

## Список литературы

1. Сайфуллин, Р.С. Неорганические композиционные материалы [Текст] / Р.С.Сайфуллин. – М.: Химия, 1983. – 299 с.
2. А.с. 1618778 А1 СССР, МКИ<sup>3</sup> С23 С 4/00. Способ получения покрытий [Текст] / А.П.Алхимов, В.Ф.Косырев, Н.И.Нестерович, А.Н.Папърин (СССР). – №4075078/02, заявл. 06.06.86; опубл. 07.01.91, бюл.№1. – 2с.:ил.
3. Tokarev, A.O. Structure of aluminum powder coatings prepared by cold gas dynamic spraying [Текст] / А.О.Токарев //Met. Sci. Heat Treat. – 1996. – Vol.35, №2. – P.136–139.
4. Вансовская, К.М. Металлические покрытия, нанесенные химическим способом [Текст] / К.М.Вансовская. – Л.: Машиностроение, 1985. – 103 с.
5. А.с. 1545496, СССР, МКИ С 04В 35/46, 35/49. Способ получения конденсаторной керамики на основе титаната бария [Текст] / А.Е.Гелясин, М.Н.Сарасеко, Л.Г.Никитина, И.А.Шкроб, В.В.Михневич, Э.И.Мамчиц (СССР). – № 4325965/23-33; заявл. 09.11.87; опубл. 23.02.90, бюл. № 7. – 1с.

УДК 620.19+534.8+681.7

## О ВОЗМОЖНОСТИ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ И МОНИТОРИНГА ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В КЕРАМИКАХ И МЕТАЛЛАХ МЕТОДОМ ФОТОАКУСТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

Муратиков К. Л., Глазов А. Л.

*Физико-Технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН, С.Петербург*  
[klm.holo@mail.ioffe.ru](mailto:klm.holo@mail.ioffe.ru)

Лазерные фотоакустические (ФА) и термоволновые (ТВ) методы продемонстрировали свою эффективность при решении задач по диагностике состояния именно поверхностных областей твердых объектов. В связи с этим, изучение возможностей использования ФА метода для регистрации внутренних напряжений вызывает значительный интерес. Дополнительный интерес к использованию этого метода связан с его высоким пространственным разрешением и возможностью бесконтактных способов регистрации сигналов. Первые попытки использования ФА метода для регистрации внутренних напряжений были предприняты более 10 лет назад. К сожалению, полученные в этих работах результаты носили, в основном, демонстрационный характер. В них не было предложено системного подхода к изучению ФА эффекта в напряженных материалах, а также не были разработаны теоретические модели этого эффекта. В результате, в опубликованных работах не были выяснены потенциальные возможности метода; они не смогли привлечь внимание специалистов, занимающихся вопросами диагностики внутренних напряжений, и не получили должного продолжения. В связи с этим, для выяснения принципиальных особенностей ФА эффекта в напряженных материалах на протяжении последних лет нами были выполнены систематические экспериментальные и теоретические исследования этого эффекта. Некоторые из полученных результатов представлены в данной работе.

В работах [1–3] была разработана теория ФА эффекта в напряженных материалах. Большинство ФА экспериментов проводится в квазистатических условиях, когда длина тепловых волн меньше длины акустических волн. В этом случае справедливо квазиста-

тическое приближение, и формирование ФА изображений происходит, в первую очередь, за счет неоднородностей приповерхностных термоупругих свойств материала. Следует отметить, что для большинства материалов квазистатическое приближение справедливо вплоть до относительно высоких частот порядка 1 ГГц. При работе в этом диапазоне частот ФА изображения объекта, в соответствии с полученными теоретическими результатами, будут формироваться, главным образом, термоупругими волнами из-за низкой разрешающей способности изображений, формируемых акустическими волнами [2].

