

06;09

Визуализация процесса разрушения материалов при ударном воздействии с помощью механолюминесцирующего покрытия

© А.Ф. Банишев

Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН —
филиал ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН, Шатура, Московская обл., Россия
E-mail: banishev@mail.ru

Поступило в Редакцию 16 февраля 2021 г.

В окончательной редакции 9 марта 2021 г.

Принято к публикации 9 марта 2021 г.

Исследовался процесс разрушения материалов при механическом воздействии (ударе). Для регистрации и визуализации процесса разрушения использовался механолюминесцирующий композиционный материал на основе прозрачного в видимой области спектра клея и порошка люминофора, который наносился на поверхность исследуемого материала. Показано, что механолюминесцирующий слой чувствителен к образующимся при ударе трещинам в образце и позволяет с хорошим разрешением визуализировать процесс их образования и роста.

Ключевые слова: композиционный материал, механолюминесценция, разрушение материала, визуализация процесса разрушения.

DOI: 10.21883/PJTF.2021.11.51005.18739

В последние годы возрос интерес к исследованиям механо-пьезо-люминофоров и созданию на их основе новых типов приборов и устройств механо-пьезо-фотоники, в частности механооптических конверторов для контроля состояния материалов, подвергающихся механическим воздействиям [1–6]. Механолюминофоры — это материалы, которые способны люминесцировать при механическом воздействии. За последние 15–20 лет синтезировано большое количество механолюминофоров с высоким выходом механооптического преобразования. Особый интерес представляют механолюминофоры на основе редкоземельных элементов [1,7–9]. Это, как правило, мелкодисперсные порошки, полученные методом высокотемпературного спекания оксидов различных элементов, в состав которых входят редкоземельные элементы, которые являются центрами фотолюминесценции и механолюминесценции. Установлено, что ярко выраженными свойствами механолюминесценции обладают механолюминофоры, кристаллическая структура которых не имеет центра симметрии. В частности, высокой эффективностью механооптического преобразования обладает люминофор $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ [1,3,7,10,11]. Центрами фотолюминесценции, фосфоресценции и механолюминесценции в этом люминофоре являются ионы европия (Eu^{2+}). Введение диспрозия (Dy^{3+}) в кристаллическую решетку значительно повышает люминесцентные характеристики люминофора. Считается, что электронные уровни ионов Dy^{3+} образуют в запрещенной зоне кристалла электронные ловушки. При термоактивации ловушек (Dy^{3+}) происходит передача накопленной на них энергии центрам люминесценции (Eu^{2+}), что обеспечивает длительное послесвечение (фосфоресценцию) люминофора. Возможные механизмы длительного

послесвечения люминофора многократно обсуждались в разных работах [1,8–12].

При механическом воздействии (деформации материала) вероятность активации ловушек возрастает за счет смещения электронных уровней ловушек из-за их взаимодействия с наведенными при деформации локальными пьезоэлектрическими полями. Механолюминесценция люминофора $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ связана со смещением электронных уровней ловушек при деформации материала. Таким образом, центрами фотолюминесценции, термолюминесценции и механолюминесценции являются ионы Eu^{2+} , однако механизмы возбуждения разные.

В настоящей работе получен композиционный механолюминесцирующий материал на основе прозрачного в видимой области спектра клея и порошка люминофора $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$. Исследовался процесс разрушения стеклянных пластин марки К8 с использованием полученного механолюминесцирующего композита для визуализации и диагностики процесса разрушения при механическом воздействии (ударе). Исследовались фотолюминесценция и механолюминесценция полученного композита.

Визуализация напряжений, возникающих при ударе, и образующихся трещин (разрушение материала) проводилась с помощью механолюминесцирующего композиционного слоя, нанесенного на тыльную поверхность пластины. Для этого готовилась суспензия на основе прозрачного в видимой области спектра двухкомпонентного клея (смола, отвердитель) и порошка люминофора $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$. Тонкий слой суспензии наносился на поверхность прозрачной стеклянной пластины диаметром 30 мм и толщиной 2 мм. После затвердевания суспензии на поверхности стеклянной пластины

