

## Использование метода акустической эмиссии для выращивания острой трещины и оценки трещиностойкости керамических материалов

А. В. Дроздов

Институт проблем прочности им. Г. С. Писаренко НАН Украины, Киев, Украина

*Разработаны способы выращивания острой трещины и оценки характеристик трещиностойкости керамических материалов по параметрам акустической эмиссии, предполагающие использование компьютеризированной измерительно-управляющей системы и соответствующего программного обеспечения FAE 1.0. С помощью данных способов можно определять такие важные характеристики трещиностойкости керамики, как R-кривая при фиксированной скорости роста трещины и  $V - K_1$ -диаграмма в широком диапазоне скоростей докритического роста трещины.*

**Ключевые слова:** акустическая эмиссия, коэффициент интенсивности напряжений, R-кривая,  $V - K_1$ -диаграмма.

**Введение.** Керамические материалы обладают уникальным комплексом физических свойств, благодаря которым они широко используются в машино- и приборостроении, медицине и других областях техники. К сожалению, существенным ограничением, которое в настоящее время сдерживает замену конструкционных металлических материалов керамикой, является ее хрупкость или отсутствие заметных пластических деформаций при механическом нагружении и соответственно малая вязкость разрушения. Такие особенности механического поведения керамики обуславливают важность оценки ее характеристик трещиностойкости. Это может быть решающим фактором при разработке и практическом применении данных материалов.

Основной характеристикой трещиностойкости керамики является критический коэффициент интенсивности напряжений  $K_{1c}$ . Для его определения используют два основных метода: SEVNB (Single Edge V-Notch Beam) и SEPB (Single Edge Precracked Beam), которые подробно описаны и стандартизованы [1, 2]. Результаты определения трещиностойкости по методу SEPB будут наиболее корректными, так как в данном случае в образце создается острая трещина с бесконечно малым радиусом в ее вершине. Основная трудность при использовании этого метода состоит в том, что для выращивания трещины необходимы специальные механические приспособления, а ее длина является случайной неконтролируемой величиной [1]. Метод SEVNB предусматривает создание в вершине надреза образца дополнительного V-образного пропила радиусом 2–10 мкм. Учитывая, что значения  $K_{1c}$ , определяемые при испытании таких образцов, приближаются к таковым, полученным по методу SEPB [3], они могут использоваться для приближенной оценки трещиностойкости керамики.

Известно, что катастрофическому разрушению керамических материалов предшествует стадия докритического роста трещины [4]. Это явление приводит к деградации указанных материалов и в значительной степени контро-

лирует их длительную прочность. Докритический рост трещины характеризуется зависимостью ее скорости  $V$  от коэффициента интенсивности напряжений  $K_1$ , которая известна как  $V - K_1$ -диаграмма. Данная зависимость хорошо описывается степенной функцией  $V = A_1 K_1^n$  [4].  $V - K_1$ -диаграммы имеют важное практическое значение, так как используются для расчета долговечности конструктивных элементов из керамики и выбора оптимального материала, отвечающего заданным условиям эксплуатации. Обычно их получают при испытании сравнительно больших образцов по схеме двойного кручения [5]. Ввиду трудности изготовления таких образцов и ограниченного объема исследуемого материала представляет интерес получить  $V - K_1$ -диаграммы на образцах типа SEPВ, которые применяются для определения критического значения коэффициента интенсивности напряжений  $K_{1c}$ .

Еще одним важным параметром, характеризующим сопротивление керамики разрушению, является  $R$ -кривая [5], представляющая собой зависимость соответствующего докритическому росту трещины коэффициента интенсивности напряжений  $K_{1R}$  от ее длины. Форма  $R$ -кривых может быть двух видов: прямой, когда сопротивление развитию трещины не зависит от ее длины, или монотонно возрастающей, когда у керамического материала проявляется способность к повышению трещиностойкости с увеличением длины трещины. Вид  $R$ -кривых определяют структура конкретного керамического материала, наличие или отсутствие различных механизмов деформирования и разрушения на микро- и макроуровнях.

Была предпринята попытка разработать способ определения  $V - K_1$ -диаграмм и  $R$ -кривых керамики при испытании на изгиб образцов с надрезом. Этот способ предполагал наличие дополнительного параллельного упругого элемента и определение в процессе нагружения податливости образца с помощью датчика перемещения [6]. Однако он не нашел широкого применения из-за необходимости выполнения сложных аналитических расчетов и существенной погрешности получаемых результатов.

