

05.1;08;12

Влияние отжига на поведение фотоакустического и фототермического сигналов от $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiC--TiC}$ керамики с внутренними напряжениями

© К.Л. Муратиков, А.Л. Глазов, В.И. Николаев,
Д.Н. Роуз, Д.Е. Думар

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

Поступило в Редакцию 8 февраля 2001 г.

Методами лазерной сканирующей фотодефлекционной и фотоакустической микроскопии получены изображения зоны индентирования по Виккерсу в $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiC--TiC}$ керамике. Продемонстрирована чувствительность фотоакустического метода с пьезоэлектрическим способом регистрации сигнала к внутренним напряжениям в этом материале. Исследовано влияние отжига $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiC--TiC}$ керамики на фотоакустический пьезоэлектрический сигнал. Зарегистрировано уменьшение фотоакустического пьезоэлектрического сигнала в этой керамике вблизи концов радиальных трещин при увеличении времени отжига.

Фотоакустические и фототермические методы в последнее время находят широкое применение для диагностики дефектов различных типов как в объеме, так и в приповерхностных слоях различных материалов. Подобные методы уже продемонстрировали свою эффективность при детектировании трещин, отслоений, включений посторонних материалов [1]. Наряду с этим в ряде работ рассматривался вопрос о возможности использования фотоакустического метода для регистрации внутренних напряжений [2–5]. Большинство из указанных работ было выполнено на керамиках, индентированных по Виккерсу. При этом, в частности, были зарегистрированы существенные особенности в поведении фотоакустических сигналов вблизи концов радиальных трещин, где осуществляется значительная концентрация внутренних напряжений.

Вместе с тем в выполненных работах не проводилось изучение характера изменения фотоакустического сигнала в этих областях при каких-либо дополнительных внешних воздействиях на объект (изменение температуры, внешней нагрузки и т.п.). Исследование подобных

вопросов могло бы служить непосредственным доказательством связи фотоакустического сигнала с внутренними напряжениями, а также более глубокому выяснению факторов, определяющих эту связь. В рамках сформулированного подхода основной целью данной работы являлось изучение характера изменения фотоакустического сигнала в областях с внутренними напряжениями при отжиге керамики и в первую очередь его поведение в зависимости от времени отжига.

Для экспериментального решения поставленного вопроса в работе использовался комплексный подход, предложенный нами ранее [6]. Подход основан на одновременном применении нескольких фототермических и фотоакустических методов, что позволяет в процессе исследования контролировать независимым образом теплофизические и упругие параметры объекта. Из фототермических методов в данной работе был использован фотодефлекционный метод. Упругие свойства контролировались фотоакустическим методом с пьезоэлектрическим способом регистрации сигнала.

Экспериментальные исследования в данной работе проводились на керамике $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$, изготовленной методом горячего прессования смеси 46.1 vol.% порошка Al_2O_3 , 23.0 vol.% порошка TiC и 30.9 vol.% нитевидных кристаллов SiC. Горячее прессование осуществлялось при температуре 1700–1800°C в атмосфере инертных газов. Керамика имела плотность $3.915 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, что составляло 99% от теоретически максимально возможной плотности, рассчитанной исходя из плотностей, ее составляющих. Средний размер TiC зерен был около $5 \mu\text{m}$, а средний размер зерен Al_2O_3 матрицы составлял $0.3\text{--}1.0 \mu\text{m}$. Средняя длина нитевидных кристаллов SiC, использованных для армирования керамики, составляла $25 \mu\text{m}$ при диаметре около $0.5 \mu\text{m}$.

Поля остаточных напряжений вводились в керамику в результате вдавливания по Виккерсу с использованием нагрузки 98 N. Изображения исследуемого участка керамики получались путем сканирования образца по двум координатам с шагом $2.5 \mu\text{m}$. 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.

