

## АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ВНЕДРЕНИИ ИНДЕНТОРА В КЕРАМИКУ $MgAl_2O_4$

© 2020 г. А. Г. Кадомцев<sup>1</sup>, Е. В. Гольева<sup>2, 3</sup>, А. А. Дунаев<sup>2</sup>, М. Ф. Кириенко<sup>1</sup>,  
А. Б. Синани<sup>1</sup>, Л. В. Тихонова<sup>1</sup>, А. Е. Чмель<sup>1, \*</sup>, И. П. Щербаков<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, ул. Политехническая, 26,  
Санкт-Петербург, 194021 Россия

<sup>2</sup>Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова, ул. Бабушкина, 36,  
Санкт-Петербург, 199053 Россия

<sup>3</sup>Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, ул. Политехническая, 29,  
Санкт-Петербург, 195251 Россия

\*e-mail: [chmel@mail.ioffe.ru](mailto:chmel@mail.ioffe.ru)

Поступила в редакцию 11.11.2019 г.

После доработки 05.12.2019 г.

Принята к публикации 05.02.2020 г.

Записаны временные серии импульсов акустической эмиссии при повреждении поверхности керамики  $MgAl_2O_4$  внедрением пирамиды Виккерса. По данным частотного анализа излученного звука оценено соотношение размеров внутри- и межкристаллитных микротрещин в зависимости от нагрузки на индентор. Статистический анализ показал, что распределение энергии в акустических импульсах всегда было случайным, типичным для некоррелированного развития разрушения.

**Ключевые слова:** керамика, алюмомагниева шпинель, индентирование, ударное нагружение, акустическая эмиссия

DOI: 10.31857/S0132665120030051

### ВВЕДЕНИЕ

Керамика из алюмомагниева шпинели (АМШ) является синтетическим материалом с кубической структурой, которая обладает высокой химической стойкостью и исключительными механическими свойствами [1] – высокой механической прочностью, износостойкостью на истирание, устойчивостью к аэродинамическому удару при переходе к сверхзвуковой скорости [2]. Она находит применение для изготовления индивидуальных средств защиты людей и оборудования от точечных механических воздействий. Ввиду отсутствия двулучепреломления и прозрачности в широкой спектральной области (0.2–5 мкм), АМШ применяется для создания защитных экранов оптических приборов на летательных аппаратах [3, 4], где они подвергаются ударам твердых пылевых частиц и атмосферных осадков.

В зависимости от области применения и способа получения керамики АМШ могут иметь контролируемую пористость [5, 6] для, например, использования в установках фильтрации жидкостей, либо демонстрировать при механических испытаниях очень высокую плотность, близкую к плотности монокристалла [7]. В работе [8] было показано, что широкое разнообразие физико-механических свойств керамики АМШ в настоящее время может быть достигнуто вариацией параметров в рамках одного золь–гель метода. Во всех вышеуказанных работах [5–8] отмечено преимущество использования на-

нопорошков в качестве прекурсоров для получения керамик АМШ, связанное, в первую очередь, с образованием кристаллической фазы  $MgAl_2O_4$  при пониженных температурах в отличие от их крупнодисперсных аналогов.

В настоящей работе методом акустической эмиссии (АЭ) исследован процесс зарождения и развития микротрещин в АМШ при внедрении пирамиды Виккерса. Благодаря “замедленному” механическому воздействию, индентирование позволяет проследить микроструктурные изменения с высоким временным разрешением, доступном для АЭ [9].