Перспективным методом для исследования процесса разрушения керамических материалов является метод акустической эмиссии (АЭ), который основан на регистрации упругих волн напряжений в ультразвуковом диапазоне частот, возникающих вследствие образования микротрещин и роста макротрещины [4]. Метод обладает высокой чувствительностью, а регистрируемые параметры АЭ, такие как суммарный счет  $N$  и скорость счета  $\dot{N}$  [7] импульсов, имеют широкий динамический диапазон изменения ( $10^6$  и более), что делает его весьма эффективным для исследования процессов разрушения керамических материалов. Ранее этот метод был успешно применен при регистрации докритического роста трещин в керамических материалах. Для ряда керамических материалов установлена непосредственная линейная зависимость суммарного счета  $N$  импульсов АЭ от длины трещины и соответственно скорости счета  $\dot{N}$  от скорости докритического роста трещины при испытании больших образцов на двойное кручение [4]. Такие испытания трудно осуществить из-за ограниченного объема исследуемого керамического материала. Перспективной является разработка способов оценки трещиностойкости керамики на основе метода АЭ при испытании на изгиб

малогабаритных образцов типа SEPВ как это предусмотрено имеющимся стандартом [1]. Метод АЭ применяли для оценки параметров трещиностойкости диоксид-циркониевой керамики при испытании образцов на изгиб [8]. Однако возникали трудности при регистрации параметров АЭ в широком диапазоне их изменения с помощью аналоговых регистрирующих приборов, при ручном расчете характеристик трещиностойкости, отмечалась неконтролируемость процесса нагружения.

С целью усовершенствования данной методики была доработана измерительно-управляющая система БИКИНТ-2 [9] и создано специальное программное обеспечение FAE 1.0 (Fracture and Acoustic Emission), что позволило представлять экспериментальные данные в цифровом виде в широком диапазоне, обрабатывать их в режиме реального времени и управлять нагружением образца по параметрам АЭ и усилию. Для испытаний использовали разработанный ранее нагружающий узел УНИК-3, который реализует изгиб малогабаритных образцов из керамики и обеспечивает минимизацию погрешностей, связанных с их возможными кручением и трением с нагружающими роликами. Узел устанавливается в стандартную испытательную машину, которая обеспечивает приложение к нему сжимающего усилия.

Блок-схема доработанной измерительно-управляющей системы приведена на рис. 1. Нагружение образца 1 при испытании на трехточечный изгиб осуществляется с помощью роликов 2. Сигналы АЭ воспринимаются малогабаритным пьезоэлектрическим преобразователем 3 диаметром 6 мм с резонансной частотой 200...220 кГц. Преобразователь прижимается к образцу резиновой лентой, для лучшей передачи акустических сигналов в зоне его контакта с испытуемым образцом наносится тонкий слой смазки. Канал измерения усилия содержит последовательно соединенные динамометр с номинальным усилием 5000 Н, блок измерения усилия и аналого-цифровой преобразователь. Канал измерения параметров АЭ включает преобразователь АЭ, предусилитель и блок измерения параметров АЭ, который осуществляет фильтрацию сигналов в диапазоне 100...500 кГц, их дальнейшее усиление, амплитудную дискриминацию, нормализацию и подсчет количества импульсов, превышающих уровень дискриминации. Цифровые сигналы усилия и суммарного счета АЭ передаются по внутренней шине измерительно-управляющей системы и с помощью адаптера цифровых интерфейсов поступают в персональный компьютер. Отличительной особенностью системы является наличие блока управления приводом испытательной машины, что позволяет реализовать быстродействующую обратную связь в процессе испытания образца как по усилию, так и по регистрируемым параметрам АЭ.

