

Акустико-эмиссионная дефектоскопия кристаллов парателлурита

© А.С. Мачихин^{1,2}, Д.В. Чернов³, А.Ю. Марченков¹, Я.А. Элиович⁴, В.И. Аккуратов^{4,5},
А.А. Хвостов¹, А.А. Панькина¹

¹ Национальный исследовательский университет „Московский энергетический институт“, Москва, Россия

² Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН, Москва, Россия

³ Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия

⁴ Федеральный научно-исследовательский центр „Кристаллография и фотоника“ РАН, Москва, Россия

⁵ НИЦ „Курчатовский институт“, Москва, Россия

E-mail: aalexanderr@mail

Поступила в Редакцию 12 июля 2023 г.

В окончательной редакции 12 июля 2023 г.

Принята к публикации 8 сентября 2023 г.

Исследованы возможности применения метода акустической эмиссии (АЭ) для оценки дефектности кристаллов парателлурита TeO_2 в процессе их упругопластического деформирования. Проведена серия экспериментов по сжатию до разрушения образцов кристаллов парателлурита размером $6 \times 6 \times 12$ мм с регистрацией в процессе нагружения импульсов АЭ. Показано, что временные зависимости первичных АЭ-параметров не позволяют однозначно определить структурно-механическое состояние и наличие дефектов в исследуемых кристаллах, и требуется проведения подробного анализа параметров акустических сигналов. Выявлены наиболее информативные параметры АЭ, указывающие на формирование трещиноподобных дефектов. Для установления возможности выявления дефектов проведено построение эмпирических функций распределения длительности импульсов АЭ, зарегистрированных в процессе нагружения кристалла. Показано, что значение высокоуровневого квантиля эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ может быть использовано в качестве критериального параметра для установления момента дефектообразования в кристалле. Установлено его пороговое значение, указывающее на возникновение необратимых повреждений.

Ключевые слова: акустическая эмиссия, дефектоскопия, упругопластическая деформация, парателлурит, трещины, разрушение, кристалл.

DOI: 10.61011/FTT.2023.11.56556.148

1. Введение

Парателлурит TeO_2 является основным материалом современной акустооптики. Благодаря высокому акустооптическому (АО) качеству, широкому спектральному диапазону прозрачности, технологичности и другим достоинствам, он позволяет создавать эффективные и компактные оптико-электронные приборы: модуляторы, дефлекторы, перестраиваемые спектральные фильтры и др. [1]. Многие из них работают в достаточно тяжелых условиях (при значительном перепаде температур, вибрациях и пр.), которые могут приводить к возникновению внутренних напряжений и трещин в кристалле и, как следствие, ухудшению параметров прибора и его выходу из строя. При разработке и изготовлении АО-устройств используются различные лабораторные методы дефектоскопии кристаллов (коноскопия [2], дифрактометрия [3] и пр.), в то время как в собранном АО-устройстве диагностика возникающих в процессе эксплуатации напряжений практически не осуществля-

ется. Поэтому актуальной задачей является диагностика АО-ячеек из кристаллов TeO_2 в процессе эксплуатации для определения их рабочих режимов в условиях внешних воздействий.

В настоящей работе предлагается проводить дефектоскопию таких кристаллов методом АЭ, основанным на явлении генерации упругих волн в процессе образования и развития дефектов в материале. Метод АЭ обладает высокой чувствительностью к выявлению дефектов при диагностике повреждений в структуре хрупких материалов [4]. Его используют при мониторинге состояния изделий из конструкционных и функциональных материалов для оценки стадии процесса накопления повреждений и фактического состояния. Метод АЭ применяется для выявления развивающихся повреждений в изделиях из металлов и сплавов [5–8] и композиционных материалов [9–11].

В качестве основных диагностических признаков возникновения повреждений могут быть использованы как абсолютные, так и комплексные АЭ-параметры. Со-

гласно представленным в [12–14] результатам, оценка дефектности кристаллов может осуществляться с применением первичных АЭ-параметров, таких как амплитуда (u_m), длительность (t_{imp}), активность (\dot{N}) и значения усредненной частоты выбросов (N_{imp}/t_{imp}). Вместе с тем, зачастую анализ только первичных АЭ-параметров не позволяет однозначно определить их пороговые значения, указывающие на развитие критических дефектов в структуре контролируемого изделия. Для построения более информативных моделей, результаты применения которых коррелируют с процессом накопления повреждений в кристаллах, могут быть использованы комплексные АЭ-параметры, основанные на расчетах функций распределения амплитуды (u_m), энергии (E_{imp}) и длительности (t_{imp}) зарегистрированных сигналов. Как показано в [15–17], в момент образования и развития необратимых повреждений наблюдается изменение параметров распределения энергии и длительности импульсов АЭ, что позволяет получить аналитические зависимости $E_{imp}(t_{imp})$ и $u_m(E_{imp})$, которые коррелируют со степенью поврежденности кристаллов.

Исследуемые в настоящей работе кристаллы α -парателлуриата обладают сильной анизотропией упругих свойств [18,19]. Наиболее прочным направлением является направление [001] [18,19]. У упругих свойств кристаллов парателлуриата есть температурная зависимость [20]: кристалл остается хрупким в области температур от комнатной до 723 К и пластически деформируется при температуре $T > 0.72T_{mel}$, где T_{mel} — температура плавления [21]. По разным данным, для хрупкого состояния кристаллов TeO_2 предел упругости в направлении сжатия [001] может достигать 150 МПа, а в направлении [110] — 110 МПа [22] или 120 МПа [23]. Предел прочности кристалла TeO_2 в направлении [001] может составлять до 175 МПа, а в направлении [110] — до 134 МПа.

