### 10

# Мониторинг накопления повреждений методом акустической эмиссии в процессе механических и температурных деформаций монокристалла парателлурита

© А.С. Мачихин,<sup>1,2</sup> А.Ю. Марченков,<sup>1</sup> Д.В. Чернов,<sup>3</sup> Т.Д. Баландин,<sup>1,3</sup> М.О. Шарикова,<sup>1,2</sup> А.А. Быков,<sup>1,2</sup> Д.Д. Хохлов,<sup>1,2</sup> Я.А. Элиович,<sup>4</sup> Ю.В. Писаревский,<sup>4</sup> А.А. Панькина<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский университет "МЭИ",

111250 Москва, Россия

<sup>2</sup> Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН,

117342 Москва, Россия

<sup>3</sup> Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН,

101990 Москва, Россия

<sup>4</sup> Курчатовский комплекс кристаллографии и фотоники НИЦ "Курчатовский институт",

119333 Москва, Россия

e-mail: art-marchenkov@yandex.ru

Поступило в Редакцию 15 октября 2024 г. В окончательной редакции 6 февраля 2025 г. Принято к публикации 6 февраля 2025 г.

Рассмотрена задача выявления дефектов в монокристаллах парателлурита методом акустической эмиссии. Впервые исследования проведены на кристаллах, конфигурация которых и геометрия акустооптического взаимодействия в которых соответствует применяемой в широко распространенных устройствах — перестраиваемых спектральных фильтрах. Установлено, что высокочастотные акустические сигналы в рабочем диапазоне частот 27–60 MHz такого устройства не оказывают влияние на регистрацию сигналов акустической эмиссии. Предложены и экспериментально подтверждены комплексные критерии, позволяющие по параметрам сигналов акустической эмиссии выявлять моменты возникновения трещин в монокристаллах парателлурита под действием механических напряжений и градиентов температур. Предложенный подход позволяет в режиме реального времени определить фактическое состояние монокристалла парателлурита при воздействии как механических, так и температурных напряжений.

Ключевые слова: деформация, кристалл, парателлурит, акустическая эмиссия, статистическая обработка, амплитудно-частотная характеристика.

DOI: 10.61011/JTF.2025.05.60293.18-25

### Введение

Кристаллические материалы играют ключевую роль в современной оптоэлектронике и находят широкое применение при производстве электронных компонентов, в устройствах связи и навигации, оптоэлектронике и акустооптике, измерительной технике [1]. Постоянно возрастающие требования к надежности функционирования, диапазонам допустимых внешних воздействий, массе и габаритам, предъявляемые к электронным устройствам фотоники и оптоэлектроники, обусловливают возрастание требований к качеству (чистоте, структурной однородности и пр.) монокристаллов, которые зачастую являются их ключевыми компонентами. Все природные и синтезированные монокристаллы и в еще большей степени кристаллиты поликристаллов отличаются от идеальных тем, что содержат различные нарушения структуры. К структурным дефектам кристаллических материалов относят нарушения идеальной трансляционной симметрии кристаллической решетки, которые могут оказывать существенное влияние на их свойства: электропроводность, фотопроводимость, теплопроводность, скорость диффузии, твердость, прочность и пластичность, плотность и др. [2,3].

Промышленное изготовление функциональных элементов на основе кристаллов является сложным многостадийным процессом, требующим применения прецизионных методов выявления нарушений кристаллической структуры, так как степень структурного совершенства кристаллов во многом определяет рабочие характеристики приборов на их основе. Это особенно актуально при производстве устройств, предназначенных для работы в экстремальных условиях или в условиях внешних воздействий, например, при механических нагрузках, при высоких температурах, в электрических полях. Исследования кристаллов в условиях внешних воздействий могут служить моделью для изучения поведения готовых приборов и их компонентов, а также помочь определить их предельные функциональные характеристики.

Развитые к настоящему времени методы диагностики кристаллов, в частности, электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, рентгеновская дифракция и ряд других, позволяют получить информацию о дефектах с атомарным разрешением, однако, как правило, эти методы требуют препарирования образца или же не позволяют исследовать динамику развития дефектной структуры *in-situ*, предоставляя информацию о внутренней структуре исследуемого материала только в один определенный момент времени и не позволяя анализировать динамику развития дефектов от ранней стадии их образования до разрушения кристалла.

Для преодоления этих ограничений перспективным представляется метод акустической эмиссии (АЭ), основанный на анализе характеристик упругих волн при образовании и развитии дефектов [4]. Ранее его эффективность была продемонстрирована на примере исследования образцов кристалла парателлурита TeO<sub>2</sub> [5] — одного из наиболее эффективных акустооптических (AO) материалов в видимом и ближнем инфракрасном (IR) диапазонах, обладающего необычной комбинацией материальных констант и физических свойств и получившего широкое распространение в модуляторах, дефлекторах, спектральных фильтрах и других устройствах [6].