Следует отметить, что использованная в данной работе система для фототермической и фотоакустической микроскопии фактически включа-

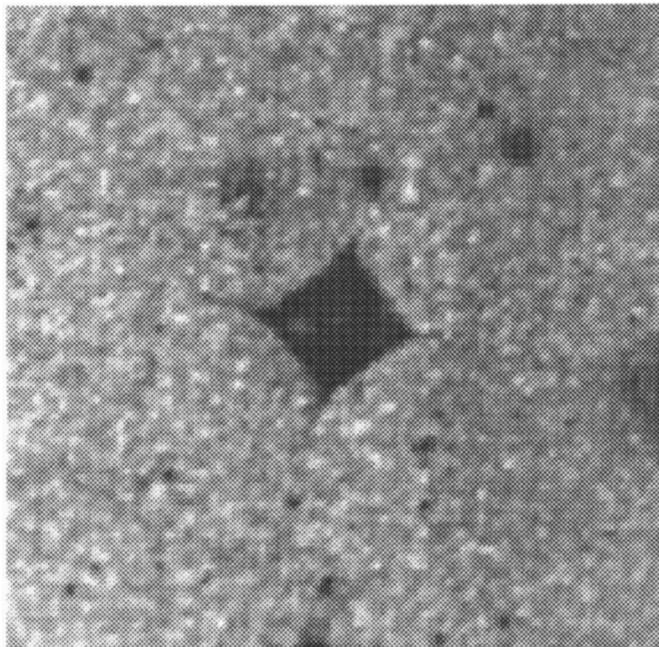


Рис. 1. Изображение области керамики $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ вблизи места индентирования по Виккерсу, полученное методом сканирующей оптической микроскопии. Площадь изображения $400 \times 400 \mu\text{m}^2$.

ет в себя и систему для сканирующей оптической микроскопии, поэтому имеющаяся в нашем распоряжении установка одновременно обеспечивала получение оптических изображений поверхности исследуемого объекта методом сканирующей оптической микроскопии. Формирование изображений в этом случае осуществлялось в результате регистрации отраженного излучения аргонового лазера.

Пример изображения области керамики $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ вблизи места индентирования по Виккерсу, полученного методом сканирующей оптической микроскопии, представлен на рис. 1. В целом это изображение имеет типичную структуру, возникающую в хрупких материалах при индентировании такого типа. Следует отметить одну особенность, присущую изображениям $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамики, полученным методом

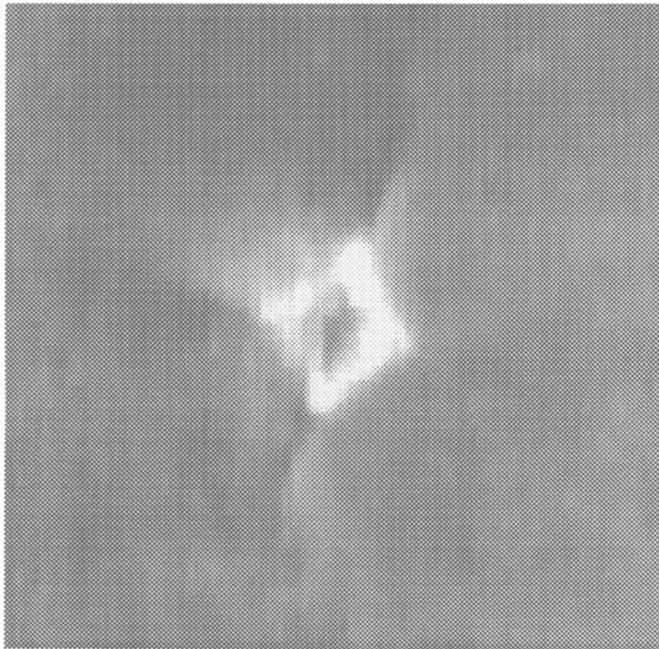


Рис. 2. Фотодефлекционное изображение (амплитуда нормальной составляющей) той же области керамики, что и на рис. 1. Частота модуляции возбуждающего излучения 1.4 kHz.

сканирующей лазерной микроскопии. Характерной чертой этих изображений $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамики является наложение ярко выраженной пятнистой структуры на структуру, присущую индентированным по Виккерсу областям в хрупких материалах. Подобное свойство лазерных оптических изображений $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамики связано с сильным различием оптических свойств зерен керамики. Так, зерна TiC сильно поглощают свет, а две другие компоненты керамики (Al_2O_3 и SiC) практически прозрачны для света видимого диапазона.

