

05.1

## Ударное и „задержанное“ повреждение поверхности керамики ZnS-CVD

© И.П. Щербаков<sup>1</sup>, А.А. Дунаев<sup>2</sup>, А.Б. Синани<sup>1</sup>, А.Е. Чмель<sup>1,¶</sup><sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия<sup>2</sup> Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: chmel@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 15 марта 2019 г.

В окончательной редакции 7 августа 2019 г.

Принято к публикации 7 августа 2019 г.

Точечное повреждение поверхности пластичной керамики ZnS, полученной методом химического парового осаждения (chemical vapor deposition, CVD), производилось либо ударом заостренного бойка, либо внедрением пирамиды Виккерса. В обоих случаях записывались временные серии импульсов акустической эмиссии. При ударе продолжительность эмиссии звука составляла 0.3–0.5 ms, а при индентировании после активной фазы длительностью 3–5 ms происходило излучение слабых спорадических сигналов в течение 80–100 ms. Статистический анализ временных серий показал, что при ударе распределение энергии в импульсах звука всегда было случайным (пуассоновского типа), а при внедрении индентора следовало степенному закону типа Гутенберга–Рихтера. Различие характера выделения энергии при двух видах приложения нагрузки объяснено временным режимом самоорганизации дислокаций, при котором их скопления служат центрами зарождения микротрещин.

**Ключевые слова:** ZnS, керамика, ударное нагружение, индентирование, акустическая эмиссия.

DOI: 10.21883/PJTF.2019.22.48648.17786

Из всех соединений семейства  $A_2B_6$  наибольшим масштабом и разнообразием приложений обладает сульфид цинка (ZnS) [1], который в зависимости от специфики устройств может быть приготовлен в виде монокристаллов [2], тонких пленок [3] или керамик [4]. Ввиду простоты варьирования геометрической формы и механической изотропности керамических изделий, а также их относительно низкой стоимости по сравнению с монокристаллами во многих приложениях керамики предпочтительнее монокристаллических аналогов.

Керамика ZnS широко применяется для изготовления фокусирующих элементов и защитных окон оптических устройств, устанавливаемых на летательных аппаратах, а также чувствительных устройств различных механических датчиков деформации. Поэтому в настоящей работе проведено исследование инициации повреждений поверхности изделий из керамики ZnS при точечном силовом воздействии в различных временных режимах. При исследовании динамического нагружения высокопластичных керамик важную роль играет определение перехода от необратимой деформации к разрушению [5].

Известно [6–8], что в пластичных кристаллах (включая ZnS [9]) первичная деформация при разрушении начинается с движения заряженных дислокаций. При достижении предельной деформации зарождаются микротрещины, проявляющиеся в генерации акустической эмиссии (АЭ) [9]. Движение дислокаций, приводящее к развитию разрушения, зависит от скорости подачи нагрузки. В настоящей работе повреждение поверхности образца производилось либо ударом падающего груза на заостренный боек, либо постепенным (1–2 s) внедре-

нием пирамиды Виккерса. В обоих случаях записывались временные серии импульсов АЭ.

Керамика, полученная методом химического парового осаждения (chemical vapor deposition, CVD), имела твердость по Виккерсу 2 GPa. Образцы готовились в виде дисков диаметром 30 mm и толщиной 2 mm. Диск помещался на металлическую подставку, а на поверхность диска устанавливался заостренный боек из закаленной стали. Точечное повреждение производилось при падении груза весом 100 g на боек со скоростью  $\sim 15$  cm/s. Длительность эмиссии звука не превышала 0.5 ms. Для получения сигналов АЭ от более продолжительного воздействия на материал в образец внедрялась пирамида Виккерса под нагрузкой 100 либо 200 N; временная серия импульсов АЭ при этом продолжалась до 100 ms.

Для регистрации АЭ на образце парафиновой мастикой фиксировалась пластинка из высокочувствительной пьезокерамики  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ . Сигналы АЭ поступали на вход аналого-цифрового преобразователя АСК-3106 и в цифровой форме сохранялись в компьютере. Система запускалась в момент касания грузом бойка (при ударе) или при контакте пирамиды с поверхностью образца. Сигналы акустической эмиссии подвергались низкочастотной цифровой дискриминации на уровне 100 kHz, чтобы отделить вклад паразитных колебаний элементов экспериментальной установки.