Высокая чувствительность метода АЭ позволяет осуществлять раннюю диагностику повреждений в материале контролируемых изделий. Основываясь на существующих оценках результатов экспериментальных исследований [4], с помощью метода АЭ может быть зарегистрирован процесс подрастания трещины длиной около 1  $\mu$ m и более. Как известно, развитие дефектов (например, распространение трещины) в материале контролируемого изделия сопровождается релаксацией упругой механической энергии, регистрация которой в методе АЭ осуществляется с помощью пьезоэлектрических преобразователей в ультразвуковом диапазоне — обычно в интервале от 30 до 1000 kHz.

Импульс АЭ от подрастания дефекта обладает осциллирующей формой с малым временем нарастания и значительным временем спада, а его обработка в основном проводится по первичным параметрам АЭ амплитуды  $(u_m)$ , длительности  $(t_i)$ , времени нарастания  $(t_{\varphi})$ , количества выбросов  $(N_i)$ . По результатам обработки данных АЭ возможно разделение различных по природе источников акустических сигналов. Разделение, например, сигналов от процессов трения и развития дефекта может осуществляться по значениям  $u_m$  и  $t_i$ . Процессы трения в основном являются источниками низкочастотных импульсов АЭ большой длительности  $t_i$ , а хрупкого разрушения материала — источниками высокочастотных импульсов АЭ большой амплитуды.

Для получения достоверных результатов АЭ мониторинга необходимо использовать современные методы обработки сигналов, основанные на оценке изменения динамики как первичных [7–11], так и комплексных параметров [12–14]. Применение комплексных параметров, например, статистических характеристик функций распределения энергии  $(E_i)$  или усредненной частоты выбросов  $(N_i/t_i)$  регистрируемых сигналов, обусловлено необходимостью повышения устойчивости результатов АЭ диагностики. Как показано в работах [12–14], в

момент образования и развития необратимых повреждений наблюдается изменение параметров распределения энергии и длительности импульсов АЭ, что позволяет получить аналитические зависимости  $E_i(t_i)$  и  $u_m(E_i)$ , которые коррелируют со степенью поврежденности монокристаллов.

В настоящей работе впервые с помощью АЭ исследованы акустооптические ячейки (AOM) из парателлурита, используемые в качестве перестраиваемых спектральных фильтров. Форма кристалла парателлурита, используемого в AOM, и ориентация его осей отличаются от образцов-параллелепипедов [5,15], что позволяет рассматривать условия эксперимента как максимально приближенные (из проведенных до настоящего времени) к реальному функционированию AO устройства.

В качестве образцов использовались АОМ из кристалла TeO<sub>2</sub>, имеющие угол среза  $\gamma = 7^{\circ}$  и угол выходной грани  $\beta = 2^{\circ}$ . Монокристалл помещен в корпус из алюминиевого сплава Д16. На рис. 1 представлен эскиз такого образца. Такая конструкция лежит в основе перестраиваемых АО фильтров наиболее востребованных видимого (450-900 nm) и ближнего IR (900-1700 nm) диапазонов. Данная конфигурация АО фильтров является унифицированной и обеспечивает высокое качество спектральных изображений в широком диапазоне длин волн 450-1700 nm при конфокальной оптической схеме широкоапертурной анизотропной АО дифракции в кристалле TeO<sub>2</sub> [16]. Для обеспечения конкретного спектрального рабочего диапазона АО фильтра необходимо нанесение пьезоэлектрического преобразователя (PES) нужной толщины, электрическое согласование в частотных диапазонах 60–120 MHz (450–900 nm) и 27-60 MHz (900-1700 nm) и просветляющее покрытие входной и выходной оптических граней.

В настоящей работе исследована возможность проведения акустико-эмиссионного мониторинга процесса накопления повреждений в монокристалле парателлурита, используемого в AOM, при воздействии механических и температурных напряжений. Исследования проводили в три этапа.

## Оценка влияния высокочастотного акустического сигнала на параметры регистрируемых импульсов АЭ при диагностике монокристалла парателлурита

На первом этапе проводилась оценка влияния высокочастотного акустического сигнала, подающегося на монокристалл  $TeO_2$  в процессе его эксплуатации, на параметры регистрируемых импульсов АЭ. Схема эксперимента показана на рис. 2.

Высокочастотный акустический сигнал (HF) в диапазоне частот  $f_{ae}$  от 27 до 60 MHz и мощностью 0.5 W подавался на пьезоэлектрический преобразователь (PES), закрепленный на монокристалле парателлурита. Такие



**Рис. 1.** Эскиз используемых образцов АОМ из парателлурита в оправе: PES — пьезоэлектрический преобразователь,  $\gamma$  — угол среза,  $\beta$  — угол выходной грани; [001] и [110] — кристаллографические направления.