Работа компьютеризированной измерительно-управляющей системы, а именно: измерение усилия, параметров АЭ; управление приводом испытательной установки; накопление и обработка данных обеспечивается специально разработанной программой FAE 1.0, пользовательский интерфейс которой приведен на рис. 2. Программа содержит ряд меню, что позволяет определить схему нагружения, ввести размеры испытуемого образца, глубину надреза, размеры начальной и конечной длины трещины, масштабы представления регистрируемых величин, задать скорости нагружения и разгрузки образца и другие параметры. Реализуются два основных режима работы

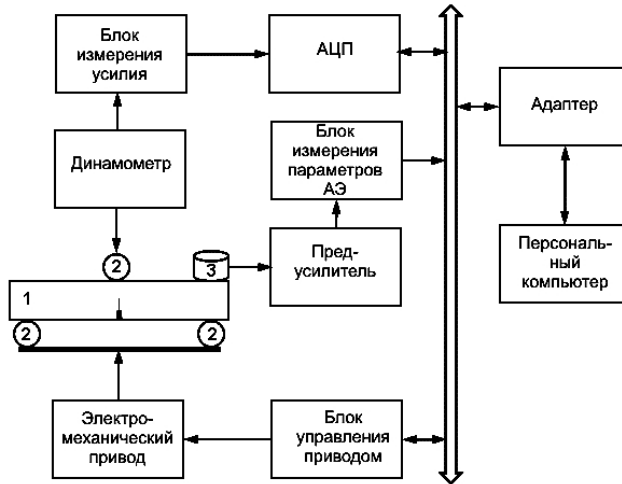


Рис. 1. Блок-схема измерительно-управляющей системы.

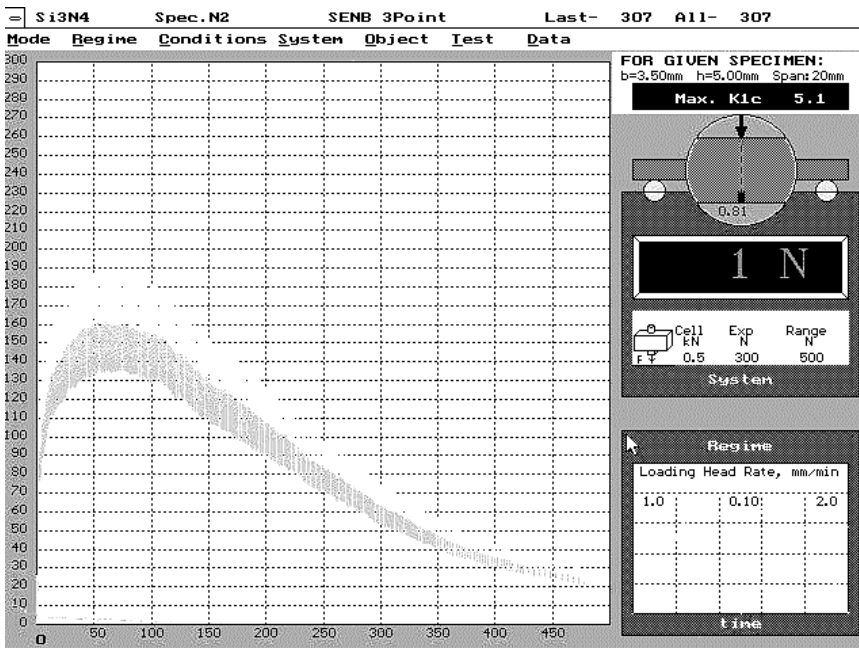


Рис. 2. Пользовательский интерфейс программы FAE 1.0 для оценки трещиностойкости керамики по параметрам АЭ.

системы при испытании образцов на трещиностойкость: циклическое нагружение по параметрам АЭ и испытание на изгиб с регистрацией АЭ.

**Циклическое нагружение по параметрам АЭ.** Данный режим обеспечивает создание острой трещины в образце в виде балки прямоугольного сечения, имеющей предварительно внесенный концентратор напряжений. В качестве концентратора может использоваться неглубокий надрез (0,4–0,7 мм). Возможно также создание концентратора напряжений в виде расположенных в ряд нескольких отпечатков индентора Виккерса или Кнуппа со сформированными в них трещинами. Процесс формирования острой трещины заклю-

чается в циклическом нагружении образца с надрезом с небольшой скоростью до получения в каждом цикле определенного приращения суммарного счета АЭ  $\Delta N_{cycle}$ , по достижении которого происходит его быстрая разгрузка. Приращение  $\Delta N_{cycle}$  задается в пределах 500...5000 имп. Кроме того, при нагружении контролируется также скорость счета АЭ. В случае если она превышает определенный уровень, скорость нагружения уменьшается и возможна остановка с последующей быстрой разгрузкой образца.