Временные развертки сигналов акустической эмиссии из разрушаемых образцов показаны на рис. 1. Квадрат амплитуды ( $A^2$ ) в каждом импульсе пропорционален энергии ( $E$ ), выделенной при зарождении микротрещины.

На рис. 2 приведены распределения импульсов АЭ в зависимости от энергии в импульсе (величина  $A^2$  пропорциональна выделенной звуковой энергии  $E$ ) в эксперименте с ударной нагрузкой. Распределения построены в виде зависимостей  $N(E > \varepsilon)$  от  $\varepsilon$ , где  $N$  — число импульсов, энергия  $E$  которых выше величины некоторого „порога“  $\varepsilon$ . Другими словами, параметр  $\varepsilon$  принимает последовательно значения энергии в зарегистрированных импульсах в интервале от 0 до 0.5 ms (горизонтальная координата), и число импульсов, энергия  $E$  которых превышает текущее значение  $\varepsilon$ , откладывается по вертикальной оси.

Одни и те же данные построены в двух координатах: линейных (рис. 2, *a*) и полулогарифмических (рис. 2, *b*). Можно видеть, что распределение, построенное в линейных координатах, представляет собой гладкую спадающую функцию, тогда как в полулогарифмических координатах экспериментальные точки укладываются на прямую с наклоном  $a$

$$\lg N(E > \varepsilon) \propto -a\varepsilon. \quad (1)$$

Соотношение (1) эквивалентно экспоненциальному закону пуассоновского типа

$$N(E > \varepsilon) \propto \exp(-a\varepsilon), \quad (1a)$$

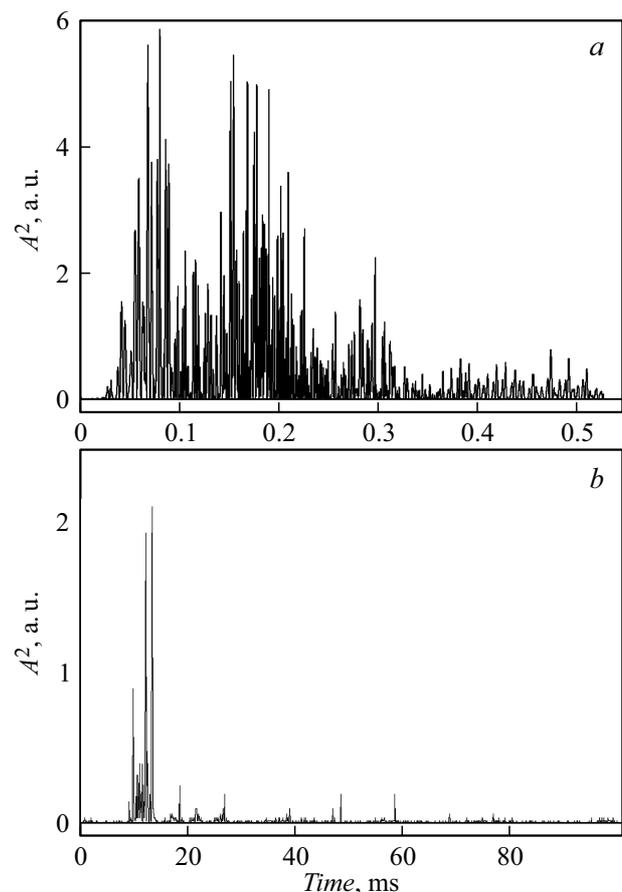
который характерен для случайных событий, возникающих независимо друг от друга.

Проявление случайного распределения энергии в ударно-индуцированных временных сериях АЭ было неожиданным, поскольку имеется большое количество экспериментальных свидетельств кооперативного характера (следующих степенному закону) распределений энергии в последовательных импульсах АЭ при ударном разрушении гетерогенных материалов, таких как твердые горные породы [10], керамики [11] и абразивные материалы [12].

