что и на рис. 1 и 2, полученное фотоакустическим методом с пьезоэлектрическим способом регистрации сигнала. Наиболее характерной особенностью этого изображения является наличие ярких областей вблизи концов вертикальных трещин, соответствующих сильному

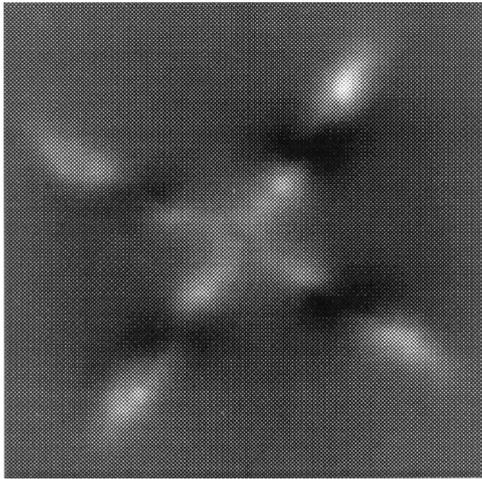


Рис. 3. Изображение области керамики нитрида кремния вблизи зоны вдавливания по Виккерсу, полученное фотоакустическим методом с пьезоэлектрическим способом регистрации амплитуды сигнала. Нагрузка 10 kg. Размерность изображения $320 \times 320 \mu\text{m}$. Частота модуляции возбуждающего излучения 113 kHz.

увеличению фотоакустического сигнала. Ранее в работе [23] отмечались аналогичные особенности в изображениях зон вдавливания по Виккерсу, полученных методом электронно-акустической микроскопии. В этой же работе было показано, что яркие области вблизи концов вертикальных трещин соответствуют зонам остаточных напряжений. Из рис. 1 и 2, а также из фотоакустических изображений с газомикрофонным способом регистрации сигнала [24] видно, что аналогичные особенности у всех перечисленных изображений отсутствуют. В связи с этим можно сделать вывод о том, что образование фотоакустического сигнала в керамике нитрида кремния не связано с зависимостью теплофизических параметров от механических напряжений, а происходит главным образом благодаря зависимости от них упругих параметров и коэффициента теплового расширения.

В работе [17] для этого случая при не слишком высоких частотах модуляции возбуждающего лазерного излучения и отсутствии нелинейных геометрических искажений образца при деформации было получено следующее выражение для пьезоэлектрического сигнала:

$$V(\omega) = iC\kappa\rho_0^{3/2}\omega^2 \times \frac{\gamma_0(1 + \beta U_{33})\Delta T_s}{\left\{K + \frac{4}{3}\mu + \left[t_{33}^{(0)} + (2lU_{pp} + (4m + n)U_{33})\right]\right\}^{3/2}}, \quad (1)$$

где C — коэффициент пропорциональности, определяющийся параметрами пьезоэлектрического элемента; ω — круговая частота модуляции возбуждающего излучения; ρ_0 — плотность тела; κ — температуропроводность; γ_0 — коэффициент термоупругой связи для недеформированного тела; β — коэффициент, определяющий зависимость термоупругой связи от начальной деформации; U_{ik} — тензор начальной деформации тела; K и μ — модули всестороннего сжатия и сдвига; l, m, n — постоянные Мурнагана; $t_{33}^{(0)}$ — компонента тензора напряжений, связанная с начальной деформацией; ΔT_s — колебания температуры поверхности образца. С помощью выражения (1) можно оценить влияние внутренних напряжений на пьезоэлектрический сигнал. Для этого, в частности, может быть использована зависимость амплитуды пьезоэлектрического сигнала от величины нагрузки при вдавливании.

На рис. 4 представлен типичный характер изменения фотоакустического сигнала от нагрузки. Приведенные на рис. 4 величины соответствуют его максимальным значениям в ярких областях, усредненным по четырем областям вблизи концов вертикальных трещин и отнормированным к средней величине сигнала от образца. Видно, что зависимость фотоакустического сигнала от нагрузки в исследованном диапазоне достаточно близка к линейной. В соответствии с выражением (1) подобная ситуация может иметь место, если влияние остаточных деформаций и напряжений осуществляется в основном через величины, входящие в числитель выражения (1). В этих условиях с помощью выражения (1) можно сделать некоторые выводы относительно значения коэффициента β для керамики нитрида кремния. Для керамики значение деформаций, соответствующих разрушению материала, обычно составляет величину меньше 1% [25]. Для нагрузки вдавливания 15 kg максимальное значение фотоакустического сигнала для исследованного

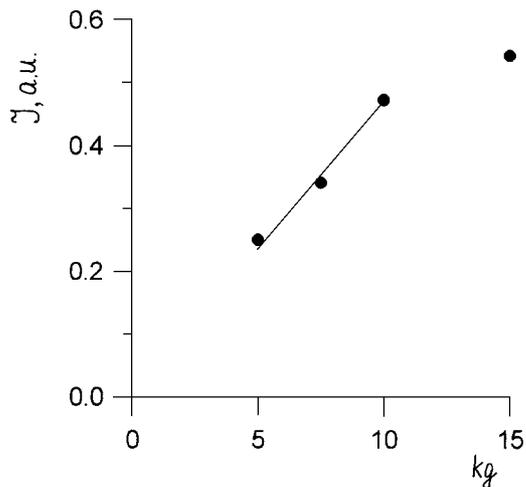


Рис. 4. Поведение максимальной величины фотоакустического сигнала с пьезоэлектрическим способом регистрации в зависимости от величины нагрузки. Частота модуляции возбуждающего излучения 98 kHz.