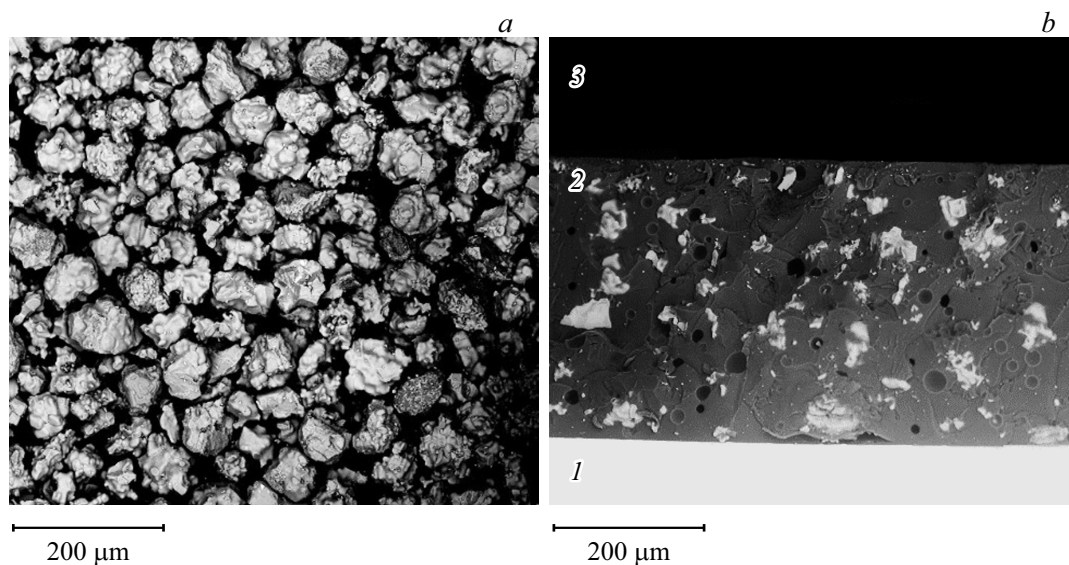


Рис. 1. *a* — СЭМ-изображение микрочастиц люминофора $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$; *b* — СЭМ-изображение скола стеклянной пластины с нанесенным на поверхности механолуминесцирующим слоем: 1 — подложка из стекла, 2 — композиционный слой, 3 — свободное пространство (вакуум).