В первом цикле нагружения может наблюдаться АЭ, вызванная смятием материала под нагружающими роликами (рис. 3). В последующих циклах нагружения АЭ начинается при усилении, составляющем 95...98% максимального, достигнутого в предыдущем цикле. Это явление известно как эффект Кайзера [10]. Акустическая эмиссия, сопровождающая нагружение поликристаллических керамических материалов, может быть вызвана рассеянным по поверхности образца микрорастрескиванием в области действия растягивающих напряжений [4]. В случае нагружения образца с надрезом происходит микрорастрескивание в зоне концентрации напряжений, а именно: в устье надреза. При определенной плотности микротрещин формируется и растет магистральная трещина, что сопровождается падением максимального усилия для каждого последующего цикла (рис. 3). Необходимо отметить, что создание острой трещины в образце с надрезом по параметрам АЭ не требует значительной затраты времени и может быть выполнено за 3–5 циклов нагрузки и разгрузки. Важное значение при контролируемом развитии трещины в образце имеет жесткость нагружающего узла. При недостаточной жесткости необходимо задавать в программе небольшие значения приращения суммарного счета АЭ  $\Delta N_{cycle}$ , чтобы избежать катастрофического разрушения образца.

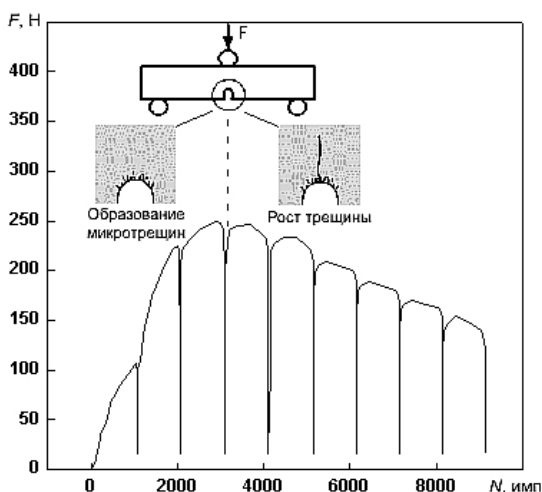


Рис. 3. Диаграмма усилие–суммарный счет АЭ при циклическом нагружении образца из нитрид-кремниевое материала.

Основополагающей закономерностью акустической эмиссии при развитии трещины в поликристаллических керамических материалах является прямо пропорциональная зависимость между приращением суммарного счета АЭ  $\Delta N$  и приращением длины трещины  $\Delta c$  [4, 8]:

$$\Delta c = A\Delta N, \quad (1)$$

где  $A$  – коэффициент пропорциональности.

Коэффициент  $A$  в общем случае зависит от размера зерен керамического материала, чувствительности аппаратуры и качества акустического контакта между образцом и преобразователем АЭ, однако при выполнении одного испытания образца он остается постоянным. Как следует из соотношения (1) и подтверждено результатами экспериментальных исследований [4], скорость счета АЭ  $\dot{N}$ , в свою очередь, прямо пропорциональна скорости докритического роста трещины.

Существование вышеуказанных зависимостей позволяет при контролируемом по параметрам АЭ циклическом изгибе образца с надрезом получить постепенно растущую трещину и по ниспадающей части диаграммы усилие–суммарный счет АЭ построить  $R$ -кривую материала образца. Причем ограничение при циклировании образца по скорости счета АЭ с помощью программы FAE 1.0 обеспечивает получение  $R$ -кривой для конкретного керамического материала при фиксированной скорости докритического роста трещины. При построении  $R$ -кривой необходимо для расчета ввести, по крайней мере, два значения длины трещины, а именно: начальное  $c_i$  и конечное  $c_f$ , а также соответствующие значения суммарного счета  $N_i$  и  $N_f$ . Промежуточные значения длины трещины  $c$  определяли по формуле

$$c = c_i + A\Delta N = c_i + \frac{c_f - c_i}{N_f - N_i}(N - N_i), \quad (2)$$

где  $N$  – текущее значение суммарного счета АЭ.

Текущее значение коэффициента интенсивности напряжений  $K_1$  при трехточечном изгибе образца с трещиной для каждого цикла нагружения рассчитывали следующим образом [11]:

$$K_1 = \frac{3aF}{2bw^{3/2}}(c/w)^{1/2}Y(c/w), \quad (3)$$

где  $a$  – расстояние между наружными нагружающими роликами;  $b$ ,  $w$  – ширина и высота образца соответственно;  $F$  – усилие;  $Y$  – геометрический фактор,

$$Y(c/w) = \frac{1,99 - (c/w)(1 - c/w)[2,15 - 3,93c/w + 2,7(c/w)^2]}{(1 + 2c/w)(1 - c/w)^{2/3}}. \quad (4)$$

В процессе циклического нагружения образца непрерывно регистрируется скорость счета импульсов АЭ, в случае ее возрастания скорость нагружения автоматически понижается, и наоборот. Такая обратная связь по усилию и скорости счета АЭ позволяет избежать катастрофического разрушения образца, достигая в каждом цикле нагружения контролируемого приращения длины трещины.