В рамках теории возмущений нами было показано, что ФА сигнал от неоднородных объектов условия квазистатического приближения определяется выражением

$$\Delta V(\omega) = C \int dx' \int dy' \gamma_1(x', y', 0) \Delta T^{(0)}(x', y', 0, \omega), \quad (1)$$

где  $C$  – некоторый коэффициент, зависящий от параметров пьезодатчика,  $\gamma_1$  – коэффициент термоупругой связи образца, описывающий его неоднородные термоупругие свойства;  $\Delta T^{(0)}$  – модуляция температуры поверхности образца возбуждающим лазерным излучением,  $\omega$  – частота модуляции возбуждающего лазерного излучения.

Выражение (1) может быть использовано для интерпретации данных ФА микрокопии, касающихся неоднородностей различных типов. Выражения типа (1) показывают, что полученные нами ФА изображения определяются, главным образом, неоднородностями константы термоупругой связи изучаемого объекта. В рамках данной работы оно используется для анализа особенностей поведения ФА сигналов в напряженных участках керамики вблизи концов медиальных или радиальных трещин, образующихся при индентации по Виккерсу. В этом случае выражение (1) для ФА сигнала вблизи концов вертикальных трещин может быть преобразовано к виду

$$\Delta V(\omega) = A \frac{2}{\sqrt{2\pi r}} \left[ \left( K_I^{(0)} + K_I^{(1)} \sin^2 \phi \right) \cos \frac{\theta}{2} - K_{II}^{(1)} \sin \phi \cos \phi \sin \frac{\theta}{2} \right], \quad (2)$$

где  $A$  – некоторый коэффициент пропорциональности,  $K_I^{(0)}$  – коэффициент интенсивности напряжений, характеризующий внутренние напряжения вблизи концов радиальных трещин, создаваемых при индентировании;  $K_I^{(1)}$  и  $K_{II}^{(1)}$  – коэффициенты интенсивности напряжений, характеризующие поведение полей напряжений под воздействием внешних нагрузок,  $r$  – расстояние от конца трещины до точки наблюдения,  $\phi$  – угол между направлением трещины и направлением действия внешней нагрузки,  $\theta$  – угол между направлением трещины и направлением на точку наблюдения.

Выражение (2) описывает особенности поведения ФА сигнала вблизи концов вертикальных трещин с учетом внутренних и внешних напряжений, действующих на трещину. При этом первое из слагаемых описывает действие нормальных напряжений, а второе – касательных. Для проверки приведенной модели формирования ФА сигнала вблизи концов радиальных трещин было выполнено сравнение теоретических результатов, следующих из выражения (2), с экспериментальными данными, полученными из ФА изображений мест индентации по Виккерсу в керамиках.

В данной работе экспериментальные исследования были выполнены на композиционной керамике  $Al_2O_3-SiC-TiC$ . В ходе исследований были получены ФА изображения как непосредственно самих отпечатков по Виккерсу, так и областей, прилегающих к ним [4, 5]. Пример такого ФА изображения показан на рис. 1.

Следует отметить, что поля внутренних напряжений захватывают и другие области, расположенные вблизи места индентации. Однако они характеризуются существенно более сложной структурой, обусловленной, в частности, наличием подповерхност-

ных боковых трещин, поэтому в наших работах анализ поведения ФА сигналов для этих областей специально не производился.

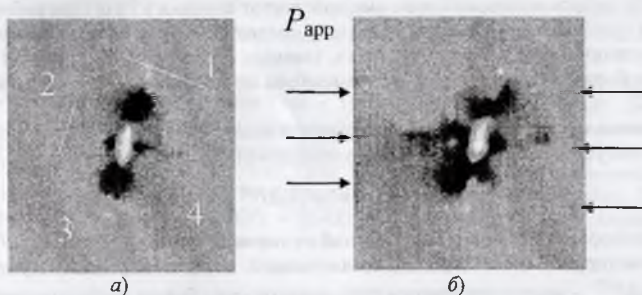


Рис.1. Фотоакустическое пьезоэлектрическое изображение области индентации в керамике  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$ . Размер изображения  $480 \times 500 \text{ мкм}^2$ . Частота модуляции возбуждающего излучения 142 кГц. а) – без нагрузки, б) – под нагрузкой 170 МПа.