Основными дефектами структуры кристаллов парателлуриата являются точечные дефекты и дислокации. Основными точечными дефектами в кристаллах парателлуриата являются дефекты в анионной подрешетке с участием вакансий кислорода [24]. Дислокации в парателлуриате формируются в процессе выращивания кристалла из-за наличия термоупругих напряжений, обусловленных преимущественно технологическими факторами [25]. Присутствие дислокаций оказывает существенное влияние на затухание звуковых волн и ухудшает характеристики АО-приборов.

Настоящая работа посвящена экспериментальному исследованию дефектообразования в кристаллах TeO_2 с использованием метода АЭ. Основной задачей работы является выявление наиболее информативных АЭ-параметров, по значениям которых возможно определение критического состояния кристалла, предшествующего разрушению в процессе упругопластического деформирования. Применение методов статистического анализа данных, зарегистрированных при нагружении кристаллов с синхронной регистрацией АЭ-сигналов,

позволит выделить основные стадии его деформирования и определить пороговые значения параметров АЭ, соответствующие процессам образования и развития необратимых повреждений.

2. Методика проведения экспериментальных исследований

Эксперименты по сжатию кристалла парателлуриата проводились на универсальной испытательной машине Instron 5982. Образец кристалла TeO_2 располагали вертикально на плоской стальной пластине толщиной 8 мм. Сжатие выполняли верхним пуансоном с плавающим шарнирным основанием для обеспечения соосности оси кристалла с направлением приложения нагрузки. Изображение кристалла во время эксперимента показано на рис. 1, а. Испытания проводились на бездефектных кристаллах парателлуриата в форме параллелепипеда с размерами $6 \times 6 \times 12$ мм, предварительная дефектоскопия которых осуществлялась с использованием систем оптического (лазерная коноскопия [2]) и рентгеновского (дифрактометрия [3]) контроля. Для сравнения результатов АЭ-диагностики исследовались бездефектные и дефектные кристаллы. Были испытаны два типа образцов, которые различались ориентацией кристаллографических осей (рис. 1, б). Тип 1 был вырезан в форме параллелепипеда с длинной стороной, параллельной оси [001], тип 2 был вырезан с длинной стороной, параллельной оси [110].

Деформирование проводили перемещением верхней траверсы машины вниз со скоростью 0.01 мм/мин. Нагружение состояло из двух этапов: 1) преднагружение — повышение сжимающей нагрузки до 50 Н ($\sigma \approx 1.4$ МПа); 2) основное нагружение — плавное повышение сжимающей нагрузки до разрушения образца.

Регистрация импульсов АЭ, возникающих в процессе сжатия кристалла, осуществлялась с применением системы сбора и обработки акустических сигналов „Vallen AMSY-5“. В качестве приемных преобразователей, подключенных к системе АЭ-мониторинга, использовались квазирезонансные преобразователи „VS150-RIC“ со встроенным предусилителем с коэффициентом усиления 34 дБ. Измерительный преобразователь был установлен на волновод в виде стальной пластины и закреплён с помощью струбцин через слой контактной смазки на расстоянии 25 мм от кристалла.

Перед проведением испытаний по сжатию кристаллов были определены оптимальные параметры измерительной аппаратуры „Vallen AMSY-5“. Согласно [26], порог дискриминации импульсов АЭ (u_{th}) определяется по условию $u_{th} \geq u_n + 6$ дБ (u_{th} — порог дискриминации импульсов АЭ, u_n — максимальная амплитуда шумовых сигналов) и составил $u_{th} = 34$ дБ. Для устранения шумовых сигналов, возникающих в процессе трения верхнего пуансона испытательной машины о поверхность кристалла, полоса пропускания цифровых фильтров была

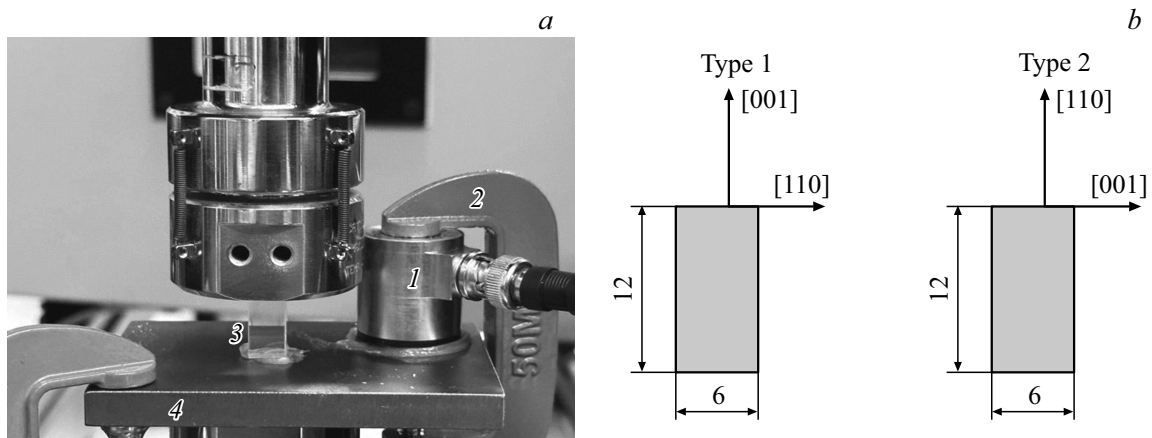


Рис. 1. Экспериментальный стенд (а) и схемы образцов кристаллов парателлурита (b): 1 — квазирезонансный преобразователь, 2 — струбцина, 3 — исследуемый кристалл, 4 — волновод.