**Рис. 2.** Схема возбуждения акустического сигнала в монокристалле парателлурита, установленном в AOM: AES — преобразователь АЭ; HF — высокочастотный акустический сигнал; WG — волновод;  $f_{ae}$  — частота акустического сигнала,  $v_{ae}$  — вектор скорости акустического сигнала.

частоты соответствуют перестройке AO фильтра в диапазоне длин волн 900–1700 nm за счет создания в кристалле динамической объемной дифракционной решетки, которая за счет селективной брэгговской дифракции падающего излучения используется для выделения из светового пучка заданной спектральной составляющей  $\lambda$ .

Регистрация импульсов АЭ осуществлялась с помощью преобразователя АЭ "VS150-RIC" (AES) со встроенным предусилителем с коэффициентом усиления 34 dB, подключенного к системе регистрации и обработки акустических сигналов "Vallen AMSY-6". AOM вместе с AES устанавливались на волновод (WG) — стальную пластину толщиной 8 mm — через слой контактной смазки ("Литол-24") для обеспечения акустического контакта, на расстоянии 30 mm относительно друг друга. Монокристалл парателлурита устанавливался в корпусе АОМ посредством скользящей посадки, что обеспечивало требуемый акустический контакт и простое извлечение монокристалла из корпуса.

При наличии хорошего акустического контакта любое акустическое воздействие на корпус АОМ или монокри-

сталл парателлурита приводит к передаче этих колебаний через волновод к преобразователю акустической эмиссии с некоторой скоростью  $v_{ae}$ . Для проверки акустического контакта между преобразователем акустической эмиссии и объектом контроля на боковой грани AOM проведена генерация импульсов АЭ с помощью имитатора Су-Нильсена (слом грифеля механического карандаша). Максимальная амплитуда зарегистрированных импульсов АЭ от имитатора Су-Нильсена составила  $u_m = 99.2-99.5$  dB, что указывает на низкий уровень затухания акустических сигналов в используемом волноводе.

Для проведения исследования полоса пропускания и порог дискриминации импульсов АЭ были выбраны равными  $\Delta f = 25-850$  kHz и  $u_{th} = 28$  dB = 25.1 mV соответственно. Порог дискриминации — это граничный уровень входного напряжения измерительной аппаратуры, выше которого сигнал оценивают как импульс АЭ, а ниже — как шум. Расчет порога дискриминации импульсов АЭ осуществлялся по условию  $u_{th} \ge u_n + 6$  dB  $(u_{th}$  — порог дискриминации импульсов АЭ,  $u_n$  —



1011



**Рис. 3.** Шумовые реализации, зарегистрированные AES, для случаев: *a* — отсутствия высокочастотного акустического сигнала; *b* — генерации акустической волны в монокристалле в диапазоне *f*<sub>ae</sub> = 27–60 MHz.

максимальная амплитуда шумовых сигналов), регламентированному нормативным документом ПБ 03-593-03. Максимальная амплитуда шумовых сигналов определена по результатам предварительных испытаний и составила  $u_n = 21.6 \, \text{dB}$ , а значение порога дискриминации по приведенному выше условию было выбрано на уровне  $u_{th} = 28 \text{ dB}$ . В ходе эксперимента с помощью преобразователя акустической эмиссии (AES) были зарегистрированы временные реализации шума для двух случаев: при отсутствии внешнего высокочастотного акустического сигнала и при генерации акустической волны в диапазоне частот  $f_{ae} = 27 - 60 \text{ MHz}$  в монокристалле парателлурита. Временные реализации шума в виде зависимости амплитуд акустического сигнала U, регистрируемых AES от времени t для этих двух случаев представлены на рис. 3. Как видно из рис. 3, шумовые реализации длительностью  $t = 4 \,\mathrm{ms}$  не имеют видимых различий.

0.04 0.03 0.02 0.01

 $\begin{array}{c} \Xi & 0 \\ \mathfrak{S} & -0.01 \\ -0.02 \\ -0.03 \\ -0.04 \\ -0.05 \end{array}$ 

0

0.5

МV

Для более детальной оценки корреляции шумовых реализаций проведено сопоставление гистограмм шума для представленных сигналов, показанное на рис. 4. Для численной оценки схожести гистограмм шумовых сигналов проведен расчет коэффициента корреляции, значение которого составило R = 0.9996, что указывает на полное соответствие гистограмм рассмотренных реализаций. Представленные зависимости подтверждают, что зарегистрированные сигналы представляют один и тот же шумовой процесс со схожими



**Рис. 4.** Сопоставление гистограмм шума для случаев отсутствия и наличия высокочастотной акустической волны в диапазоне  $f_{ae} = 27-60$  MHz в монокристалле.