Во всех ФА экспериментах в качестве лазера накачки использовался аргоновый лазер ЛГН-503, излучение, которого модулировалось в диапазоне частот от 100 Гц до 150 кГц и фокусировалось на поверхность объекта в пятно с радиусом около 1 мкм. Формирование ФА изображений образца осуществлялось путем его сканирования по двум координатам с шагом 2,5 мкм. Регистрация ФА сигналов производилась с помощью пьезоэлектрического преобразователя, подсоединенного к образцу.

Из рис.1 видно, что под действием внешнего напряжения происходит трансформация ФА изображения. Нами было детально теоретически и экспериментально проанализировано поведение ФА сигналов для радиальных трещин, ориентированных почти перпендикулярно (трещины 1 и 3) или параллельно (трещины 2 и 4) к направлению действия внешнего напряжения. Отметим, что для трещины 1 угол  $\phi \approx 75^\circ$ , а для трещины 4  $\phi \approx 17^\circ$ . При этом для трещин 1 и 3 внешняя нагрузка создает почти нормальное сжимающее напряжение, а для трещин 2 и 4 – сдвиговое.

На рис.2 представлено теоретическое и экспериментальное поведение ФА сигналов вблизи концов трещин 1 и 2, ориентированных указанным образом по отношению к направлению действия внешнего напряжения. Из рис.2 видно, что оба случая хорошо описываются выражением (2). Кроме того, в этой работе было показано, что данные ФА экспериментов для  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-TiC}$  керамики дают хорошее количественное соответствие между коэффициентами интенсивности напряжений, определяющими воздействие на трещину внутренних и внешних напряжений. Поведение ФА сигналов представлено вдоль линий, проходящих через концы трещин 1 и 2 перпендикулярно их направлению и указанных на рис.1.

Из рис.2 видно хорошее соответствие экспериментальных и теоретических результатов для поведения ФА сигналов вблизи концов трещин 1 и 2 под действием внешних напряжений. Кроме того, видно, что вблизи концов трещин 1 и 3 при приложении нагрузки происходит уменьшение ФА сигнала. Подобное поведение ФА сигнала связано с частичной компенсацией внутренних растягивающих напряжений, действующих вблизи концов трещин, внешним сжимающим напряжением.

Как уже отмечалось, трещины 1 и 2 расположены специальным образом относительно внешнего напряжения. В связи с этим, нами были проведены эксперименты для других отпечатков по Виккерсу, у которых трещины, располагались под некоторым уг-



лом относительно направления действия внешней нагрузки. Для них было характерно произвольное соотношение вкладов нормальных и касательных напряжений в ФА сигнал. Следует отметить, что и в этом случае наблюдалось достаточно хорошее соответствие экспериментальных и теоретических результатов.

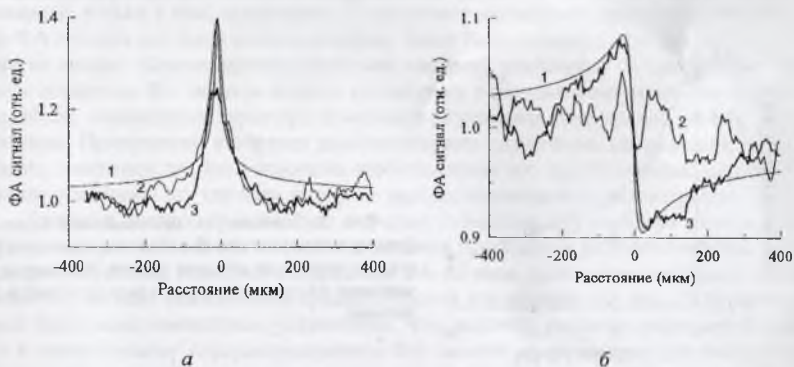


Рис. 2. Поведение ФА сигнала вдоль направлений, указанных на рис. 1. Частота модуляции возбуждающего излучения 142 кГц. а – для трещины 1, б – для трещины 2. Кривые 1 соответствуют теоретическим расчетам, 2 – исходному состоянию, 3 – состоянию под нагрузкой.