выбрана равной $\Delta f_p = 95\text{--}850$ kHz. Для оценки качества акустического контакта между объектом контроля и приемным преобразователем на поверхности боковой грани кристалла перед каждым испытанием проводилась генерация импульсов АЭ с помощью имитатора Су-Нильсена (слом грифеля механического карандаша). В результате проведения предварительных испытаний амплитуда импульсов АЭ от слома грифеля составляла $u_m = 99.7\text{--}99.8$ dB, что указывает на низкий уровень затухания акустических сигналов в используемом волноводе.

3. Экспериментальные результаты

На начальном этапе обработки экспериментальных данных проведена оценка изменения параметров потока импульсов АЭ, зарегистрированных в процессе сжатия бездефектных кристаллов до разрушения. На рис. 2 представлены зависимости амплитуды (u_m) и длительности (t_{imp}) импульсов АЭ с наложенной кривой нагружения $\sigma(\tau)$, где σ — сжимающее напряжение, τ — время, для двух кристаллов, ориентированных в направлениях [001] и [110].

Как показано на графиках (a, b) рис. 2, на первом этапе нагружения ($\sigma \leq 1.4$ МПа; $P \leq 50$ N) бездефектного кристалла парателлурита с кристаллографическим направлением [001] отмечается отсутствие импульсов АЭ. На начальной стадии второго (основного) этапа нагружения ($P \leq 100$ N; $\sigma \leq 2.7$ МПа; $\tau = 110\text{--}125$ s) зарегистрирован поток низкоамплитудных импульсов АЭ ($u_m \leq 45$ dB), длительность которых не превышала $t_{imp} \leq 1000$ μ s, что указывает на инициацию процесса накопления микрповреждений в материале контролируемого изделия. Дальнейшее повышение приложенной нагрузки привело к повышению амплитуды и длительности регистрируемых сигналов. На $\tau = 124$ и $\tau = 135$ sec нагружения зарегистрированы локальные срывы приложенной нагрузки с

$P = 183$ N ($\sigma = 5.1$ МПа) до $P = 171$ N ($\sigma = 4.8$ МПа) и с $P = 315$ N ($\sigma = 8.8$ МПа) до $P = 282$ N ($\sigma = 7.8$ МПа) соответственно, что указывает на процесс релаксации механических напряжений при образовании новых поверхностей в процессе развития трещиноподобного дефекта (рис. 2, a, b). В моменты времени $\tau = 124$ s и $\tau = 135$ s отмечается локальное повышение амплитуды и длительности регистрируемых импульсов АЭ до значений $u_m = 100$ dB (рис. 2, a) и $t_{imp} = 60000$ мкс (рис. 2, b) соответственно. Локальное повышение длительности импульсов АЭ до $t_{imp} = 60000$ μ s может быть обусловлено процессом трения берегов развивающейся трещины [4,27] в процессе сжатия монокристалла парателлурита.

На графиках (c, d) рис. 2, представлены значения амплитуды и длительности импульсов АЭ, зарегистрированные в процессе статического сжатия бездефектного кристалла, ориентированного вдоль направления [110]. На начальном этапе нагружения образца был зарегистрирован поток импульсов АЭ, амплитуда которых достигала значения $u_m = 53$ dB. В начале второго этапа статического сжатия ($P \leq 100$ N; $\tau > 110$ s; $\sigma \leq 2.7$ МПа) отмечается появление высокоамплитудных импульсов АЭ, длительность которых достигает 12000 μ s.

В момент времени $\tau = 178$ s были зарегистрированы импульсы АЭ-амплитудой $u_m = 100$ dB (рис. 2, c) и длительностью $t_{imp} = 100000$ μ s (рис. 2, d), что указывает на возникновение непрерывной эмиссии при трении берегов магистральной трещины.

Из представленных выше результатов наблюдается общий характер изменения первичных АЭ-параметров с увеличением сжимающего напряжения для кристаллов обоих кристаллографических направлений. При достижении относительно невысоких значений сжимающих напряжений ($\sigma \leq 5$ МПа) появляются высокоамплитудные сигналы с высокой длительностью, свидетельствующие об образовании трещин и трении их берегов в процессе нагружения.