значениями математического ожидания  $x_{OFF} = 0.50 \text{ mV}$ и  $x_{ON} = 0.48 \text{ mV}$  и среднеквадратического отклонения  $s_{OFF} = s_{ON} = 7.5 \text{ mV}$  для случаев отсутствия ("OFF") и генерации ("ON") акустической волны в монокристалле парателлурита. Необходимо отметить, что максимальная амплитуда шумовых сигналов не превышала значения  $u_n = 0.037 \text{ mV} = 31.4 \text{ dB}.$ 

Таким образом, полученные результаты позволили однозначно установить, что высокочастотные акустические



**Рис. 5.** Внешний вид конструкции при испытании сжатием AOM: *1* — квазирезонансные AES "VS150-RIC" с магнитными прижимами, *2* — упоры для предотвращения смещений при нагружении, *3* — AOM из кристалла TeO<sub>2</sub>, *4* — акустический волновод, *5* — плавающий шарнир подвижного пуансона.

колебания в диапазоне частот  $f_{ae} = 27-60$  MHz, подаваемые на монокристалл парателлурита в процессе эксплуатации AOM в AO приборах, не оказывают влияния на принимаемые сигналы AЭ в процессе диагностики. Это позволяет применять метод AЭ в качестве способа мониторинга целостности монокристалла парателлурита непосредственно в AOM в процессе ее эксплуатации в составе AO приборов.

## Диагностика монокристалла парателлурита в акустооптической ячейке (АОМ) методом АЭ при ее механическом нагружении сжатием

Второй этап экспериментальных исследований состоял в статическом сжатии АОМ с установленным в ней монокристаллом парателлурита с применением системы АЭ диагностики. Эксперименты по сжатию проводились на универсальной испытательной машине Instron 5982. Общий вид испытаний представлен на рис. 5. АОМ 3 и два преобразователя АЭ 1, прижатые магнитными держателями, были установлены на поверхность стального волновода в виде массивного металлического основания 4 через слой контактной смазки. Сжатие АОМ осуществлялось верхним подвижным пуансоном с плавающим шарнирным основанием 5. Для уменьшения влияния шумовых сигналов, возникающих в процессе трения верхнего пуансона испытательной машины о поверхность объекта контроля, полоса пропускания цифровых фильтров была выбрана равной  $\Delta f = 95 - 850 \, \text{kHz}.$ 

Деформирование АОМ осуществлялось со скоростью перемещения верхней траверсы испытательной машины 0.01 mm/min Процесс нагружения состоял из двух циклов. Первый цикл нагружения — плавное повышение сжимающей нагрузки до 160 N с последующей разгрузкой необходим для регистрации импульсов АЭ, соответствующих процессу трения элементов конструкции AOM.

Второй цикл нагружения заключается в плавном повышении сжимающей нагрузки до момента регистрации импульсов АЭ, длительность которых превышает значение  $t_i = 10\,000\,\mu$ s. В работе [5] авторами было установлено, что появление в процессе механического квазистатического нагружения монокристалла парателлурита импульсов АЭ с длительностью более  $10\,000\,\mu$ s свидетельствует о появлении в нем необратимых изменений, связанных с формированием дефектов сплошности.

После нагружения указанными двумя циклами проведена оценка первичных параметров зарегистрированных сигналов АЭ в зависимости от уровня приложенной нагрузки. На рис. 6 показаны зависимости амплитуды  $(u_m)$ и длительности  $(t_i)$  импульсов АЭ с наложенной кривой нагружения, где P — сжимающая нагрузка,  $\tau$  — время.

Как показано на рис. 6, *a*, *c*, при нагружении АОМ в рамках первого цикла до P = 23.4 N ( $\tau \le 101.4$  s) импульсов АЭ не зарегистрировано, что указывает на отсутствие процесса накопления повреждений как в монокристалле, так и в корпусе АОМ. При дальнейшем повышении приложенной нагрузки отмечается появление импульсов АЭ, максимальная амплитуда и длительность которых достигала значений 54.3 dB и 9360  $\mu$ s соответственно. Такие значения АЭ параметров характерны для процесса упругопластического деформирования корпуса АОМ [17]. При повышении нагрузки до P = 160 N было зарегистрировано 3 импульса АЭ, каждый из которых по своим параметрам характерен для упругой деформации металла АОМ.

Во время второго цикла нагружения, как следует из рис. 6, b, d, до момента достижения нагрузки P = 10.2 N было зарегистрировано 14 импульсов АЭ. Такое явление обусловлено эффектом Фелисити, состоящим в регистрации импульсов АЭ до момента достижения максимальной нагрузки предыдущего цикла нагружения [18]. Данный эффект проявляется при циклическом нагружении изделия с дефектами, тогда как для бездефектных материалов и образцов в процессе повторного нагружения количество зарегистрированных импульсов АЭ будет крайне мало или равно нулю.