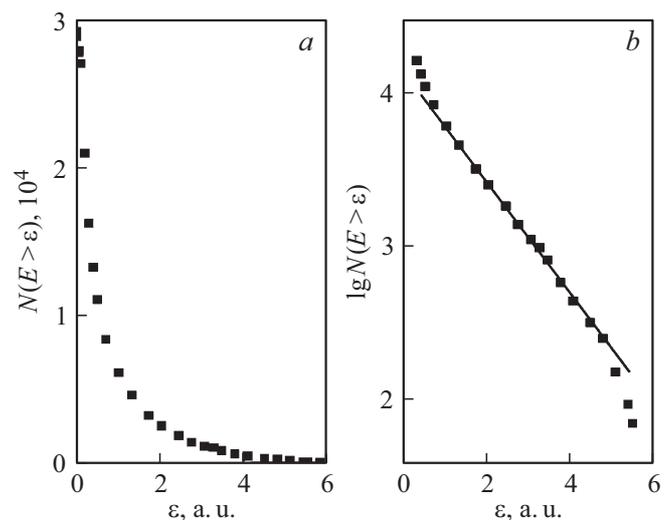
Временные серии АЭ, возбужденные внедрением пирамиды Виккерса (рис. 1, *b*), имели длительность (с учетом „хвоста“ слабых спорадических всплесков), на два-три порядка величины превышающую время излучения звука при ударной нагрузке (рис. 1, *a*).

Распределение энергии во временных сериях АЭ, возбужденных внедрением пирамиды Виккерса, показано на рис. 3 для двух приложенных нагрузок.

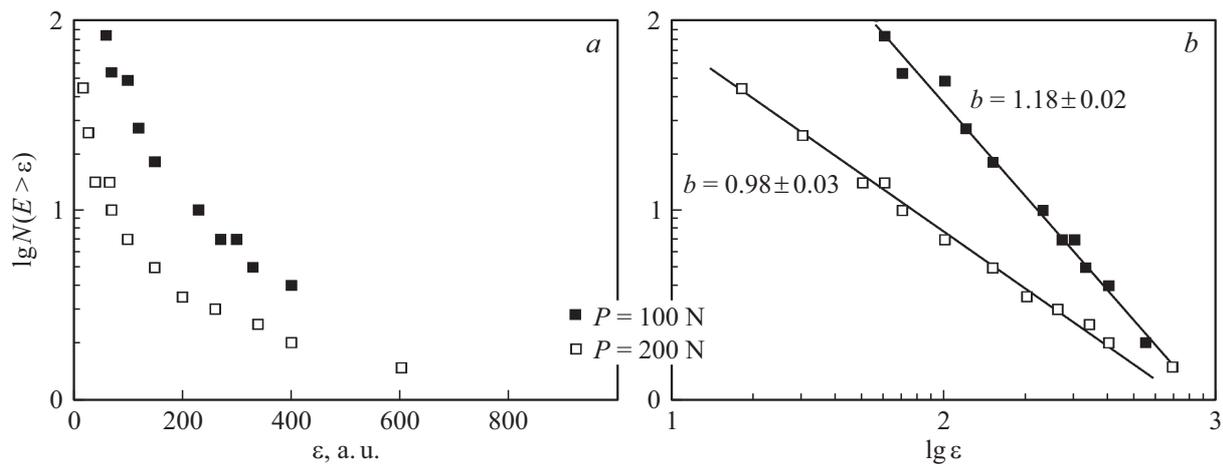
Как и в случае ударной нагрузки, одни и те же экспериментальные распределения представлены в двух различных координатах. Однако в этом случае полулогарифмические координаты (рис. 3, *a*) были дополнены двойными логарифмическими координатами (рис. 3, *b*). Можно видеть, что распределения  $N(E > \varepsilon)$  в зависимости от  $\varepsilon$ , построенные в полулогарифмической шкале, не имеют прямых участков. Следовательно, процесс накопления повреждений не следует случайному (экспоненциальному) закону. Однако построенные в двойных логарифмических координатах они представляют собой



**Рис. 1.** Временные серии импульсов АЭ (квадрат амплитуды), возбужденные в керамике ZnS ударом (*a*) и внедрением пирамиды Виккерса (*b*).



**Рис. 2.** Опыт с ударной нагрузкой. Представлено число импульсов, энергия которых превышает величину, указанную на соответствующей точке абсциссы. *a* — линейные координаты, *b* — полулогарифмические координаты (линейная шкала вдоль горизонтальной оси). Прямая линия на части *b* отвечает экспоненциальному закону (1a).



**Рис. 3.** Опыт с индентированием. Представлено число импульсов, энергия которых превышает величину, указанную на соответствующей точке абсциссы. *a* — полулогарифмические координаты, *b* — двойные логарифмические координаты. Прямая линия на части *b* отвечает степенному закону (2а).

линейные зависимости:

$$\lg N(E > \varepsilon) \propto -b \lg N(\varepsilon), \quad (2)$$

наклон которых *b* уменьшается при увеличении нагрузки на индентор.