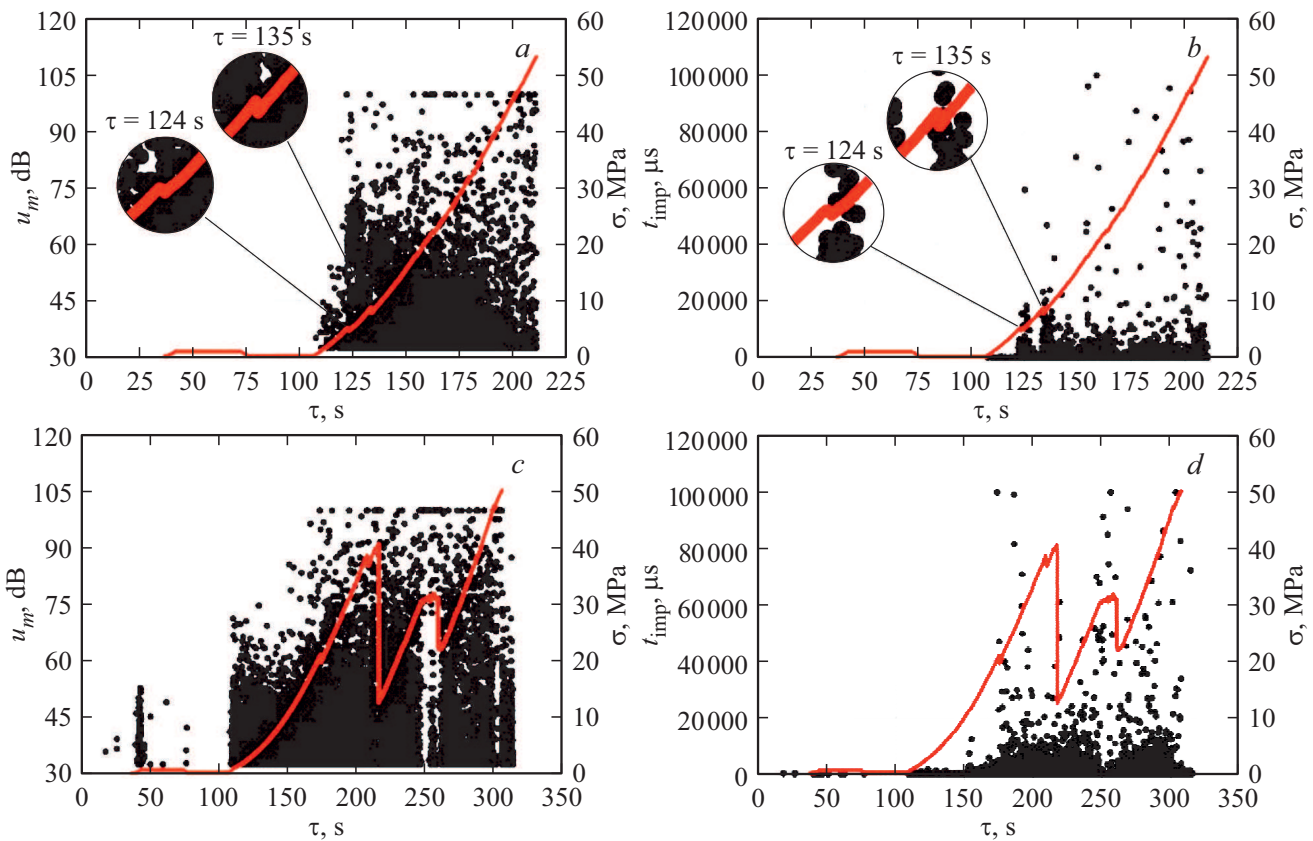


Рис. 2. Зависимости амплитуды u_m (a, c) и длительности t_{imp} (b, d) импульсов АЭ, зарегистрированные при сжатии бездефектных кристаллов парателлуриата вдоль кристаллографического направления [001] (a, b) и [110] (c, d) (красными линиями показаны кривые нагружения „напряжение σ — время τ “).

При дальнейшей обработке результатов экспериментальных исследований проведено сопоставление средних значений первичных АЭ-параметров для исследуемых бездефектных кристаллов. В качестве численных характеристик в таблице представлен результат расчета средних значений амплитуды (u_m), усредненной частоты выбросов (N_{imp}/t_{imp}), активности (\dot{N}), времени нарастания (t_ϕ), а также средних значений локально-динамического критерия (m) для оценки степени опасности источников АЭ:

$$m = \frac{\Delta N_\Sigma}{\Delta P}, \quad (1)$$

где ΔN_Σ — приращение суммы импульсов АЭ, ΔP — приращение приложенной нагрузки.

Согласно представленным в [26] рекомендациям, классификация источников АЭ осуществляется по четырем классам опасности: 1) пассивный источник АЭ ($m < 1$); 2) активный источник АЭ ($m \approx 1$); 3) критически активный источник АЭ ($1 < m \leq 6$); 4) катастрофически активный источник АЭ ($m > 6$). На начальном этапе нагружения ($P < 100$ N) бездефектного образца с кристаллографическим направлением [001] (см. рис. 2, a, b) средний уровень локально-динамического критерия составил $m = 0.2$. При дальнейшем увеличении приложенной нагрузки ($100 \text{ N} \leq P < 200 \text{ N}$; $2.7 \leq \sigma < 5.6 \text{ MPa}$)

отмечалось повышение амплитуды и активности регистрации импульсов АЭ до значений $u_m = 71.2 \text{ dB}$ и $\dot{N} = 18 \text{ imp./s}$ соответственно. Необходимо отметить, что значительные повышения первичных АЭ-параметров коррелировали по времени с зарегистрированным моментом локального срыва приложенной нагрузки с $P = 183 \text{ N}$ ($\sigma = 5.1 \text{ MPa}$) до $P = 171 \text{ N}$ ($\sigma = 4.8 \text{ MPa}$) (см. рис. 2, a, b), при этом локально-динамический критерий не превышал значения $m = 1.8$.

При обработке потока импульсов АЭ, зарегистрированных в процессе нагружения бездефектного образца, ориентированного вдоль кристаллографического направления [110] (см. рис. 2, c, d), среднее значение локально-динамического критерия при уровне приложенной нагрузки $P < 100$ N достигало $m = 5.3$. Регистрация критически активного источника акустических сигналов ($m = 5.3$) на начальном этапе нагружения не коррелирует со средними значениями параметров потока импульсов АЭ ($u_m = 48.2 \text{ dB}$, $t_\phi = 98.1 \mu\text{s}$), что затрудняет применение стандартных критериальных параметров при диагностике развивающихся повреждений в хрупких материалах. Дальнейшее повышение приложенной нагрузки привело к возникновению импульсов большой длительности и регистрации непрерывной АЭ.