Дальнейшее повышение приложенной нагрузки до P = 147.4 N привело к регистрации импульсов АЭ амплитудой и длительностью 73.8 dB и 13 542  $\mu$ s соответственно. Регистрация высокоамплитудных импульсов большой длительности является одним из критериев идентификации процесса трения берегов развивающейся трещины в монокристалле парателлурита. При достижении P = 276 N максимальная амплитуда и длительность зарегистрированных импульсов АЭ достигали значений 84 dB и 23 900  $\mu$ s соответственно. Дальнейшее повышение приложенной нагрузки могло привести к возникновению магистральной трещины и разрушению монокристалла, поэтому испытание остановили.



**Рис. 6.** Зависимости амплитуды  $u_m(a, b)$  и длительности  $t_i(c, d)$  импульсов АЭ, зарегистрированные при сжатии АОМ на первом (a, c) и втором (b, d) циклах нагружения (красными линиями показаны кривые нагружения, черными маркерами — значения АЭ параметра).

Согласно полученным первичным характеристикам сигналов АЭ — максимальной амплитуде и длительности импульса — в теле монокристалла парателлурита произошло формирование микроповреждений. Для более достоверного выявления процессов образования и развития микроповреждений обработка результатов АЭ мониторинга осуществлялась с использованием методов статистического анализа. В качестве численного параметра было использовано значение высокоуровневого квантиля эмпирических функций распределения ( $F_W^*$ ) длительности импульсов АЭ. Расчет эмпирических функций распределения осуществлялся с помощью скользящего окна размером W = 25 импульсов. Значение функции  $F_W^*$  рассчитывалось по приведенной ниже формуле

$$F_W^*(y) = \frac{1}{W} \sum_{i=1}^W I(X_i < y),$$
(1)

где W — объем выборки (размер оконной функции); I — количество АЭ параметров, удовлетворяющих условию  $X_i < y$ ;  $X_i$  — значение АЭ параметра из выборки  $X = (X_1, \ldots, X_i, \ldots, X_W)$ ; y — пороговое значение АЭ параметра в диапазоне  $y \in [X_{\min}, \ldots, X_{\max}]$ .

На рис. 7 представлена динамика изменения значений квантиля уровня p = 0.85 эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ ( $[t_i]_{p=0.85}$ ), зарегистрированных на втором цикле нагружения АОМ сжатием.



**Рис. 7.** Динамика изменения значений критериального параметра ( $[t_i]_{p=0.85}$ ) при статическом сжатии АОМ с монокристаллом парателлурита с наложенной кривой нагружения "нагрузка P — время  $\tau$  " (красной линией показана кривая нагружения, черными маркерами — значения критериального параметра  $[t_i]_{p=0.85}$ ).

На начальном этапе нагружения  $(P < 102 \,\mathrm{N},$  $\tau < 36 \,\mathrm{s}$ ) значение критериального параметра  $[t_i]_{p=0.85} = 4037 \,\mu$ s. При повышении уровня равно приложенной нагрузки отмечается увеличение значений параметра до  $[t_i]_{p=0.85} = 13\,196\,\mu s$  при нагрузке  $P \approx 150\,\mathrm{N}$  и времени нагружения  $au \approx 41\,\mathrm{s}$ , что указывает на появление процесса трения берегов трещины [5].



**Рис. 8.** Зависимости амплитуды  $u_m(a, b)$  и длительности  $t_i(c, d)$  импульсов АЭ, зарегистрированные при нагреве монокристалла парателлурита в исходном бездефектном (a, c) и поврежденном (b, d) состояниях.

Таким образом, применение статистического параметра АЭ  $[t_i]_{p=0.85}$  позволило определить момент образования трещины в монокристалле парателлурита, находящегося в АОМ, на начальном этапе накопления повреждений.

# 3. Диагностика монокристалла парателлурита методом АЭ под воздействием градиента температур

Третий этап экспериментальных исследований состоял в исследовании монокристалла парателлурита методом АЭ при воздействии градиента температур. Актуальность проводимых исследований обусловлена возникновением температурных градиентов в процессе эксплуатации АО систем [19–21]. Появление температурных градиентов в поврежденных материалах может привести к образованию и развитию дефектов в контролируемых изделиях, а значит, к ухудшению их эксплуатационных характеристик.

Для проведения эксперимента монокристалл парателлурита был извлечен из корпуса АОМ. Испытания состояли в снижении температуры контролируемого изделия до -75 °C, являющейся нижней границей диапазона климатических температур, с последующим естественным нагревом до комнатной температуры. Монокристалл в исходном состоянии (до испытаний сжатием) и после выращивания дефекта на втором этапе исследований (после испытаний сжатием) охлаждали в температурном кабинете LaudaPro погружением в охлажденное до -75°C жидкое силиконовое масло. После охлаждения монокристалл извлекали из масла и располагали через слой контактной смазки на металлическом основании испытательной машины с закрепленными на нем AES "VS150-RIC". В процессе естественного нагрева монокристалла с -75°C до комнатной температуры непрерывно проводили регистрацию возникающих АЭ сигналов. Динамика изменения температуры монокристалла фиксировалась с помощью пирометра каждые 10 s. Полученные результаты были аппроксимированы с помощью эмпирического закона Ньютона-Рихмана и сопоставлены со значениями амплитуды и длительности зарегистрированных импульсов АЭ. Результаты сопоставления АЭ данных, возникающих в монокристалле в исходном состоянии и с выращенным дефектом, представлены на рис. 8.