Параметр *b* характеризует относительный вклад „больших“ и „малых“ событий в общее распределение энергий. Чем ниже *b*, тем больше крупных событий формирует распределение  $N(E > \varepsilon) - \varepsilon$ . Например, на рис. 3, *b* наклон прямых, отвечающих нагрузке 200 N, превышает таковой при 100 N, т.е. увеличение давления индентора ведет к появлению более крупных трещин.

Освобождаясь от логарифмов в соотношении (2), получаем распределение энергий в импульсах АЭ в форме степенного закона

$$N(E > \varepsilon) \propto \varepsilon^{-b}. \quad (2a)$$

В отличие от быстро спадающей экспоненциальной функции степенной закон обеспечивает дальние (упорядоченные) взаимодействия между элементами структуры/событиями, что исключает случайное накопление дефектов.

В мягких (например, полупроводниковых и щелочно-галоидных) кристаллах пластичность определяется преимущественно движением дислокаций [13,14]. Поэтому для объяснения очевидного различия микромеханических процессов при ударном или „задержанном“ нагружении образцов пирамидой Виккерса следует принять во внимание поведение дислокаций в кристаллах при различных схемах нагружения.

Кратковременный удар вызывает скольжение одиночных дислокаций без их эффективного взаимодействия. Напротив, при продолженном силовом воздействии со стороны индентора возникает кооперативное движение дислокаций как неравновесной диссипативной структуры и их самоорганизация в скопления [15]. В голове

дислокационных скоплений имеются значительные нормальные растягивающие напряжения под плоскостью скольжения. Поэтому возникшие в результате кооперативного процесса скопления и кластеры дислокаций представляют собой „слабые места“ для коррелированного зарождения трещин [16]. Таким образом, зависящая от режима нагружения степень дальнего действия в ансамбле дислокаций управляет характером процесса накопления трещин (случайного или самоорганизованного).

### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-08-00359 а).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] *Ummartyotin S., Infahsaeng Y.* // *Renew. Sust. Energy Rev.* 2016. V. 55. P. 17–24.
- [2] *Saleh M., Lynn K.G., McCloy J.S.* // *Window and dome technologies and materials XV / Ed. B.J. Zelinski. Proc. SPIE.* 2017. V. 10179. P. 1017904.
- [3] *Яшина Е.В.* // *Неорган. материалы.* 2003. Т. 39. № 7. С. 786–792.
- [4] *Zaware R., Wagh B.* // *Mater. Sci.-Poland.* 2014. V. 32. P. 375–379.
- [5] *Савельева Н.В., Баяндин Ю.В., Савиных А.С., Гаркушин Г.В., Ляпунова Е.А., Разоренов С.В., Наймарк О.Б.* // *Письма в ЖТФ.* 2015. Т. 41. В. 12. С. 32–39.
- [6] *Бредихин С.И., Шмурак С.З.* // *ЖЭТФ.* 1977. Т. 73. В. 4. С. 1460–1469.
- [7] *Бредихин С.И., Шмурак С.З.* // *ЖЭТФ.* 1979. Т. 76. В. 3. С. 1028–1037.

- [8] *Tiwari R., Dubey M.V., Ramrakhiani M., Chandra B.P.* // *Luminescence*. 2015. V. 6. P. 883–890.
- [9] *Chmel A., Dunaev A., Shcherbakov I.* // *Cryst. Res. Technol.* 2018. V. 53. P. 1800112.
- [10] *Zang A., Wagner F.C., Stanchits S., Dresen G., Andresen R., Haidekker M.A.* // *Geophys. J. Int.* 1998. V. 135. P. 1113–1129.
- [11] *Chmel A., Kadomtsev A., Shcherbakov I.* // *Sci. Sint.* 2016. V. 48. P. 273–261.
- [12] *Aman S., Tomaz J.* // *Powder Technol.* 2004. V. 146. P. 147–153.
- [13] *Boyarskaya Yu.S., Zhitaru R.P., Linte M.A.* // *Cryst. Sci. Technol.* 1984. V. 19. P. 101–109.
- [14] *Головин Ю.И., Тюрин А.И.* // *Вестн. ТГУ.* 2000. Т. 5. № 2-3. С. 249–251.
- [15] *Малыгин Г.А.* // *УФН.* 1999. Т. 169. № 9. С. 979–1010.
- [16] *Овидько И.А., Шейнерман А.Г.* // *ФТТ.* 2016. Т. 58. В. 6. С. 1142–1146.