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исходные порошки АМШ были синтезированы методом гидролиза двойного изопропилата магния-алюминия [10], средний размер частиц составлял 50 нм, порошки были слабо агломерированы. Керамические образцы  $\varnothing$  36 мм изготовлены методом одноосного горячего вакуумного прессования в графитовой пресс-форме при температуре 1550°C и давлении 35 МПа в течение часа, их толщина после шлифования и полирования составляла 2 мм. В качестве спекающей добавки использовался порошок LiF (1 мас. %)

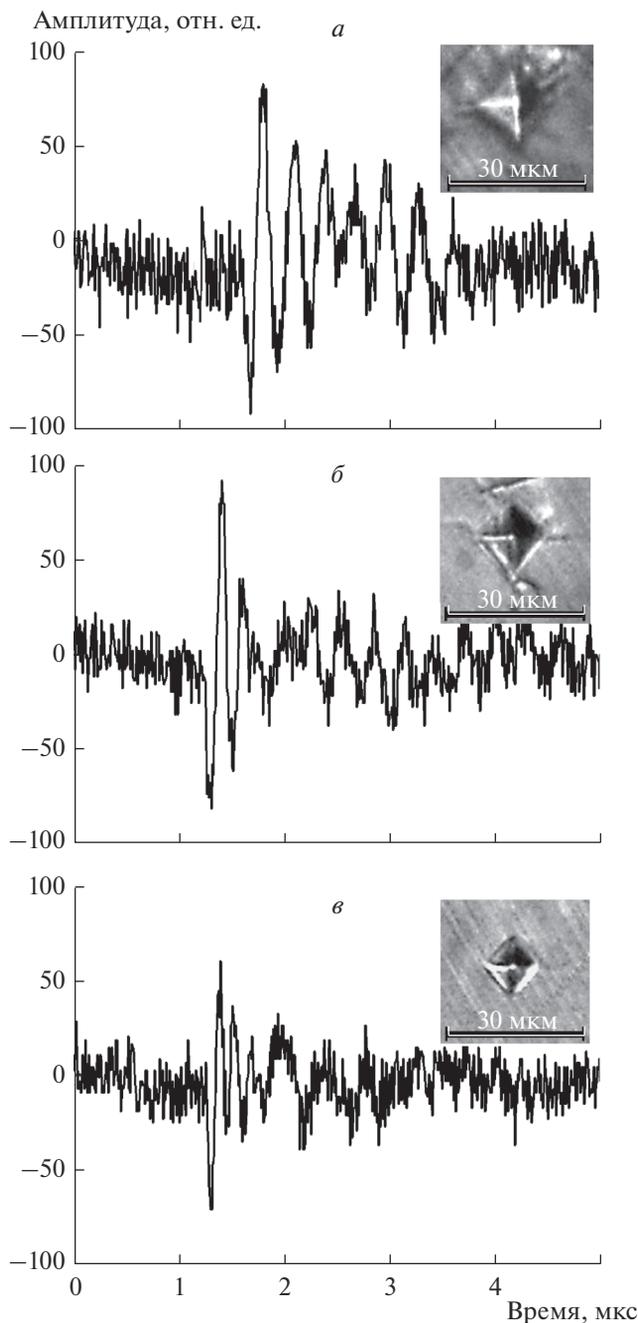
Пирамида Виккерса внедрялась в материал под нагрузкой от 0.5 до 2 Н; формирование отпечатка вызывало генерацию акустических сигналов, которые регистрировали пластиной из высокочувствительной пьезокерамики  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ , закрепленной на образце парафиновой мастикой. Временные серии импульсов АЭ поступали на вход аналогово-цифрового преобразователя АСК-3106 и в цифровой форме сохранялись в компьютере. Сигналы акустической эмиссии подвергали низкочастотной цифровой дискриминации на уровне 100 кГц, чтобы отделить шум колебаний элементов экспериментальной установки. Для исследования микроструктуры керамик АМШ использован сканирующий электронный микроскоп Zeiss SUPRA 55-VP.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены развертки сигналов АЭ, эмитированные при внедрении пирамиды Виккерса под различной нагрузкой. Можно видеть, что генерация звука происходила лишь на начальном этапе индентирования в течение нескольких микросекунд, тогда как продолжительность внедрения составляла 2 с. Этот результат качественно совпадает с данными [11]. После наноиндентирования образцов АМШ на электронных микрофотографиях были обнаружены признаки пластической деформации, но видимых следов трещин не наблюдалось.