Как показано на рис. 8, *а*, *с*, при повышении температурных напряжений в бездефектном монокристалле амплитуда и длительность регистрируемых импульсов АЭ не превышает значений 52.8 dB и 2553 µs соответственно. При нагреве до комнатной температуры отмечается резкое снижение амплитуды и длительности регистрируемых сигналов. Такой процесс может быть



**Рис. 9.** Образование магистральной трещины в поврежденном монокристалле парателлурита от воздействия температурных напряжений.

обусловлен снижением температурных деформаций монокристалла, приводящих к его трению о поверхность акустического волновода.

При рассмотрении результатов АЭ мониторинга процесса температурных деформаций поврежденного монокристалла отмечается резкое изменение характеристик потока регистрируемых сигналов. Как показано на рис. 8, b, d, суммарное количество зарегистрированных сигналов снизилось с  $N_{\Sigma} = 33$  до 7 импульсов АЭ, при этом максимальные значения амплитуды и длительности возросли до 98.2 dB и 38 280 µs соответственно. Резкое изменение характеристик регистрируемых импульсов АЭ обусловлено процессом релаксации температурных напряжений при развитии магистральной трещины в монокристалле, образовавшейся в процессе его нагрева (рис. 9). Очевидно, что для монокристалла TeO<sub>2</sub> с трещиной, выявленной ранее методом АЭ, наличие температурного градиента оказалось достаточным для быстрого развития магистральной трещины. В реальных условиях монокристалл с таким дефектом приводит к выходу АОМ из строя.

Для разделения различных по природе источников АЭ проведен расчет спектральных характеристик акустических сигналов, зарегистрированных в процессе нагрева бездефектного и поврежденного монокристалла. С помощью быстрого преобразования Фурье были рассчитаны энергетические параметры спектров импульсов АЭ, а их характерные формы показаны на рис. 10.

На рис. 10, *а* представлена характерная форма импульсов АЭ, возникающих при воздействии температурных напряжений на бездефектный монокристалл парателлурита. Форма такого импульса обладает малым временем нарастания и малой амплитудой. Как показано на рис. 10, *c*, наибольшая амплитуда основных гармоник спектра соответствует частотам f = 102 и 150 kHz (квазирезонансная частота приемного преобразователя). Необходимо отметить, что в процессе трения возникают низкоамплитудные импульсы с характерным низкочастотным спектром [22]. Таким образом, представленный на рис. 10, а импульс АЭ можно отнести к процессу трения монокристалла о поверхность акустического волновода.

Импульс АЭ, возникающий в процессе воздействия температурных напряжений на дефектный монокристалл парателлурита, можно разделить на два временных интервала. Во временном интервале  $t = 0 - 833 \,\mu s$  был зарегистрирован низкочастотный сигнал, характерный для процесса трения. В момент времени  $t = 834 \, \mu s$ отмечается резкое повышение амплитуды импульса АЭ, характерное для процесса образования магистральной трещины в хрупких материалах [23]. Из-за большого объема энергии, возникающей в процессе релаксации термомеханических напряжений, отмечается появление локальных максимумов импульса АЭ, например, в моменты времени t = 1066, 1372, 1644  $\mu$ s и т.д. Регистрация локальных максимумов обусловлена процессом переотражения акустической волны от поверхности монокристалла парателлурита. Необходимо отметить, что наибольшая амплитуда гармоник спектра, представленного на рис. 10, *d* и соответствующая частоте  $f = 102 \,\mathrm{kHz}$ , увеличилась с |H(f)| = 0.003 до 6.88 mV (т.е. более чем на 3 порядка величины). При этом амплитуда гармоники импульса АЭ на частоте  $f = 250 \, \text{kHz}$ увеличилась с |H(f)| = 0.0007 до 0.1 mV (т.е. более чем на 2 порядка величины).

Таким образом, в качестве численной характеристики, используемой для разделения различных по природе источников АЭ, может быть использовано соотношение суммарной амплитуды гармоник акустического сигнала в частотных диапазонах f = [50-150] kHz и [200-300] kHz:

$$\rho = \sum_{f=50 \text{ kHz}}^{f=150 \text{ kHz}} |H(f)| / \sum_{f=200 \text{ kHz}}^{f=300 \text{ kHz}} |H(f)|, \qquad (2)$$

где  $\sum_{f=50 \text{ kHz}}^{f=150 \text{ kHz}} |H(f)|$  — суммарная амплитуда гармоник спектра импульса АЭ в диапазоне частот  $f = [50-150] \text{ kHz}; \sum_{f=200 \text{ kHz}}^{f=300 \text{ kHz}} |H(f)|$  — суммарная амплитуда гармоник спектра импульса АЭ в диапазоне частот f = [200-300] kHz.