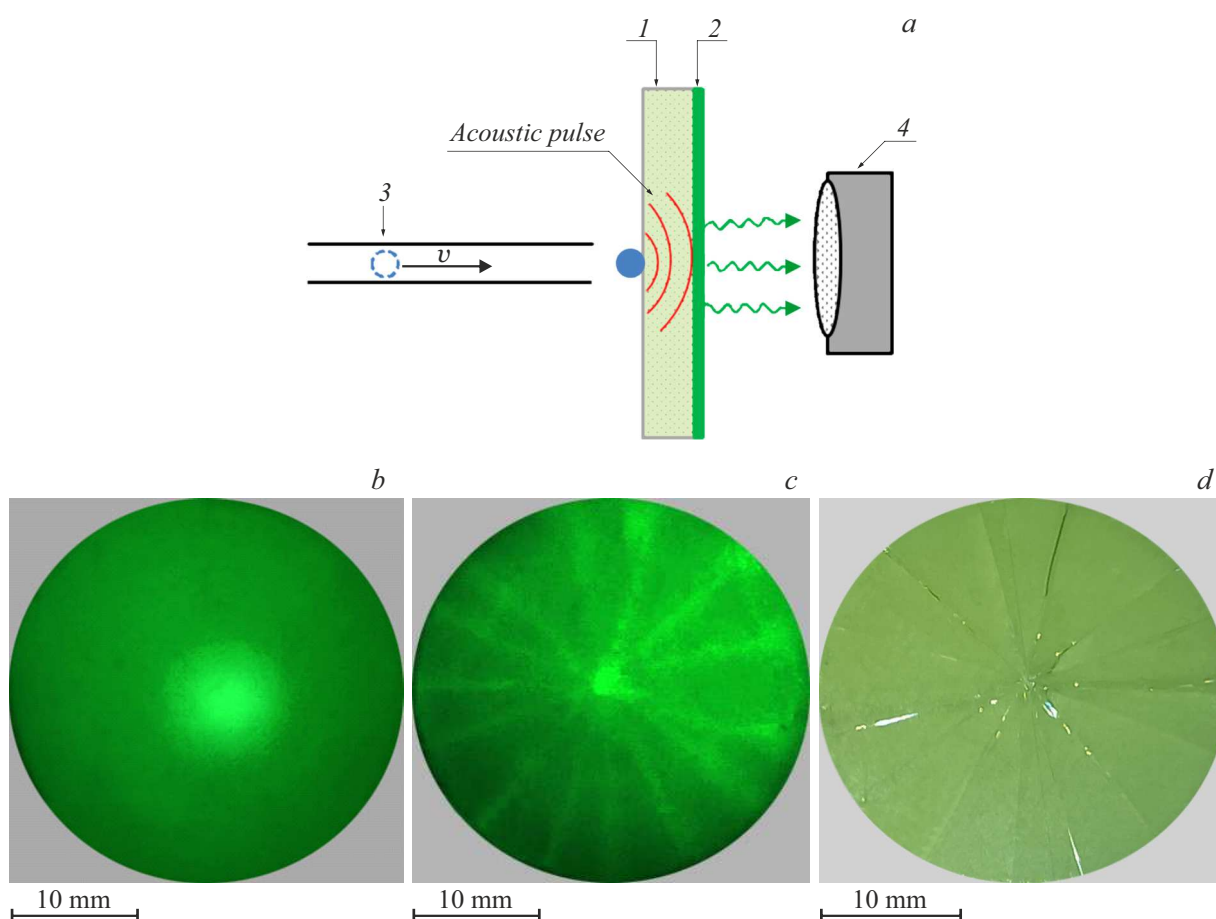


Рис. 2. *a* — схема экспериментальной установки для исследования процесса разрушения материалов: 1 — пластина из стекла, 2 — механолуминесцирующий слой, 3 — механический ударник, 4 — видеокамера; *b-d* — изображения поверхности механолуминесцирующего слоя на стеклянной пластине после удара: *b* — до порога образования разрушения (скорость шарика $v \approx 1.5 \text{ m/s}$), *c* — выше порога образования трещин (скорость $v \approx 1.8 \text{ m/s}$), *d* — изображение свободной поверхности стеклянной пластины после разрушения (образования трещин).

формировался тонкий слой ($h \approx 370 \mu\text{m}$) композиционного механолюминесцирующего материала. На рис. 1 показаны полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) изображение микрочастиц $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$, а также СЭМ-изображение скола стеклянной пластины с нанесенным на ее поверхность композиционным механолюминесцирующим слоем.

На рис. 2, *a* показана схема экспериментальной установки для исследования процесса разрушения материалов. Механический ударник воздействовал на обратную (свободную) поверхность стеклянной пластины. Регистрация свечения механолюминесцирующего слоя, возникающего в результате удара металлического шарика массой $m \approx 3.2 \text{ g}$, осуществлялась с помощью видеокамеры (частота съемки 30 кадров в секунду). На рис. 2, *b*, *c* показаны изображения поверхности механолюминесцирующего слоя до порога разрушения стеклянной пластины и после ее разрушения. Свечение (механолюминесценция) композиционного слоя, появляющееся в результате удара металлического шарика, свидетельствует о механических напряжениях, возникающих в стеклянной пластине и контактирующем с ней композиционном слое. На рис. 2, *b* показано свечение поверхности при силе удара меньше порогового значения, при котором начинается разрушение материала. В этом случае свечение имело форму пятна с максимумом интенсивности в центре. С увеличением расстояния от центра интенсивность свечения быстро падает. Известно [1,7–9,13,14], что интенсивность свечения механолюминесцирующего слоя определяется величиной и скоростью изменения механических напряжений и деформаций, поэтому по временному изменению и пространственному распределению интенсивности механолюминесценции композиционного слоя можно судить об изменении и распределении механических напряжений в пластине, возникающих при механическом воздействии. На рис. 2, *c* сила удара была выше порога разрушения материала (порога образования трещин). В механолюминесцирующем слое появился набор радиально направленных светящихся линий. Осмотр стеклянной пластины показал, что положение светящихся линий точно совпадает с положениями микротрещин и трещин, образовавшихся в пластине в результате удара. При зарождении трещин в результате удара в их вершинах концентрируются значительные напряжения, которые приводят к дальнейшему росту трещин. В местах образования трещин происходит „разделение“ материала, что вызывает растягивающие напряжения в механолюминесцирующем слое. В результате в механолюминесцирующем слое возникают светящиеся линии, положение которых точно совпадает с положениями трещин в стеклянной пластине. На рис. 2, *d* показано изображение свободной поверхности стеклянной пластины после разрушения.

Следует заметить, что некоторые трещины были плохо видны невооруженным глазом и их можно было разглядеть только с помощью лупы или под микроскопом,

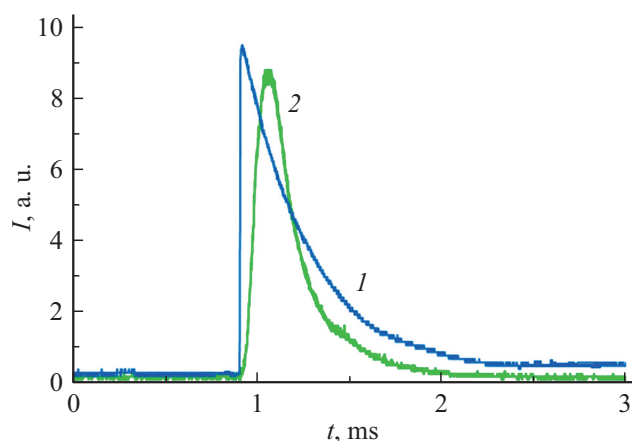


Рис. 3. Фотолуминесценция и механолюминесценция композита на основе прозрачного в видимой области спектра клея и порошка люминофора $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$, возбуждаемые лазерным импульсом ($\lambda = 355 \text{ nm}$, $\tau = 8 \text{ ns}$) (1) и механическим ударом (2).