Амплитуда сигнала характеризует количество возникших микротрещин, а линейный размер трещин обратно пропорционален его частоте. Амплитудно-частотные характеристики (АЧХ) серий импульсов АЭ показаны на рис. 2. Амплитуды колебаний зависят от величины нагрузки, приложенной к индентору. При нагрузках на индентор 2 Н и 1 Н в развертках АЧХ проявляются полосы на частоте 3.5 МГц и широкая полоса с максимумом в области 20 МГц. При нагрузке на индентор 0.5 Н на развертке АЧХ появился только более низкочастотный пик.

Частоты отдельных сигналов АЭ обратно пропорциональны длинам образовавшихся трещин, а положение максимумов полос в развертках АЧХ отвечает их характерным размерам. Отношение частот полос  $20/3.5 \cong 5$  при нагрузках на индентор 2 Н или



**Рис. 1.** Сигнал АЭ при внедрении пирамиды Виккерса под нагрузкой 2 (*a*), 1 (*б*) и 0.5 (*в*) Н. Отсчет времени начинается от момента касания поверхности образца. Фотографии отпечатков пирамиды показаны во врезках.

1 Н показывает, что в образце возникали две группы трещин с примерно 5-кратным различием в их линейном размере.

Поликристаллическая структура керамики хорошо видна на микроэлектронной фотографии поверхности образца (рис. 3), которая дает представление о размерах зерен.