Результат сегментации по предложенному критерию  $\rho$  импульсов АЭ, зарегистрированных в дефектном монокристалле в процессе его нагрева, представлен графически на рис. 11. Из рисунка видно разделение акустических сигналов на два сегмента, соответствующих процессам трения (I) и развития магистральной трещины (II) в монокристалле парателлурита, по значениям амплитуды и относительного изменения суммарной амплитуды спектра регистрируемых импульсов АЭ в диапазоне частот f = [50-150] kHz и [200–300] kHz.



**Рис. 10.** Характерные формы (*a*, *b*) и частотные спектры (*c*, *d*) импульсов АЭ, зарегистрированные при воздействии температурных напряжений на бездефектный (*a*, *c*) и дефектный (*b*, *d*) монокристалл парателлурита.



**Рис. 11.** Сегментация импульсов АЭ, соответствующих процессам трения (I) и развития магистральной трещины (II) в монокристалле парателлурита.

Как отмечалось ранее, процесс трения характеризуется низкоамплитудными сигналами с равномерным спектром в области 50–150 kHz. В связи с этим границы сегмента I соответствовали диапазонам  $u_m = 30-60$  dB и  $\rho = 0.01-5$ . Для импульсов АЭ, соответствующих процессу образования и развития магистральной трещины в монокристалле парателлурита, максимальное значение параметра  $\rho$  увеличилось с 3.98 до 15.49. Таким образом, по результатам спектрального анализа импульсов АЭ, возникающих в процессе воздействия температурных напряжений, возможна качественная оценка целостности монокристалла парателлурита.

### Заключение

В работе рассмотрены возможности АЭ мониторинга процесса накопления повреждений в монокристалле TeO<sub>2</sub> при воздействии механических и температурных напряжений. Впервые проведена диагностика методом АЭ реальной акустооптической ячейки, используемой в перестраиваемых спектральных фильтрах.

Установлено, что возбуждение высокочастотных ультразвуковых сигналов в монокристалле парателлурита при его эксплуатации не оказывает влияния на результаты мониторинга АЭ, что подтверждается схожестью гистограмм шумовых сигналов при наличии и в отсутствие высокочастотных сигналов в рабочем диапазоне частот  $f_{ae} = 27-60$  MHz.

По результатам статического сжатия акустооптической ячейки, состоящего из двух циклов нагружения, определены характерные параметры импульсов АЭ. На первом цикле нагружения установлено, что амплитуда и длительность импульсов АЭ, зарегистрированных при деформировании алюминиевого корпуса, не превышают значений 54.3 dB и 9360  $\mu$ s. На втором цикле нагружения по максимальным значениям амплитуды и длительности зарегистрированных импульсов АЭ определен момент возникновения трещины в монокристалле парателлурита. В качестве численного критерия использовалось значение квантиля эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ. По значению [ $t_i$ ]<sub>p=0.85</sub> > 10 000  $\mu$ s определен момент образования

необратимых повреждений в монокристалле парателлурита в процессе нагружения.

На заключительном этапе экспериментов проведено исследование монокристалла парателлурита методом АЭ под воздействием градиента температур. Проведено сопоставление спектральных характеристик импульсов АЭ, регистрируемых в процессе воздействия температурных напряжений, для бездефектного монокристалла и кристалла с дефектом. Предложен численный критерий поврежденности монокристалла парателлурита, основанный на вычислении соотношения суммарных амплитуд гармоник акустического сигнала в частотных диапазонах f = 50-150 kHz и 200–300 kHz.

По результатам проведенных исследований предложен алгоритм проведения контроля акустооптической ячейки методом АЭ, состоящий в механическом нагружении ячейки с последующим расчетом высокоуровневого квантиля эмпирической функции распределения длительности  $[t_i]_{p=0.85}$  и отношения  $\rho$  суммарной амплитуды гармоник спектра импульса АЭ в диапазоне частот f = 50-150 kHz и 200–300 kHz. Предложенный подход позволяет определить фактическое состояние монокристалла TeO<sub>2</sub> при воздействии механических напряжений. Дальнейшим развитием предложенной методики является разработка алгоритмов ранней диагностики процесса накопления повреждений в монокристалле парателлурита по результатам экстраполяции параметров  $\rho$  и  $[t_i]_{p=0.85}$ .

В дальнейшем представляется перспективным применение методов комплексных исследований, которые основаны на одновременном применении нескольких экспериментальных методов для изучения одного образца — широкополосной видеоспектрометрии, АЭ и рентгеновской дифрактометрии. Такие методы в перспективе позволят проводить исследования готовых приборов в условиях, приближенных к реальным условиям эксплуатации.