Таким образом, выполненные исследования показали возможность использования рассматриваемой модели для интерпретации экспериментальных данных при различной ориентации радиальных трещин в керамиках относительно направления действия внешнего напряжения. Следует также отметить, что поскольку в выражение (2) входят коэффициенты интенсивности напряжений различных типов, то ФА измерения могут быть использованы для определения их относительных значений.

Для выяснения связи особенностей ФА сигналов с внутренними напряжениями нами также были выполнены исследования по влиянию нагрузки индентации и времени отжига на величину ФА сигналов вблизи концов радиальных трещин. В этих исследованиях было установлено, что при небольших нагрузках на индентор с ее увеличением происходит рост ФА сигнала, однако, начиная с некоторого ее значения, наблюдается замедление его роста, а затем и насыщение зависимости ФА сигнала от нагрузки. Подобное поведение ФА сигнала соответствует достижению напряжением вблизи конца трещины напряжения разрушения для керамики.

В другой серии экспериментов было исследовано влияние времени отжига на ФА сигнал [6]. Были исследованы изменения ФА сигнала вблизи концов радиальных трещин в керамике  $Al_2O_3-SiC-TiC$  в процессе ее отжига, который производился при температуре 800 °С. В качестве примера на рис. 3 приведен характер изменения максимального значения ФА вблизи концов двух трещин при отжиге.

В соответствии с рис. 3, происходит сильное уменьшение ФА сигнала с увеличением времени отжига. При этом после 24 часов отжига ФА сигнал находился на уровне примерно 10 % от исходного значения. Следует отметить, что как в экспериментах с изменением нагрузки индентации, так и с увеличением времени отжига, наряду с ФА изображениями, были получены термоволновые изображения тех же областей. При этом на них не было зарегистрировано каких-либо существенных изменений термоволновых сигналов вблизи концов трещин. Таким образом, полученные результаты с од-

ной стороны продемонстрировали сильное влияние нагрузки индентации и времени отжига на поведение ФА сигналов в областях с сильными внутренними напряжениями, а с другой стороны показали, что для исследованных керамик эти особенности поведения ФА сигналов не связаны с изменением протекающих в них теплофизических процессов.

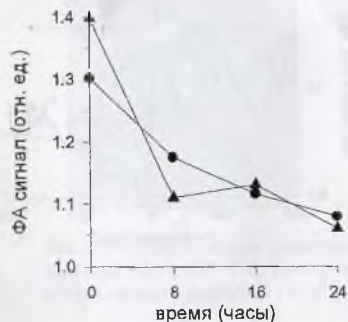


Рис. 3. Зависимость максимальной амплитуды фотоакустического сигнала вблизи концов двух радиальных трещин от времени отжига. Амплитуда нормирована на средний сигнал вдали от области вдавливания.

Наряду с изучением ФА эффекта в напряженных хрупких материалах, вызывает большой интерес его исследование в пластичных материалах, в частности, в металлах. В связи с этим, в данной работе был выполнен ряд экспериментов с использованием ФА микроскопии для получения изображений участков металлов с внутренними напряжениями [7]. Локализованные внутренние напряжения вводились в металлы индентированием по Виккерсу. При этом в ходе ФА экспериментов также использовалась дополнительная возможность, приложения к изучаемому объекту заданных внешних механических напряжений. На рис. 4 в качестве примера приведены ФА изображения областей в наноникеле, индентированном по Виккерсу.