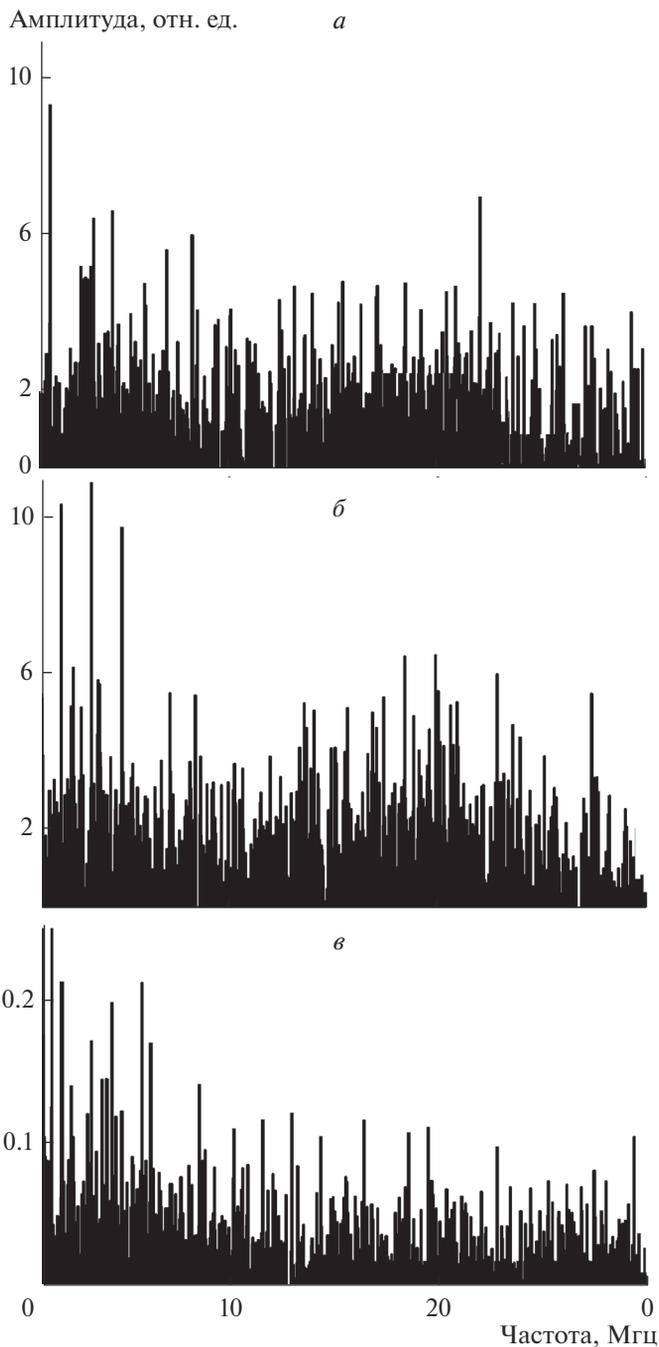


Рис. 2. АЧХ сигналов АЭ, показанных на рис. 1; *a–в* как на рис. 1.

Не наблюдается выделенных фракций кристаллов, которые различались бы в 5 раз, преимущественный размер трещин лежит в пределах 3–7 мкм. По-видимому, наличие двух характерных размеров в ансамбле микротрещин, образовавшихся при инденти-

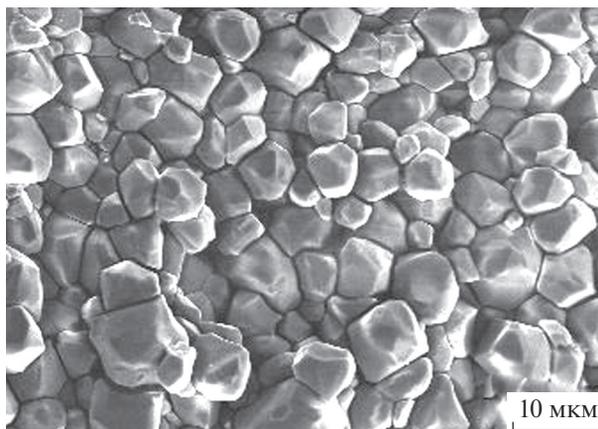


Рис. 3. Микрорельеф поверхности керамического образца АМШ.

ровании под нагрузками 2 Н и 1 Н, может быть вызвано различной локализацией повреждений. В данном случае можно предположить, что высокочастотный пик принадлежит разрушенным кристаллам, а низкочастотный — трещинам между кристаллами.

Частота акустического отклика при формировании трещины зависит не только от ее размера, но и от формы и размера пьезодатчика на образце, что делает малонадежным определение абсолютных величин трещин непосредственно из данных АЧХ [12]. Оценка типичных размеров была сделана исходя из того, что трещины ограничены границами кристаллов (3–7 мкм), а 5-кратное соотношение частот пар полос в развертках АЧХ (рис. 2) указывает на приблизительный пробег растущей трещины в 20–30 мкм.

Пары частот максимумов АЧХ при различных нагрузках оказались близки (рис. 2). При нагрузке 0.5 Н в АЧХ присутствовал единственный пик, отвечающий протяженным, растущим по межкристаллитным границам, микротрещинам.

