

05.1;06.5;10

## Влияние механических напряжений на поведение лазерных ультразвуковых сигналов вблизи отверстия в керамике нитрида кремния

© А.Л. Глазов, К.Л. Муратиков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия  
E-mail: glazov.holo@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 16 февраля 2021 г.

В окончательной редакции 26 марта 2021 г.

Принято к публикации 26 марта 2021 г.

Выполнено экспериментальное исследование поведения лазерных ультразвуковых сигналов вблизи отверстия в диэлектрической керамике нитрида кремния при воздействии внешних сжимающих напряжений. Показано принципиальное расхождение полученных результатов с аналогичными результатами, полученными нами ранее для металлов, и их количественное несоответствие предсказаниям термодинамической модели формирования термоупругих сигналов от напряженных материалов. Предложено объяснение наблюдающихся расхождений с помощью модели теплового возбуждения дефектных состояний решетки, предложенной нами ранее.

**Ключевые слова:** керамика, лазерный ультразвук, механические напряжения, термоупругость.

DOI: 10.21883/PJTF.2021.12.51067.18740

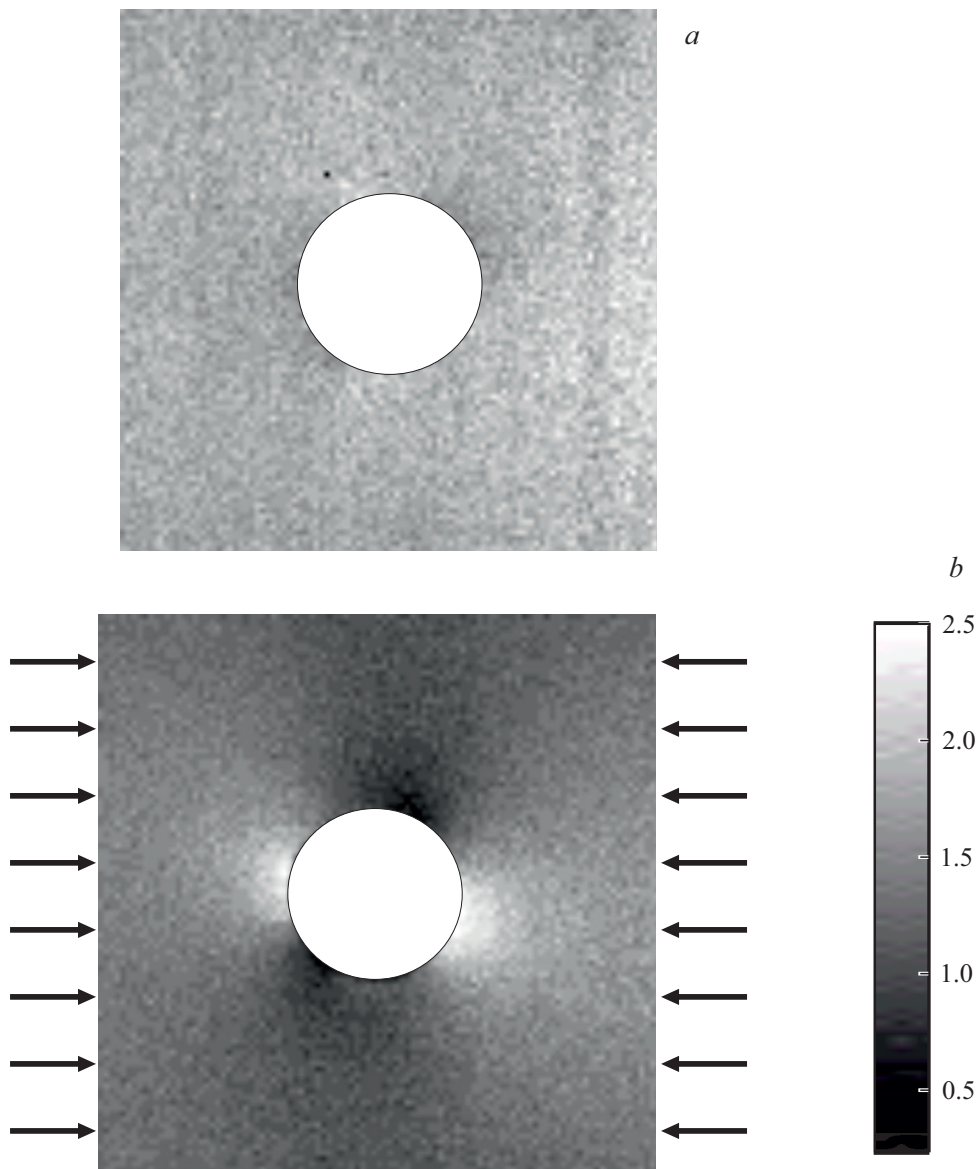
Лазерное возбуждение ультразвуковых колебаний в твердых телах широко используется при определении упругих и теплофизических свойств объемных материалов и тонких пленок [1,2] для неразрушающего контроля изделий различного рода, включая изготовленные методами аддитивных технологий и 3D-печати [3]. Одним из основных механизмов лазерного возбуждения ультразвука является термоупругое взаимодействие. Считается, что к настоящему времени его основные характеристики достаточно хорошо проработаны. Вместе с тем в последнее время для проводящих объектов в ненапряженном состоянии были получены результаты, которые не согласуются с предсказаниями классической термоупругой модели [4–6]. Исследования лазерного возбуждения ультразвуковых колебаний в напряженных металлических объектах также позволили обнаружить существенное расхождение между экспериментальными результатами и предсказываемыми термодинамической моделью [7,8].