#### Финансирование работы

Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Соглашения № 075-15-2024-637 от 28.06.2024 г.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] V.V. Dmitriev, G. Gurzadyan, D.N. Nikogosyan. *HandBook* of nonlinear optical crystals (Springer, 1991)
- [2] A. Bain. *Crystal Optics: Properties and Applications* (Wiley, 2019)

- [3] Х.С. Багдасаров, Е.И. Гиваргизов, Л.Н. Демьянец, В.А. Кузнецов, А.Н. Лабочев, А.А. Чернов. Современная кристаллография. Образование кристаллов (Наука, М., 1980), т. 3.
- [4] В.И. Иванов, В.А. Барат. Акустико-эмиссионная диагностика (Спектр, М., 2017)
- [5] А.С. Мачихин, Д.В. Чернов, А.Ю. Марченков, Я.А. Элиович, В.И. Аккуратов, А.А. Панькина, А.А. Хвостов. ФТТ, 65 (11), 2000 (2023). DOI: 10.21883/FTT.2023.11.56556.148
- [6] N. Uchida. Phys. Rev. B, 4, 3736 (1971). DOI: 10.1103/PhysRevB.4.3736
- [7] A.P. Goutzoulis, V.V. Kludzin. Design and Fabrication of Acousto-Optic Devices (CRC Press, Boca Raton, 1994)
- [8] A. Vinogradov, I.S. Yasnikov. Acta Mater., 70, 8 (2014). DOI: 10.1016/j.actamat.2014.02.007
- [9] Z.G. Dong, H. Huang, R.K. Kang. Adv. Mater. Res., 76–78, 404 (2009). DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.76-78.404
- [10] Y.T. Wong, P. Wright, M.E. Aulton. Drug Dev. Ind. Pharm., 14 (15-17), 2109 (1988).
- [11] D. Drozdenko, J. Bohlen, F. Chmelík, P. Lukáč, P. Dobroň. Mater. Sci. Eng. A, 650, 20 (2016).
   DOI: 10.1016/j.msea.2015.10.033
- [12] T.L. Zoltán, L. Daróczi, E. Panchenko, Y. Chumlyakov,
   D.L. Beke. Materials, 13 (9), 2174 (2020).
   DOI: 10.3390/ma13092174
- A. Weidner, A. Vinogradov, M. Vollmer, Ph. Krooß, M.J. Kriegel, V. Klemm, Yu. Chumlyakov, T. Niendorf, H. Biermann. Acta Mater., 220, 117333 (2021).
   DOI: 10.1016/j.actamat.2021.117333
- [14] L. Daróczi, T.Y. Elrasasi, T. Arjmandabasi, L.Z. Tóth, B. Veres, D.L. Beke. Materials, 15 (1), 224 (2022).
   DOI: 10.3390/ma15010224
- [15] A. Machikhin, D. Chernov, D. Khokhlov, A. Marchenkov,
  A. Bykov, Y. Eliovich, I. Petrov, T. Balandin, A. Kren,
  I. Sergeev, Y. Pisarevsky. Materials, 17 (14), 3590 (2024).
  DOI: 10.3390/ma17143590
- [16] V.I. Batshev, A.S. Machikhin, A.B. Kozlov, S.V. Boritko, M.O. Sharikova, A.V. Karandin, V.E. Pozhar, V.A. Lomonov. J. Commun. Technol. Electron., 65 (7), 800 (2020). DOI: 10.1134/S1064226920070025
- [17] А.А. Дмитриев, В.В. Поляков, А.А. Лепендин. Письма о материалах, 8 (1), 33 (2018).
   DOI: 10.22226/2410-3535-2018-1-33-36
- [18] Y. Sun, F. Yu, J. Lu. Lithosphere, 2023 (1), 2773795 (2023). DOI: 10.2113/2023/2773795
- [19] S.N. Mantsevich, E.I. Kostyleva. Ultrasonics, 91, 45 (2019).
   DOI: 10.1016/j.ultras.2018.07.016
- [20] S.N. Mantsevich, O.I. Korablev, Yu.K. Kalinnikov, A.Yu. Ivanov, A.V. Kiselev. Acta Phys. Polonica A, 127 (1), 43 (2015). DOI: 10.12693/APhysPolA.127.43
- [21] S. Tretiakov, A. Kolesnikov, I. Kaplunov, R. Grechishkin, K. Yushkov, E. Shmeleva. Intern. J. Thermophys., 37 (1), Art. Num. 6 (2016). DOI: 10.1007/s10765-015-2017-x
- [22] С.А. Добрынин, Е.А. Колубаев, А.Ю. Смолин, А.И. Дмитриев, С.Г. Псахье. Письма в ЖТФ, 36 (13), 47 (2010).
- [23] D. Triantis, I. Stavrakas, E.D. Pasiou, S.K. Kourkoulis. Forces in Mechanics, 15, 100265 (2024).
   DOI: 10.1016/j.finmec.2024.100265