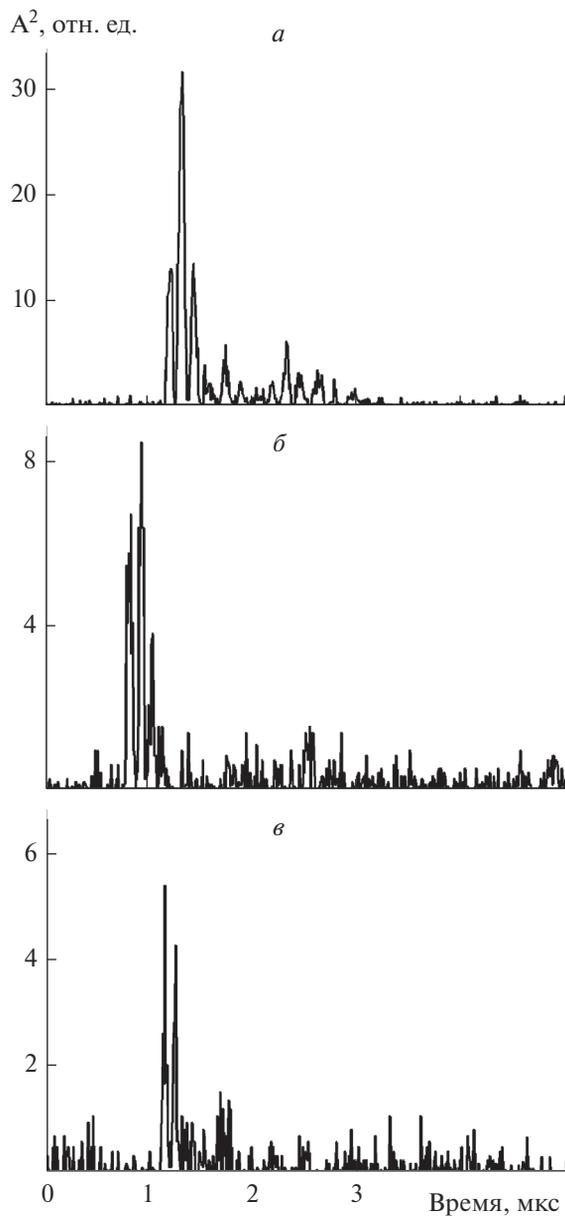
Характер разрушения проявляется не только в размере вновь возникающих трещин, но и в особенностях распределения энергии, выделяющейся при их формировании. Энергия образования одиночной трещины,  $E$ , пропорциональна квадрату амплитуды сигнала АЭ:  $E \propto A^2$ . На рис. 4 показаны временные развертки выделения энергии при различной нагрузке.

На рис. 5 приведены распределения импульсов АЭ в зависимости от энергии в импульсе в виде зависимостей  $N(E > \epsilon)$  от  $\epsilon$ , где  $N$  — число импульсов, энергия которых  $E$  выше некоторой пороговой величины  $\epsilon$ , которая принимает последовательно значения энергии во всех зарегистрированных импульсах АЭ (горизонтальная координата). Число импульсов, энергия которых  $E$  превышает текущее значение  $\epsilon$ , откладывается по вертикальной оси. Распределения построены в полулогарифмическом масштабе, в котором зависимость  $N$  от  $\epsilon$  проявилась отрезком прямой, соответствующей соотношению:

$$\lg N(E > \epsilon) \propto -aE. \quad (1)$$

Освобождаясь от логарифма, получаем выражение (1) в экспоненциальной форме:

$$N(E > \epsilon) \propto \exp(-aE). \quad (1a)$$



**Рис. 4.** Временные серии импульсов АЭ при нагрузках на индентор 2 (*a*), 1 (*б*) и 0.5 (*в*) Н. Величина  $A^2$  пропорциональна энергии импульса  $E$ .

Экспоненциальный закон распределения энергии сигналов АЭ указывает на случайный характер образования микротрещин, в котором параметр  $a$  (наклон прямых) отражает относительный вклад “больших” и “малых” событий в процесс накопления дефектов: чем меньше  $a$ , тем больше выделение энергии.

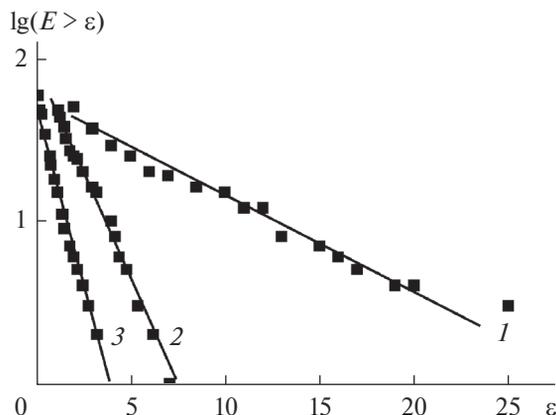


Рис. 5. Распределения энергии в импульсах при нагрузках на индентор 2 (1), 1 (2) и 0.5 Н (3). Прямые линии отвечают уравнению (1).