Сопоставление средних значений АЭ параметров, зарегистрированных на основных этапах нагружения кристаллов парателлурита

$P_{min} \leq P < P_{max}$, Н	u_m , dB	N_{imp}/t_{imp} , kHz	\dot{N} , imp/s	t_φ , μ s	$m = \Delta N_\Sigma / \Delta P$, imp./N
Кристаллографическое направление [001] — бездефектный образец					
$0 \leq P < 100$	43.1	61.1	1.6	143.9	0.2
$100 \leq P < 200$	71.2	109.9	18	1772.1	1.8
$200 \leq P < 500$	62.6	94.63	48.9	1453.4	3.4
$500 \leq P < 1500$	67.2	100.8	50.6	1278.6	2.7
Кристаллографическое направление [110] — бездефектный образец					
$0 \leq P < 100$	48.2	68.2	31.6	98.1	5.3
$100 \leq P < 200$	47.3	65.4	27.7	87.5	3.3
$200 \leq P < 500$	47.7	74.5	33.9	183.5	2.7
$500 \leq P < 1500$	63.2	96.6	45.5	1131.6	2.8
Кристаллографическое направление [001] — образец с дефектом в виде трещины					
$0 \leq P < 100$	52.6	86.1	9	164.2	0.9
$100 \leq P < 200$	62.4	120.1	52.2	1215.9	5.5
Кристаллографическое направление [110] — образец с дефектом в виде трещины					
$0 \leq P < 100$	—	—	—	—	—
$100 \leq P < 200$	83.6	98.8	34.1	381.3	2.1

Аналогичная обработка с определением первичных параметров акустических сигналов, зарегистрированных в процессе нагружения, была проведена для двух дефектных кристаллов TeO_2 , вытянутых вдоль кристаллографических направлений [001] и [110] соответственно (см. таблицу). На начальном этапе нагружения ($P \leq 200$ Н; $\sigma \leq 5.6$ МПа) кристалла с дефектом, вытянутого вдоль направления [001], был зарегистрирован поток низкоамплитудных импульсов АЭ, средняя активность которых составляла $\dot{N} = 9$ imp./s. При этом средняя длительность зарегистрированных импульсов АЭ составила $t_{imp} = 9270$ μ s. Дальнейшее повышение приложенной нагрузки привело к значительному увеличению длительности регистрируемых импульсов АЭ и возникновению непрерывной эмиссии. При нагружении кристалла с дефектом, вытянутого вдоль направления [110] также был зарегистрирован поток низкоамплитудных импульсов АЭ, средняя длительность которых достигала $t_{imp} = 11540$ μ s. Дальнейшее повышение приложенной нагрузки привело к значительному увеличению длительности регистрируемых импульсов АЭ и возникновению непрерывной эмиссии.

Таким образом, анализ данных АЭ как бездефектных кристаллов, так и кристаллов с микротрещинами позволил установить, что для проведения отбраковки дефектных кристаллов парателлурита наиболее информативным признаком является относительное изменение

длительности импульсов АЭ при уровне приложенной нагрузки $P \leq 200$ Н ($\sigma \leq 5.6$ МПа).

Для повышения достоверности результатов АЭ-диагностики предложен алгоритм оценки изменения статистических параметров потока регистрируемых импульсов АЭ. В качестве численного параметра могут быть использованы значения квантилей эмпирических функций распределения параметра t_{imp} , рассчитанных с использованием скользящего окна. Расчет эмпирических функций распределения по выборке АЭ параметров проводился с помощью скользящей оконной функции F_W^* размером W [28]. Значение функции F_W^* рассчитывалось по приведенной ниже формуле

$$F_W^*(y) = \frac{1}{W} \sum_{i=1}^W I(X_i < y), \quad (2)$$

где W — объем выборки (размер оконной функции); I — количество АЭ параметров, удовлетворяющих условию $X_i < y$; X_i — значение АЭ-параметра из выборки $X = (X_1, \dots, X_i, \dots, X_W)$; y — пороговое значение АЭ-параметра в диапазоне $y \in [X_{min}, \dots, X_{max}]$.

В качестве примера на рис. 3 представлены формы эмпирических функций распределения длительности импульсов АЭ, рассчитанные с помощью скользящего окна размером $W = 100$ импульсов, для одного из исследуемых бездефектных образцов.

Как показано на графике 1 рис. 3, на начальном этапе нагружения бездефектного образца максималь-

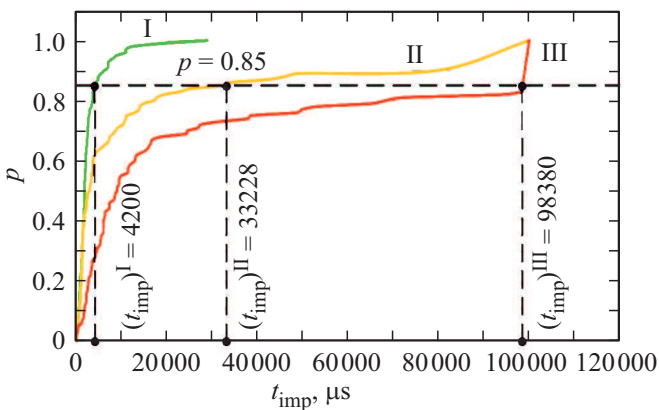


Рис. 3. Формы эмпирических функций распределения параметра t_{imp} , рассчитанные в процессе нагружения бездефектного образца, ориентированного в направлении [001]: (I) $P = 130$ Н ($\sigma = 3.6$ МПа); (II) $P = 200$ Н ($\sigma = 5.6$ МПа); (III) $P = 300$ Н ($\sigma = 8.3$ МПа).