Для определения  $R$ -кривой горячепрессованного нитрида кремния испытывали образец шириной  $b = 3,5$  мм и высотой  $w = 5$  мм на трехточечный изгиб с расстоянием между наружными нагружающими роликами  $a = 20$  мм. Образец имел надрез глубиной 0,68 мм. Нагружение образца осуществлялось при начальной скорости 1,0 мм/мин до усилия, составляющего 85% максимально достигнутого в предыдущем цикле, затем скорость автоматически снижалась до 0,05 мм/мин, и далее нагружение контролировалось по параметрам АЭ. Заданное приращение суммарного счета АЭ в цикле составляло  $\Delta N_{cycle} = 1000$  имп при ограничении максимальной скорости счета до 100 имп/с. После 22 циклов нагружения и падения максимального усилия при циклировании образца ниже 100 Н испытание прекращали. С помощью оптического микроскопа определяли конечное значение длины трещины, которое вводилось для расчетов.  $R$ -кривая для горячепрессованного нитрида кремния, полученная с использованием программы FAE 1.0, представлена на рис. 4. Как видно, сопротивление керамики разрушению не зависит от приращения трещины, что соответствует приведенным в работе [12] результатам для такого типа материала. Важной особенностью получения  $R$ -кривых является то, что в каждом цикле нагружения и соответственно для каждого приращения длины трещины достигается коэффициент интенсивности напряжений  $K_{1R}$ , соответствующий определенной скорости докритического роста трещины, в частности для испытываемого горячепрессованного нитрида кремния скорость роста трещины составляет приблизительно  $1 \cdot 10^{-5}$  м/с.

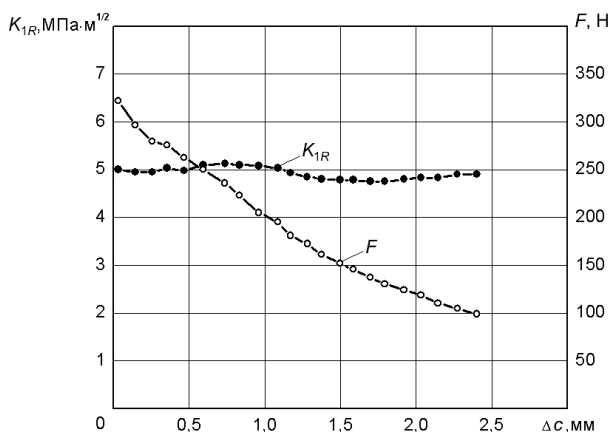


Рис. 4.  $R$ -кривая для образца из горячепрессованного нитрида кремния.

**Испытание на изгиб с регистрацией АЭ.** Этот режим предназначен для построения  $V - K_1$ -диаграммы, а также для определения критического коэффициента интенсивности напряжений  $K_{1c}$  на образцах типа SEPВ, подготовленных с использованием данного метода. Длину предварительно созданной острой трещины  $c_i$  в образце из горячепрессованного нитрида кремния измеряли с помощью оптического микроскопа, затем образец устанавливали в нагружающий узел УНИК-3 для испытания в условиях трехточечного изгиба с непрерывной регистрацией параметров АЭ. Для того чтобы при нагружении образца проявлялась стадия докритического роста трещины, его нагружали со сравнительно небольшой постоянной скоростью (не более 0,05 мм/мин)

вплоть до полного разрушения. В процессе нагружения непрерывно регистрировали сигналы АЭ с интервалом 0,2 с. После разрушения образца конечную длину трещины  $c_f$  определяли по хорошо заметной границе между зоной докритического роста трещины и зоной катастрофического разрушения, наблюдаемой на изломе образца.  $V - K_1$ -диаграмма, полученная для образца из горячепрессованного нитрида кремния, представлена на рис. 5. Коэффициент интенсивности напряжений  $K_1$  для этого материала возрастал от 4,77 до 5,96 МПа $\sqrt{м}$  в диапазоне скоростей  $4 \cdot 10^{-8} \dots 4,1 \cdot 10^{-3}$  м/с, а показатель степени  $n$  докритического роста трещины составлял 60.