При уменьшении нагрузки на индентор не только падает пиковая выделенная акустическая энергия (рис. 4), но также возрастает наклон прямых  $N$  от  $\varepsilon$  (рис. 5), т.е. происходит перераспределение трещинообразования в пользу количества энергетически более мелких событий разрушения. Это согласуется с отсутствием накопления внутрикристаллитных трещин (разрушение которых более энергетически затратно) при нагрузке 0.5 Н.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По данным метода акустической эмиссии, при внедрении в керамику  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  пирамиды Виккерса генерация трещин происходит лишь в течение первых 4–6 мкс после касания поверхности. Дальнейшее формирование отпечатка происходит без эмиссии звука, то есть путем пластической деформации (полное время индентирования составляло 2 с). Амплитудно-частотный анализ временных серий акустических сигналов, показал наличие двух характерных размеров трещин, что предположительно отнесено сосуществованием внутри- и межкристаллитных трещин, размер которых различается примерно в пять раз.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-08-00359 а).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ganesh I. A review on magnesium aluminate ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) spinel: synthesis, processing and applications // Intern. Mater. Rev. 2013. V. 58. № 2. P. 63–112.
2. Сенина М.О., Лемешев Д.О. Способы синтеза порошков алюмомагниевого шпинели для получения оптически прозрачной керамики (Обзор) // Успехи в химии и химич. технол. 2016. Т. 30. № 7. 101–103.
3. Ramisetty M., Sastri S., Kashalikar U., Goldman L.M., Nag N. Transparent polycrystalline cubic spinels protect and defend // Amer. Ceram. Soc. Bull. 2013. V. 92. № 2. P. 20–25.
4. Sepulveda J.L., Loutfy R.O., Chang S., Ibrahim S. High-performance spinel ceramics for IR windows and domes // Proc. SPIE 8016, Window Dome Technol. Mater. XII, 2011. V. 8016. P. 801604–801612.
5. Vasilyeva E.A., Morozova L.V., Lapshin A.E., Konakov V.G. Ceramic materials with controlled porosity // Mater. Phys. Mech. 2002. V. 5 P. 43–48.
6. Васильева Е.А., Морозова Л.В. Пористая керамика на основе алюминиево-магниевого шпинели // ЖПХ. 2002. Т. 75. № 6. С. 898–902.

7. Кадомцев А.Г., Гольева Е.В., Дунаев А.А., Чмель А.Е., Шербаков И.П. Акустическая и электромагнитная эмиссии при ударном повреждении сверхтвердых керамик SiC и MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> // Физ. тверд. тела. 2019. Т. 61. № 10. С. 1763–1766.
8. Морозова Л.В., Белоусова О.Л., Панова Т.И., Шорников Р.С., Шилова О.А. Золь-гель синтез алюмомагнетитовой шпинели и получение на ее основе плотной, пористой и прозрачной керамики // Физ. и хим. стекла. 2012. Т. 38. № 6. С. 768–776.
9. Faisal N.H., Ahmed R., Reuben R.L. Indentation testing and its acoustic emission response: Applications and emerging trends // Intern. Mater. Rev. 2011. V. 56. № 2. P. 98–142.
10. Гольева Е.В., Михайлов М.Д., Дунаев А.А., Игнатенков Б.А. Влияние условий синтеза и структуры исходных нанокристаллических порошков на оптические свойства прозрачной керамики MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> // Оптич. журн. 2016. Т. 83. № 2. С. 67–72.
11. Zhang J., Lu T., Chang X., Wei N., Qi J. Unique mechanical properties of nanostructured transparent MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics // Nanoscale Res. Lett. 2010. V. 8. № 1. P. 261–270.
12. Розанов А.О., Куксенко В.С., Савельев В.Н., Станциц С.А. Спектры упругой энергии в твердом теле от импульсного источника излучения // Физ. тверд. тела. 1994. Т. 36. № 10. С. 3381–3393.