Основной целью настоящей работы является детальное исследование корректности описания процессов лазерной генерации в напряженных непроводящих керамиках с помощью современной термоупругой модели. Ранее нами были выполнены исследования подобного рода на керамике нитрида кремния [9] и композитной керамике  $Al_2O_3-SiC-TiC$  [10,11]. В этих работах изучалось поведение лазерных ультразвуковых сигналов вблизи концов приповерхностных трещин, образующихся при индентировании по Виккерсу. В них было показано, что поведение лазерных ультразвуковых сигналов в указанных областях качественно соответствует описанию в рамках стандартной термоупругой модели. Однако из-за сложной геометрии системы трещин детальное количе-

ственное сравнение экспериментальных и теоретических результатов было сильно затруднено.

В настоящей работе исследовано поведение лазерных ультразвуковых сигналов в керамике вблизи неоднородности с хорошо заданной геометрией. В качестве такой неоднородности было выбрано отверстие, для которого существует точное аналитическое решение для распределения напряжений при воздействии на образец внешнего напряжения (задача Кирша [12]). В качестве материала образца была выбрана керамика нитрида кремния, у которой отсутствует электрическая проводимость. Эксперименты проводились на образце керамики нитрида кремния в виде параллелепипеда размером  $12.5 \times 8.3 \times 2.4$  mm. В центре большой грани было сделано несквозное отверстие с помощью  $CO_2$ -лазера. Диаметр отверстия на поверхности равнялся 0.6 mm, а его глубина составляла 0.5 mm. Керамика была изготовлена методом горячего прессования в направлении, перпендикулярном грани, на которой было проделано отверстие.

Оптоакустические изображения области вокруг отверстия были получены при двумерном сканировании лазерным лучом по поверхности с шагом  $20 \mu m$ . Измерялся сигнал с цилиндрического пьезокерамического датчика, поджатого к тыльной стороне образца через тонкий слой гелеобразной акустической смазки, на частоте 101 kHz, близкой к резонансной частоте пьезодатчика. Результаты эксперимента представлены на рисунке. На рисунке, *a* показана область размером  $2 \times 2$  mm в исходном ненагруженном образце. Распределение сигнала практически равномерное. На изображении одноосно нагруженного образца (см. рисунок, *b*) области с увеличенным и уменьшенным сигналом расположены диа-



Оптоакустическое изображение области вокруг отверстия в пластине  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . *a* — образец в исходном состоянии, *b* — образец при сжимающем одноосном нагружении 27 МПа. Размер изображения  $2.0 \times 2.0$  мм, частота модуляции 101 кГц. Приведена шкала интенсивности для оптоакустического сигнала в относительных единицах.

метрично симметрично вокруг отверстия. Одноосное давление на боковые грани составило 27 МПа.