Типичное изображение области вблизи зоны вдавливания в исходной $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамике, полученное фотодефлекционным методом, представлено на рис. 2. Видно, что изображение, формируемое с

помощью нормальной компоненты фотодефлекционного сигнала, хорошо воспроизводит структуру подповерхностных боковых и радиальных трещин. Вместе с тем оно имеет структуру, достаточно похожую на структуру фотодефлекционных изображений, полученных нами ранее на керамике нитрида кремния [6–7]. Поскольку в использованном нами диапазоне частот модуляции возбуждающего излучения длины температурных волн $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiC--TiC}$ керамике существенно превышали размеры зерен, то характерная для оптических изображений пятнистая структура на фотодефлекционных изображениях практически отсутствовала. Следует особо отметить, что на полученных фотодефлекционных изображениях также отсутствовали какие-либо особенности вблизи концов радиальных трещин, где концентрируются сильные внутренние напряжения. Таким образом, полученные с помощью фотодефлекционного метода результаты для $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiC--TiC}$ керамики в целом совпадают с результатами для керамики нитрида кремния, для которой ранее нами было показано отсутствие влияния внутренних напряжений на поведение фотодефлекционного сигнала [6–7].

В данной работе этот вывод был дополнительно подтвержден исследованием влияния отжига керамики на поведение фотодефлекционного сигнала. Для этого нами производилась регистрация фотодефлекционных изображений мест индентации после отжига образца при температуре 800°C в течение 8, 16 и 24 ч. В результате подобных экспериментов также не было зарегистрировано какого-либо заметного влияния отжига на фотодефлекционные изображения областей, расположенных вблизи мест индентации по Виккерсу.

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 радиальных трещин, соответствующих сильному увеличению фотоакустического сигнала. Ранее в работе [2] отмечались аналогичные особенности в изображениях зон вдавливания по Виккерсу, полученных методом электронно-акустической микроскопии, а также в работах [6–11], полученных методом фотоакустической микроскопии для керамики нитрида кремния. В этих же работах было отмечено, что яркие области вблизи концов радиальных трещин на фотоакустических изображениях соответствуют зонам остаточных напряжений. Из отсутствия аналогичных особенностей на фотодефлекционном изображении,

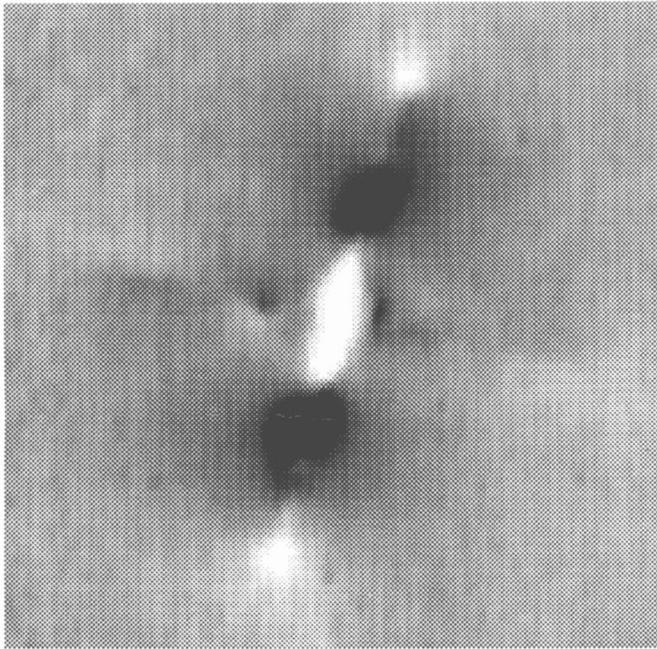


Рис. 3. Фотоакустическое изображение той же области керамики. Частота модуляции возбуждающего излучения 142 кГц.

представленном на рис. 2, можно сделать вывод о том, что внутренние напряжения в $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамике не влияют на ее теплофизические параметры и чувствительность фотоакустического пьезоэлектрического сигнала к внутренним напряжениям определяется главным образом зависимостью от них упругих параметров и коэффициента теплового расширения. Следует отметить, что аналогичная ситуация наблюдалась нами ранее и в керамике нитрида кремния [6–11].

Для более глубокого выяснения связи особенностей фотоакустического сигнала с внутренними напряжениями в данной работе была снята зависимость его величины от времени отжига. Результаты таких измерений для максимальных значений фотоакустических пьезоэлектрических сигналов вблизи концов двух радиальных трещин, нормированных к

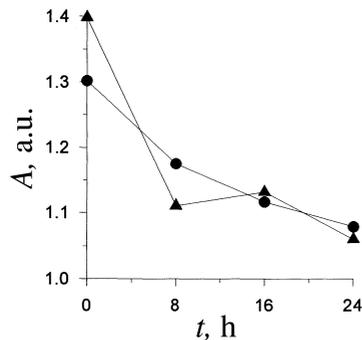


Рис. 4. Зависимость максимальной амплитуды фотоакустического сигнала (A) вблизи концов двух радиальных трещин от времени отжига. Амплитуда нормирована на средний сигнал вдали от области вдавливания.