в то время как в механолюминесцирующем слое они достаточно надежно проявляются.

Кинетика свечения фотолуминесценции и механолюминесценции полученного композита, возбуждаемых соответственно лазерным импульсом ($\lambda = 355 \text{ nm}$, $\tau = 8 \text{ ns}$) и ударом металлического шарика, показаны на рис. 3.

Таким образом, проведены исследования процесса разрушения материалов из стекла марки К8 при воздействии механического ударника. Впервые предложено использование композиционного механолюминесцирующего материала на основе клея и мелкодисперсного порошка люминофора $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ для визуализации процесса разрушения при ударе. Показано, что напряжения и трещины, возникающие в материале в процессе разрушения при ударе, достаточно полно и надежно визуализируются механолюминесцирующим слоем, нанесенным на поверхность исследуемого материала.

Благодарности

Автор выражает благодарность А.Г. Шубному за проведение исследований структуры порошка $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ на сканирующем электронном микроскопе.

Финансирование работы

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Госкорпорации „Росатом“ в рамках научного проекта № 20-21-00066 и частичной поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по государственному заданию ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН (в части получения новых наноматериалов и наноструктур для решения актуальных задач микро- и нанoeлектроники и нанofотоники).

Funding: The reported study was funded by RFBR and ROSATOM, project number 20-21-00066 and partially supported by the RF Ministry of Science and Higher Education as a part of a State Task for the Federal Sciences Research Center „Crystallography and Photonics“ of Russian Academy of Sciences (in part of obtaining new nanomaterials and nanostructures for solving urgent problems of micro- and nanoelectronics and nanophotonics).

Конфликт интересов

Автор заявляет, что у него нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J.C. Zhang, X. Wang, G. Marriott, C.N. Xu, *Prog. Mater. Sci.*, **103**, 678 (2019). DOI: 10.1016/j.pmatsci.2019.02.001
- [2] D. Tu, C.N. Xu, S. Kamimura, Y. Horibe, H. Oshiro, L. Zhang, Y. Ishii, K. Hyodo, G. Marriott, N. Ueno, X.G. Zheng, *Adv. Mater.*, **32**, 1908083 (2020). DOI: 10.1002/adma.201908083
- [3] H. Lv, Z. Pan, Y. Wang, *J. Lumin.*, **209**, 129 (2019). DOI: org/10.1016/j.jlumin.2019.01.026
- [4] H. Sun, Y. Zhao, C. Wang, K. Zhou, C. Yan, G. Zheng, J. Huang, K. Dai, C. Liu, C. Shen, *Nano Energy*, **76**, 105035 (2020). DOI: org/10.1016/j.nanoen.2020.105035
- [5] C. Wang, L. Dong, D. Peng, C. Pan, *Adv. Intell. Syst.*, **1**, 1900090 (2019). DOI: 10.1002/aisy.201900090
- [6] L. Liu, C.N. Xu, A. Yoshida, D. Tu, N. Ueno, S. Kainuma, *Adv. Mater. Technol.*, **4**, 1800336 (2018). DOI: 10.1002/admt.201800336
- [7] A. Feng, P.F. Smet, *Materials*, **11**, 484 (2018). DOI: 10.3390/ma11040484
- [8] B.P. Chandra, V.K. Chandra, P. Jha, *Physica B*, **463**, 62 (2015).
- [9] P. Jha, B.P. Chandra, *Luminescence*, **32**, 171 (2017). <https://doi.org/10.1002/bio.3162>
- [10] A.F. Banishev, A.A. Banishev, *Int. J. Mod. Phys. B*, **33**, 1950367 (2019). DOI: 10.1142/S02179792195036614
- [11] А.Ф. Банишев, А.А. Банишев, *Письма в ЖТФ*, **45** (10), 3 (2019). DOI: 10.21883/PJTF.2019.10.47746.17737
- [12] J.J. Joos, K. Korthout, L. Amidani, P. Glatzei, D. Poelman, P.F. Smet, *Phys. Rev. Lett.*, **125**, 033001 (2020). DOI: 10.1103/PhysRevLett.125.033001
- [13] A.I. Azad, M.R. Rahimi, G.J. Yun, *Smart Mater. Struct.*, **25**, 095032 (2016).
- [14] I.P. Sahu, D.P. Bisen, N. Brahme, R.K. Tamrakar, *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, **26**, 10075 (2015). DOI: 10.1007/s10854-015-3691-y