В выполненных в работе экспериментах длина тепловой волны в керамике была существенно меньше длины акустической волны, а длина последней значительно превышала размеры образца. В этом случае значение лазерного ультразвукового сигнала в соответствии с результатами работы [13] можно считать пропорциональным локальному значению коэффициента теплового расширения. В свою очередь, согласно решению задачи Кирша, в областях вблизи границы отверстия тензор напряжений при однородном сжатии или растяжении является одноосным. В соответствии с термодинамическими результатами [7,8] в зонах действия одноосных напряжений зависимость коэффициента теплового расши-

рения от напряжения является линейной и определяется соотношением

$$\alpha = \alpha_0 - \sigma E^{-2} \partial E / \partial T, \quad (1)$$

где  $\alpha_0$  — коэффициент линейного теплового расширения для недеформированного состояния,  $E$  — модуль Юнга,  $\sigma$  — одноосное напряжение. Таким образом, в соответствии с равенством (1) и результатами работы [13] для лазерных ультразвуковых сигналов в зонах действия одноосных напряжений должно соблюдаться равенство

$$S = S_0(1 + b\sigma), \quad (2)$$

где  $S_0$  — сигнал от образца в ненапряженном состоянии,  $b$  — некоторый коэффициент пропорциональности, определяемый типом материала.

Равенства (1) и (2) позволяют провести сравнение теоретических и экспериментальных результатов. Для керамики нитрида кремния  $dE/dT = -0.012 \text{ GPa/K}$ ,  $\alpha_0 = 3.3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , среднее значение модуля Юнга  $E = 220 \text{ GPa}$ , и, таким образом, в соответствии с термодинамическим результатом (1) в зонах действия одноосных напряжений должно выполняться соотношение

$$\alpha = \alpha_0(1 + 0.8\sigma[\text{GPa}] [\text{K}^{-1}]). \quad (3)$$

Из выражений (2), (3) и данных рисунка видно, что имеется качественное соответствие между экспериментальными и теоретическими результатами: лазерный ультразвуковой сигнал увеличивается в зонах действия растягивающих напряжений и уменьшается в зонах сжимающих напряжений. Однако количественный анализ показывает, что значение коэффициента  $b$  должно быть существенно больше термодинамического и составлять примерно  $12 \pm 2 \text{ GPa}^{-1}$ . Это значение более чем на порядок превышает соответствующее значение коэффициента в формуле (3) для  $\alpha$ , которая учитывает только зависимость модуля упругости от температуры. Такое несоответствие свидетельствует о наличии дополнительного механизма влияния напряжений на коэффициент теплового расширения наряду с зависимостью модуля упругости от температуры.

В качестве такого механизма учтем образование дополнительных деформационных состояний в керамике при динамическом изменении ее температуры. В соответствии с подходом, разработанным в [14,15], вероятность образования таких состояний в материале при наличии в нем напряжения  $\sigma$  в единицу времени определяется выражением

$$p = \frac{1}{\tau_0} \exp\left(-\frac{U - \Omega\sigma}{k_B T}\right), \quad (4)$$

где  $\tau_0$  — время порядка периода колебаний атома в решетке,  $U$  — энергия активации процесса дефектообразования,  $\Omega$  — его активационный объем,  $k_B$  — постоянная Больцмана.

Согласно (4), для кинетики изменения концентрации возбужденных дефектных центров при изменении температуры можно записать уравнение

$$\frac{\partial n}{\partial t} + \frac{n}{\tau} = \frac{n_0}{\tau_0} \exp\left(-\frac{U - \Omega\sigma}{k_B T}\right), \quad (5)$$

где  $n_0$  — концентрация потенциальных дефектов в материале, возбуждаемых энергией активации  $U$ ;  $\tau$  — время релаксации дефектного состояния.

Воспользовавшись подходом, описанным в работах [6,16,17], можно показать, что возбуждение дефектных состояний за счет модуляции температуры образца в соответствии с законом (5) в линейном по температуре приближении сводится к введению некоторого эффективного коэффициента теплового расширения. В случае гармонического лазерного возбуждения с круговой

частотой  $\omega$ , удовлетворяющей условию  $\omega\tau \ll 1$ , и при  $\Omega\sigma(k_B T_0)^{-1} < 1$  его значение определяется соотношением

$$\alpha_{eff} \cong \alpha_0 + \frac{n_0\tau}{\tau_0} \frac{\Omega^2\sigma}{k_B T_0^2} \exp\left(-\frac{U}{k_B T_0}\right) = \alpha_0(1 + b\sigma), \quad (6)$$

где

$$b = \frac{n_0\tau}{\alpha_0\tau_0} \frac{\Omega^2}{k_B T_0^2} \exp\left(-\frac{U}{k_B T_0}\right),$$

$T_0$  — температура окружающей среды.