образца превосходило средний уровень сигнала от керамики на 47%. Тогда, считая, что максимальная деформация керамики не превосходит 1%, на основании выражения (1) значение коэффициента β для исследованного образца должно находиться на уровне 10^2 , который существенно превосходит его значение для металлов [19]. Выражение (1) и приведенные на рис. 4 данные показывают, что фотоакустические измерения могут быть использованы и для определения постоянных Мурнагана, поскольку в соответствии с выражением (1) при больших нагрузках происходит некоторое замедление роста сигнала по сравнению с линейной зависимостью. Однако для этой цели, по-видимому, целесообразно использовать модельные эксперименты по растяжению или сжатию образца, поскольку создаваемое при вдавлении по Виккерсу поле напряжений имеет достаточно сложную структуру.

Таким образом, представленные результаты показывают, что совместное использование фототермических и фотоакустических методов позволяет сделать важные выводы о влиянии внутренних напряжений

на теплофизические и термоупругие свойства керамик. Кроме того, они также показывают, что предложенная в работе [17] теория фотоакустического эффекта находится в качественном согласии с экспериментальными результатами для керамики нитрида кремния.

Список литературы

- [1] Pao Y.H., Sachse W. // Physical Acoustics. XVII Academic Press. 1984. P. 61–143.
- [2] Iwaoaka T., Yokogama S., Osaka Y. // Jpn. J. Appl. Phys. 1984. V. 24. N 1. P. 112–113.
- [3] Bowden M., Gardiner D.J. // Appl. Spectrosc. 1997. V. 51. N 9. P. 1405–1409.
- [4] Eigenmann B., Scholtes B., Macherauch E. // Materials and Sci. Eng. 1989. V. A118. P. 1–17.
- [5] Daymond M.R., Bourke M.A.M., Von Dreele R.B., Clausen B., Lorentzen T. // J. Appl. Phys. 1997. V. 82. N 4. P. 1554–1562.
- [6] Ceretti M., Braham C., Lebrun J.L., Bonnafé J.P., Perrin M., Lodini A. // Exp. Techniques. 1996. V. 20. N 3. P. 14–18.
- [7] Горкунов Э.С., Тартачная М.В. // Зав. лаборатория. 1993. Т. 59. В. 7. С. 22–25.
- [8] Чернышев Г.Н., Попов А.Л., Козинцев В.М., Пономарев И.И. Остаточные напряжения в деформируемых твердых телах. М.: Наука, 1996. 240 с.
- [9] Pechersky M.J., Miller R.F., Vikram C.S. // Opt. Eng. 1995. V. 34. N 10. P. 2964–2971.
- [10] Vikram C.S., Pechersky M.J., Feng C., Engelhaupt D. // Exp. Techniques. 1996. V. 20. N 6. P. 27–30.
- [11] Kasai M., Sawada T. // Photoacoustic and Photothermal Phenomena II. Springer Series in Optical Sciences. Springer-Verlag, 1990. V. 62. P. 33–36.
- [12] Burbelo R.M., Gulyaev A.L., Robur L.I., Zhabitenko M.K., Atamanenko B.A., Kryl Ya.A. // J. de Physique. 1994. C 7. V. 4. P. 311–314.
- [13] Zhang H., Gissinger S., Weides G., Netzelmann U. // J. de Physique. 1994. C 7. V. 4. P. 603–606.
- [14] Qian M. // Chinese J. Acoust. 1995. V. 14. N 2. P. 97–106.
- [15] Burbelo R.M., Zhabitenko M.K. // Progress in Natural Science. London and Washington: Taylor & Francis, 1996. Suppl. V. 6. P. 720–723.
- [16] Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е., Квай Г.Х. // Письма в ЖТФ. 1997. Т. 23. В. 5. С. 44–52.
- [17] Муратиков К.Л. // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24. В. 13. С. 82–88.
- [18] Лурье А.И. Нелинейная теория упругости. М.: Наука, 1980. 512 с.
- [19] Гарбер Р.И., Гиндин И.А. // ФТТ. 1961. Т. III. В. 1. С. 176–177.

- [20] *Tam A.C.* // *Rev. Mod. Phys.* 1986. V. 58. N 2. P. 381–431.
- [21] *Глазов А.Л., Мурати́ков К.Л.* // *ЖТФ.* 1987. Т. 57. В. 11. С. 2184–2191.
- [22] *Глазов А.Л., Мурати́ков К.Л.* // *ЖТФ.* 1990. Т. 60. В. 2. С. 164–170.
- [23] *Cantrell J.H., Qian M., Ravichandran M.V., Knowles K.W.* // *Appl. Phys. Lett.* 1990. V. 57. N 18. P. 1870–1872.
- [24] *Rose D.N., Bryk D.C., Arutunian G., Dumar J.E., Slavin M.J.* // *J. de Physique. IV.* 1994. V. 4. C 7. P. 599–602.
- [25] *Mackin T.J., Purrell T.E.* // *Exp. Techniques.* 1996. V. 20. N 2. P. 15–20.