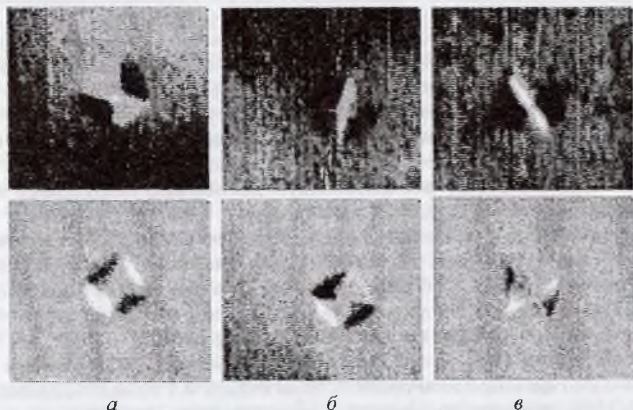


Рис. 4. Фотоакустические изображения трех областей наноникеля вблизи места индентирования после снятия внешней нагрузки. Верхний ряд — амплитуда сигнала, нижний ряд — фаза сигнала. Область сканирования  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ . Частота модуляции света — 142 кГц. *а* — соответствует начальному состоянию, *б* — действию сжимающего напряжения 57 МПа, *в* — конечному состоянию.

Анализ подобных изображений показывает, что на них имеются две характерные зоны. Одна из них захватывает участки, расположенные вблизи отпечатка, а вторая соответствует его внутренней области.

В первом случае нами было показано, что при наличии вблизи отпечатка полей, связанных только с ним, выражение (1) позволяет достаточно хорошо описать поведение ФА сигнала вне зоны индентирования. Нами было показано, что ФА сигнал в этой области падает обратно пропорционально квадрату расстояния от центра отпечатка. Такое поведение ФА сигнала хорошо согласуется с результатами современной теории упругости, касающихся характера изменения внутренних напряжений вблизи зон индентации. Присутствие в образце дополнительных внутренних напряжений, обусловленных, например, технологическими особенностями его приготовления, может существенно усложнить эту картину, и их учет требует специального рассмотрения.

Большой интерес представляет изучение поведения ФА сигналов внутри индентированных участков. В соответствии с нашими последними результатами для них характерны серьезные аномалии в поведении ФА сигнала, связанные с сильными изменениями ФА сигнала относительно среднего уровня для образца (см. рис. 4). В частности, нами было экспериментально установлено, что действие внешних напряжений приводит к значительному перераспределению ФА сигнала на различных диагоналях отпечатка по Виккерсу. При этом после снятия внешней нагрузки ФА изображения области индентации могут почти полностью возвратиться к своему исходному виду при действии относительно небольших внешних напряжений или отрелаксировать к некоторому новому состоянию при более значительных напряжениях. В этих условиях для объяснения подобных трансформаций ФА изображений в металлах необходимо, по-видимому, дополнительно учитывать пластические деформации. К сожалению, теория ФА эффекта в напряженных металлах с учетом пластических деформаций в настоящее время еще не разработана.

Вместе с тем полученные экспериментальные результаты показывают возможность дальнейшего развития методов, основанных на совместном использовании ФА микроскопии и методов индентирования, для детектирования внутренних напряжений в керамиках и металлах. Достоинствами ФА метода наряду с высоким пространственным разрешением смогут стать такие его положительные стороны, как отсутствие возмущений, отсутствие необходимости специальной подготовки поверхности объекта, возможность зондирования приповерхностных слоев с заданной глубиной, определяемой длиной температурных волн.

*В заключение авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку данной работы в рамках проекта 06-02-17148.*

#### **Список литературы**

1. Muratikov K.L., Glazov A.L., Rose D.N., Dumar J.E. J. Appl. Phys. 2000. V.88. N5. P.2948 - 2955.
2. Муратиков К.Л. Письма в ЖТФ. 2004. Т.30. №22. С.58 - 64.
3. Муратиков К.Л., Глазов А.Л. ЖТФ. 2000. Т.70. №8. С.69 - 76.
4. Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е. Письма в ЖТФ. 2002. Т.28. №9. С.48 - 57.
5. Муратиков К.Л., Глазов А.Л. ЖТФ. 2003. Т.73. №8. С.90 - 97.
6. Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е. Письма в ЖТФ. 2001. Т.27. №12. С.33 - 41.
7. Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Николаев В.И. Письма в ЖТФ. 2005. Т.31. №16. С.19 - 25.