Выражение (6) позволяет оценить величину коэффициента  $b$  при типичных значениях входящих в него параметров. Будем считать, что  $n_0 \cong 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ,  $\Omega \cong 10^{-28} \text{ m}^{-3}$ ,  $\alpha_0 = 3.3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ,  $\tau \cong 10\tau_0$ . Тогда для оценки экспоненты, входящей в (6), необходимо знать значение энергии активации. Для объемных областей решетки керамики нитрида кремния ее значение достаточно велико, но из-за присутствия границ зерен, полостей и дефектов по данным работы [18] оно может быть значительно меньше и составлять только  $15.46 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ , что соответствует около  $0.16 \text{ eV}$ . При такой энергии активации значение экспоненты при комнатной температуре находится на уровне  $10^{-3}$ . В этом случае произведение  $b\sigma$  может сравниться с единицей при значениях напряжений на уровне  $10 \text{ MPa}$ , что приблизительно соответствует полученным экспериментальным данным.

В заключение следует отметить, что в соответствии с проведенным рассмотрением при лазерной генерации ультразвука по термоупругому механизму в керамике нитрида кремния при наличии механических напряжений заметный вклад в сигнал может быть связан с присутствием в ней дефектных состояний.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] A. Setiawan, G.B. Suparta, M. Mitrayama, W. Nugroho, Int. J. Adv. Sci. Eng. Inform. Technol., **7** (6), 2189 (2017). DOI: 10.18517/ijaseit.7.6.2816
- [2] D.D. Markushev, J. Ordonez-Miranda, M.D. Rabasović, M. Chirtoc, D.M. Todorović, S.E. Bialkowski, D. Korte, M. Franko, Eur. Phys. J. Plus., **132** (1), 33 (2017). DOI: 10.1140/epjp/i2017-11307-2
- [3] C. Millon, A. Vanhoye, A.F. Obaton, J.D. Penot, Welding World, **62** (3), 653 (2018). DOI: 10.1007/s40194-018-0567-9
- [4] Yu.V. Sudenkov, B.A. Zimin, Int. J. Heat Mass Transfer, **85**, 781 (2015). DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.01.119
- [5] Yu.V. Sudenkov, B.A. Zimin, V.E. Sventitskaya, AIP Conf. Proc., **1959**, 070035 (2018). DOI: 10.1063/1.5034710
- [6] A.L. Glazov, K.L. Muratikov, J. Appl. Phys., **128** (9), 095106 (2020). DOI: 10.1063/5.0013308
- [7] A.K. Wong, R. Jones, J.G. Sparrow, J. Phys. Chem. Solids, **48** (8), 749 (1987). DOI: 10.1016/0022-3697(87)90071-0

- [8] R.J. Greene, E.A. Patterson, R.E. Rowlands, in: *Springer handbook of experimental solid mechanics*, ed by W. Sharpe (Springer, Boston, 2008), p. 743.  
DOI: 10.1007/978-0-387-30877-7\_26
- [9] K.L. Muratikov, A.L. Glazov, D.N. Rose, J.E. Dumar, *J. Appl. Phys.*, **88** (5), 2948 (2000). DOI: 10.1063/1.1287526
- [10] К.Л. Муратиков, А.Л. Глазов, Д.Н. Роуз, Д.Е. Думар, *Письма в ЖТФ*, **28** (9), 48 (2002).
- [11] К.Л. Муратиков, А.Л. Глазов, *ЖТФ*, **73** (8), 90 (2003).
- [12] S. Timoshenko, J.N. Goodier, *Theory of elasticity* (McGraw–Hill, N.Y., 1951), p. 78.
- [13] R.G. Stearns, G.S. Kino, *Appl. Phys. Lett.*, **47** (10), 1048 (1985). DOI: 10.1063/1.96374
- [14] S.N. Zhurkov, *Int. J. Fract. Mech.*, **1** (4), 311 (1965).  
DOI: 10.1007/BF03545562
- [15] S.N. Zhurkov, V.E. Korsukov, *J. Polym. Sci.: Polym. Phys. Ed.*, **12** (2) 385 (1974). DOI: 10.1002/pol.1974.180120211
- [16] А.Л. Глазов, К.Л. Муратиков, *Письма в ЖТФ*, **45** (17), 51 (2019). DOI: 10.21883/PJTF.2019.17.48226.17892
- [17] А.Л. Глазов, К.Л. Муратиков, *Письма в ЖТФ*, **46** (10), 18 (2020). DOI: 10.21883/PJTF.2020.10.49425.18247
- [18] S. Shao, H. Luo, L. Deng, J. He, S. Huang, *AIP Adv.*, **8** (7), 075127 (2018). DOI: 10.1063/1.5033965