среднему значению фотоакустического сигнала от образца, представлены на рис. 4. Для минимизации влияния температурных напряжений на процесс роста трещин при проведении отжига температура после его окончания уменьшалась достаточно медленно. Так, в наших экспериментах после отжига при температуре 800°C температура образца уменьшалась со скоростью около 10°C за минуту. Однако поскольку материал вблизи концов трещин находится в существенно неравновесном термодинамическом состоянии [12], то даже слабые температурные напряжения способны оказывать определенное воздействие на процесс роста трещин. С этим обстоятельством, возможно, связано некоторое увеличение фотоакустического сигнала при времени отжига 16 h для одного из концов радиальной трещины. Тем не менее в целом тенденция уменьшения фотоакустического сигнала с увеличением времени отжига из рис. 4 видна достаточно определенно. Представленные экспериментальные данные по поведению фотоакустического сигнала в процессе отжига $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамики находятся в хорошем соответствии с общепринятой точкой зрения о том, что отжиг способствует уменьшению внутренних напряжений [13].

Таким образом, полученные в этой работе экспериментальные результаты показывают высокую чувствительность фотоакустического пьезоэлектрического сигнала к внутренним напряжениям в $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$

керамике. В сочетании с нашими предыдущими измерениями, сделанными на керамике нитрида кремния [6–11], эти результаты подтверждают вывод о том, что фотоакустический пьезоэлектрический метод может быть использован для регистрации внутренних напряжений в твердых телах. Зарегистрированное уменьшение фотоакустического пьезоэлектрического сигнала вблизи концов радиальных трещин с увеличением времени отжига может рассматриваться как еще одно доказательство непосредственной связи фотоакустического пьезоэлектрического сигнала с внутренними напряжениями. При этом данные фотодефлексионных измерений на $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ керамике показывают, что, как и в случае с керамикой нитрида кремния, зависимость фотоакустического пьезоэлектрического сигнала от внутренних напряжений не связана с влиянием напряжений на теплофизические свойства керамики.

Данная работа выполнена при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант 01–01–0855.

Список литературы

- [1] *Rosencwaig A.* // Progress in Photothermal and Photoacoustic Science and Technology. New Jersey: PTR Prentice-Hall, 1994. V. 2. P. 1–23.
- [2] *Cantrell J.H., Qian M., Ravichandran M.V., Knowles K.W.* // Appl. Phys. Lett. 1990. V. 57. N 18. P. 1870–1872.
- [3] *Zhang H., Gissing S., Weides G., Netzelmann U.* // J. de Physique. 1994. C7. V. 4. P. 603–606.
- [4] *Burbelo R.M., Zhabitenko M.K.* // Progress in Natural Science. London and Washington: Taylor & Francis, 1996. Suppl. V. 6. P. 720–723.
- [5] *Jiang F., Kojima S., Zhang B., Yin Q.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1998. V. 37. Part. 1. N 5B. P. 3128–3131.
- [6] *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.
- [7] *Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е.* // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24. В. 21. С. 40–48.
- [8] *Muratikov K.L., Glazov A.L., Rose D.N., Dumar J.E.* // Proc. of the 10th International Conference "Photoacoustic and Photothermal Phenomena". 10ICPPP. (AIP Conference Proceedings 463). Rome, Italy, 23–27 August 1998. P. 187–189.
- [9] *Muratikov K.L., Glazov A.L., Rose D.N., Dumar J.E.* // Proc. of the 3rd International Congress on Thermal Stresses. Thermal Stresses'99. Cracow, Poland, 13–17 June 1999. P. 669–672.

- [10] Муратиков К.Л., Глазов А.Л. // ЖТФ. 2000. Т. 70. В. 8. С. 69–76.
- [11] *Muratikov K.L., Glazov A.L., Rose D.N., Dumar J.E.* // J. Appl. Phys. 2000. V. 88. N 5. P. 2948–2955.
- [12] *Иванова В.С., Баланкин А.С., Бунин И.Ж., Оксогоев А.А.* Синергетика и фракталы в материаловедении. М.: Наука, 1994. 383 с.
- [13] *Чернышев Г.Н., Попов А.Л., Козинцев В.М., Пономарев И.И.* Остаточные напряжения в деформируемых твердых телах. М.: Наука, Физматгиз, 1996. 240 с.