ная длительность акустических сигналов не превышает $t_{imp} = 29950 \mu s$. При повышении приложенной нагрузки наибольшее изменение формы эмпирической функции распределения длительности регистрируется для значений квантиля $p > 0.6$. Как отмечалось ранее, при образовании и развитии магистральной трещины регистрируется поток импульсов АЭ большой длительности. В связи с этим, наиболее информативным параметром, характеризующим появление трещины в кристалле, является значение высокоуровневого квантиля эмпирической функции распределения. В качестве численного критерия, коррелирующего с уровнем поврежденности объекта контроля, было выбрано значение квантиля уровня $p = 0.85$ (см. рис. 3) эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ ($t_{imp}(p = 0.85)$). На начальном этапе нагружения бездефектного образца с кристаллографическим направлением [001] ($P = 130$ Н; $\sigma = 3.6$ МПа, кривая I на рис. 3) значение критериального параметра составило ($t_{imp}(p = 0.85)$) = $4200 \mu s$. При образовании магистральной трещины ($P = 200$ Н; $\sigma = 5.6$ МПа, кривая II на рис. 3) отмечается значительное повышение длительности регистрируемых импульсов АЭ, что приводит к увеличению квантиля до значений ($t_{imp}(p = 0.85)$) = $33228 \mu s$. При дальнейшем повышении сжимающей нагрузки ($P = 300$ Н; $\sigma = 8.3$ МПа, кривая III на рис. 3), приводящей к трению берегов развивающейся трещины, отмечается появление непрерывной эмиссии, и значение квантиля увеличивается до ($t_{imp}(p = 0.85)$) = $98380 \mu s$. Таким образом, значение высокоуровневого квантиля эмпирической функции распределения длительности ($t_{imp}(p = 0.85)$) может быть использовано в качестве критериального параметра оценки дефектности кристаллов парателлуриата.

На рис. 4 показаны результаты расчета параметра ($t_{imp}(p = 0.85)$) для всех дефектных и бездефектных

образцов с различными кристаллографическими направлениями.

Как показано на графике (а) рис. 4, на $\tau = 124$ и $\tau = 135$ секундах испытания бездефектного образца с кристаллографическим направлением [001] зарегистрированы моменты локального снижения приложенной нагрузки, возникновения которых коррелируют с повышением критериального параметра до значений $t_{imp}(p = 0.85) = 27550 \mu s$ и $t_{imp}(p = 0.85) = 29981 \mu s$ соответственно. При повышении нагрузки до $P = 500$ Н ($\sigma = 13.8$ МПа) значения критериального параметра не превышают $t_{imp}(p = 0.85) = 20000 \mu s$. На заключительном этапе нагружения кристалла ($P > 1250$ Н; $\sigma = 34.7$ МПа) отмечается значительное увеличение квантиля эмпирической функции распределения длительности. При этом в момент разрушения ($P = 1985$ Н; $\sigma = 55.1$ МПа) образца был зарегистрирован непрерывный поток акустических сигналов, для которого статистический параметр $t_{imp}(p = 0.85)$ соответствует значению $100000 \mu s$.

При обработке результатов АЭ-мониторинга процесса накопления повреждений в бездефектном образце, вытянутом в направлении [110], были зафиксированы аналогичные закономерности (рис. 4, с). На начальном этапе нагружения кристалла значения критериального параметра не превышали $t_{imp}(p = 0.85) = 20000 \mu s$. В момент времени $\tau = 175$ с зарегистрировано локальное снижение приложенной нагрузки с $P = 754$ Н до $P = 711$ Н (с $\sigma = 20.9$ МПа до $\sigma = 19.8$ МПа), возникновение которого коррелирует с повышением квантиля распределения длительности до значения $t_{imp}(p = 0.85) = 31200 \mu s$. В момент разрушения образца ($P = 1410$ Н; $\sigma = 39.2$ МПа) так же был зарегистрирован непрерывный поток импульсов АЭ, численной характеристикой которого является увеличение параметра $t_{imp}(p = 0.85)$ до $100000 \mu s$.

В результате обработки представленных экспериментальных данных в качестве численной характеристики дефектности кристалла TeO_2 авторами предлагается использовать квантиль уровня $p = 0.85$ эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ, не превышающий значения $t_{imp}(p = 0.85) \leq 20000 \mu s$.

Для верификации предложенного алгоритма на рис. 4, b представлены значения критериального параметра для образцов с дефектами. На начальном этапе нагружения дефектного кристалла, вытянутого в направлении [001] до значений ($P \leq 50$ Н; $\sigma = 1.4$ МПа) был зарегистрирован поток импульсов акустических сигналов с характерным повышением квантиля эмпирической функции распределения длительности ($t_{imp}(p = 0.85) \leq 10000 \mu s$). При повышении нагрузки до 75 Н ($\sigma = 2.1$ МПа) были зарегистрированы множественные расслоения в структуре кристалла парателлуриата, что коррелирует с повышением параметра $t_{imp}(p = 0.85)$ до значений $31000 \mu s$.

На начальном этапе нагружения дефектного кристалла с кристаллографическим направлением [110]

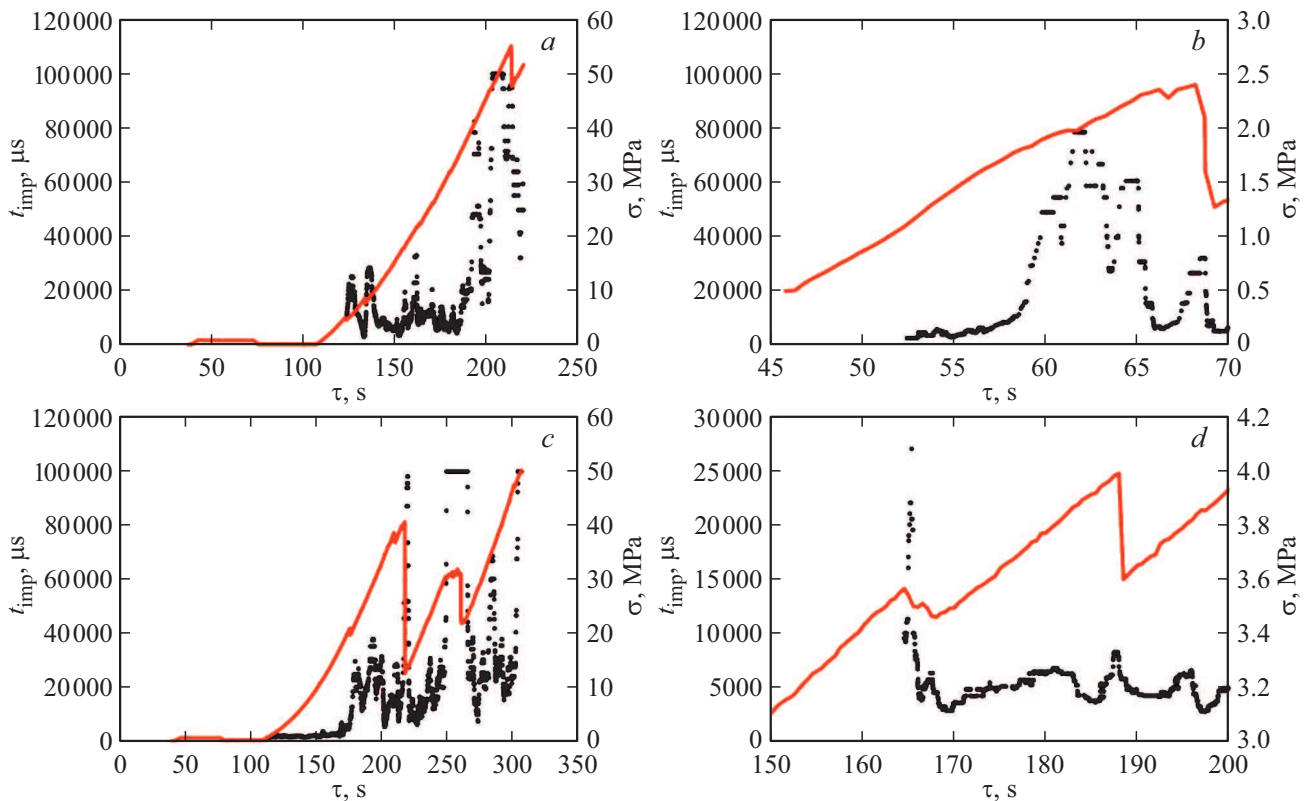


Рис. 4. Сопоставление значений критериального параметра $t_{imp}(p = 0.85)$, рассчитанного в процессе нагружения бездефектных (*a, c*) и дефектных (*b, d*) образцов, ориентированных вдоль направлений [001] (*a, b*) и [110] (*c, d*) (красными линиями указаны кривые нагружения „напряжение σ — время τ “).

(рис. 4, *d*) импульсов АЭ зарегистрировано не было. При повышении нагрузки до $P = 128\text{ N}$ ($\sigma = 3.6\text{ MPa}$) отмечается резкое повышение критериального параметра до значений $t_{imp}(p = 0.85) = 11540\text{ }\mu\text{s}$. Дальнейшее повышение приложенной нагрузки привело к развитию трещиноподобного дефекта и значительному увеличению квантиля эмпирической функции распределения длительности ($t_{imp}(p = 0.85) = 27310\text{ }\mu\text{s}$).

Таким образом, применение предложенной методики позволило оценить дефектность кристаллов парателлурифта при малых нагрузках по значениям эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ, не превышающий порогового значения $t_{imp}(p = 0.85) \leq 20000\text{ }\mu\text{s}$.

4. Заключение

Для решения рассмотренной в работе задачи дефектоскопии кристаллов парателлурифта была проведена серия экспериментальных исследований по их статическому сжатию до разрушения.

По результатам построения зависимостей амплитуды (u_m) и длительности (t_{imp}) были определены основные особенности изменения первичных АЭ-параметров, зарегистрированных в процессе статического нагружения

кристаллов парателлурифта в кристаллографических направлениях [001] и [110]. Установлен общий характер изменения первичных АЭ-параметров с увеличением сжимающего напряжения для кристаллов обоих кристаллографических направлений, при этом полученные зависимости не позволяют однозначно идентифицировать процессы образования и развития необратимых повреждений в кристаллах парателлурифта.

Показано, что при достижении относительно невысоких сжимающих напряжений ($\sigma \leq 5\text{ MPa}$) появляются высокоамплитудные сигналы с высокой длительностью, свидетельствующие об образовании трещин и трении их берегов в процессе нагружения. Предложено использование высокоуровневого квантиля эмпирической функции распределения длительности импульсов АЭ в качестве критериального параметра, используемого для идентификации дефектных кристаллов. Установлено пороговое значение квантиля эмпирической функции распределения длительности $t_{imp}(p = 0.85) \leq 20000\text{ }\mu\text{s}$, превышение которого указывает на развитие необратимых повреждений в материале контролируемого изделия при малых напряжениях ($\sigma \leq 5\text{ MPa}$).

Дальнейшим развитием предложенной методики является разработка градуировочной характеристики, позволяющей оценить степень поврежденности кристаллов по результатам АЭ-диагностики. Для решения поставлен-

ной задачи предлагается использовать многофакторный анализ, включающий в себя расчет не только временных, но и энергетических параметров потока регистрируемых сигналов. Кроме того, поскольку размеры контролируемого объекта оказывают существенное влияние на параметры сигналов акустической эмиссии, то для повышения достоверности результатов АЭ-диагностики также необходим учёт формы и размеров контролируемых кристаллов.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках выполнения работ по гранту №075-15-2021-1362 в части разработки методик проведения экспериментов, а также в рамках Государственного задания ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН в части подготовки образцов.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] A.P. Goutzoulis. Design and Fabrication of Acousto-Optic Devices. 1st ed. CRC Press, N. Y. (1994). 520 p.
- [2] A.I. Kolesnikov, R.M. Grechishkin, S.A. Tretiakov, V.Ya. Molchanov, A.I. Ivanova, E.I. Kaplunova, E.Yu. Vorontsova. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. **49**, 1, 012037 (2013).
- [3] V. Akkuratov, A. Blagov, Y. Eliovich, A. Targonskii, Y. Pisarevsky, A. Protsenko, V. Shishkov, M. Kovalchuk. J. Appl. Crystallography **55**, 1, 80 (2022).
- [4] В.И. Иванов, В.А. Барат. Акустико-эмиссионная диагностика. Спектр, М., (2017). 368 с.
- [5] А.Ю. Виноградов, Д.Л. Мерсон. Физика низких температур **44**, 9, 1186 (2018).
- [6] Л.Р. Ботвина, В.М. Кушнарченко, М.Р. Тютин, В.П. Левин, А.Е. Морозов, А.И. Болотников. Физ. мезомеханика **24**, 1, 50 (2021).
- [7] P. Louda, A. Sharko, D. Stepanchikov. Materials **14**, 9, 2090 (2021).
- [8] K. Ono. Diagnostics **58**, 2, 3 (2011).
- [9] M. Eaton, M. May, C. Featherston, K. Holford, S. Hallet, R. Pullin. J. Phys. Conf. Ser. **305**. 012086 (2011).
- [10] Ю.Г. Матвиенко, Н.А. Махутов, И.Е. Васильев, Д.В. Чернов, В.И. Иванов, С.В. Елизаров. Зав. лаборатория. Диагностика материалов **88**, 1, 69, (2022).
- [11] Ю.Г. Матвиенко, И.Е. Васильев, Д.В. Чернов. Polytech. J. **27**, 1, 39 (2023).
- [12] Э.А. Аглетдинов, А.Ю. Виноградов, Д.А. Дрозденко. Сб. материалов XX Междунар. научно-тех. Уральской школы-семинара молодых ученых-металловедов. Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Уральский федеральный ун-т им. Б.Н. Ельцина, Ключевой центр превосходства „Материаловедение перспективных металлосодержащих материалов и технологий их обработки“ (2020).
- [13] Y.T. Wong, P. Wright, M.E. Aulton. Drug Dev. Ind. Pharm. **14**, 15–17, 2109 (1988).
- [14] D. Drozdenko, J. Bohlen, F. Chmelík, P. Lukáč, P. Dobroň. Mater. Sci. Eng. A. **650**, 20 (2016).
- [15] T.L. Zoltán, L. Daróczy, E. Panchenko, Y. Chumlyakov, D.L. Beke. Materials **13**, 9, 2174 (2020).
- [16] A. Weidner, A. Vinogradov, M. Vollmer, Ph. Krooß, M.J. Kriegel, V. Klemm, Yu. Chumlyakov, T. Niendorf, H. Biermann. Acta Materialia, **220**, 117333 (2021).
- [17] L. Daróczy, T.Y. Elrasasi, T. Arjmandabasi, L.Z. Tóth, B. Veres, D.L. Beke. Materials **15**, 1, 224, (2022).
- [18] G. Arlt, H. Schweppe. Solid State Commun. **6**, 11, 783 (1968).
- [19] V.A. Lomonov, Yu.V. Pisarevski, N.L. Sizova, I.M. Silvestrova, S.I. Dohnovskaya, M.N. Cholokov. Cryst. Res. Technol. **27**, 7, 981 (1992).
- [20] I.M. Silvestrova, Y.V. Pisarevskii, P.A. Senyushenkov, A.I. Krupny, R. Voszka, I. Földvári, J. Janszky. Phys. Status Solidi A **101**, 2, 437 (1987).
- [21] А.В. Виноградов, В.А. Ломононов, Ю.А. Першин, Н.Л. Сизова Кристаллография **47**, 1105 (2002).
- [22] A. Péter, E. Fries, J. Janszky, J. Castaing. Rev. Phys. Appl. **21**, 5, 289 (1986).
- [23] Н.П. Скворцова, В.А. Ломононов, А.В. Виноградов. Кристаллография **56**, 1, 72 (2011).
- [24] А.А. Блистанов. Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. МИСиС, М. (2000). 432 с.
- [25] А.И. Колесников, О.В. Малышкина, И.А. Каплунов, А.И. Иванова, С.А. Третьяков, Р.М. Гречишкин, Е.Ю. Воронцова. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования **1**, 81 (2014).
- [26] Правила организации и проведения акустико-эмиссионного контроля сосудов, аппаратов, котлов и технологических трубопроводов (ПБ 03-593-03). Нормативные документы межотраслевого применения по вопросам промышленной безопасности и охраны недр. Сер. 03. Вып. 38. НТЦ Промышленная безопасность, М. (2003). 53 с.
- [27] S. Guohao, W. Zhengxing, K. Delian, B. Mingqing, Zh. Yang, Xu. Fengjing, P. Jiazhen. Russ. J. Nondestruct. Test. **48**, 718 (2012).
- [28] М.Б. Лагутин. Наглядная математическая статистика. Бюном. Лаборатория знаний, М. (2009). 472 с.

Редактор Т.Н. Василевская