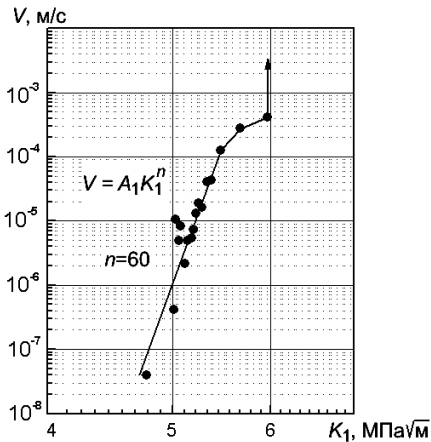


Рис. 5.  $V - K_1$ -диаграмма для образца из горячепрессованного нитрида кремния. ( $A_1$  – параметр докритического роста трещины.)

Полученные характеристики трещиностойкости горячепрессованного нитрида кремния с использованием метода АЭ удовлетворительно согласуются с результатами исследований такого типа материала, проведенных в [12, 13], что может свидетельствовать о применимости метода АЭ для оценки трещиностойкости керамики. Необходимо отметить, что использование метода АЭ ограничивается только поликристаллическими керамическими материалами, он не может быть применен для монокристаллов, у которых развитие трещины практически не сопровождается процессом АЭ. Целью дальнейших исследований в данном направлении может стать развитие использования метода АЭ для оценки характеристик трещиностойкости широкого круга поликристаллических керамических материалов, а также изучение закономерностей микрорастрескивания и роста макротрещин при нагружении.

**Заключение.** Разработаны способы выращивания острой трещины и оценки характеристик трещиностойкости керамических материалов по параметрам АЭ, позволяющие при минимальных временных затратах создать острую трещину в образце. На основе существующих прямых зависимостей между приращением длины трещины и суммарным счетом АЭ, а также между скоростью роста трещины и скоростью счета АЭ с помощью предложенных способов можно определять важные характеристики трещиностойкости керамических материалов, а именно:  $R$ -кривую при фиксированной скорости роста трещины и  $V - K_1$ -диаграмму в широком диапазоне скоростей докритического роста трещины.



## Резюме

Розроблено способи вирошування гострої тріщини й оцінки характеристик тріщиностійкості керамічних матеріалів за параметрами акустичної емісії, що передбачають використання комп'ютеризованої вимірювально-керуючої системи та відповідного програмного забезпечення FAE 1.0. За допомогою даних способів можна визначати такі важливі характеристики тріщиностійкості кераміки, як  $R$ -крива при фіксованій швидкості росту тріщини та  $V - K_I$ -діаграма у широкому діапазоні швидкостей докритичного росту тріщини.

1. *ISO 15732:2003*. Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) – Test Method for Fracture Toughness of Monolithic Ceramics at Room Temperature by Single Edge Precracked Beam (SEPB) Method.
2. *ISO 23146:2012*. Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) – Test Methods for Fracture Toughness of Monolithic Ceramics – Single-Edge V-Notch Beam (SEVNB) Method.
3. Гогоци Г. А. Изучение трещиностойкости керамики на образцах с V-образным надрезом // Пробл. прочности. – 2000. – № 1. – С. 120 – 127.
4. Эванс А. Г., Лэнгдон Т. Г. Конструкционная керамика. – М.: Металлургия, 1980. – 256 с.
5. *Wachtman J. B., Cannon W. R., and Matthewson M. J.* Mechanical Properties of Ceramics. – 2nd edition. – New York: Wiley, 2009. – 479 p.
6. Боровик В. Г., Ковалев С. П., Чушко В. М. Трещиностойкость керамических материалов при управляемом росте трещины. Сообщ. 1. Методика эксперимента // Пробл. прочности. – 1994. – № 5. – С. 69 – 77.
7. *ДСТУ 2374-94*. Розрахунки на міцність та випробування технічних виробів. Акустична емісія. Терміни та визначення. – Чинний з 25.02.1994.
8. *Drozdov A. V., Galenko V. O., Gogotsi G. A., and Swain M. V.* Acoustic emission during micro- and macrocrack growth in Mg-PSZ // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1991. – **74**, Issue 8. – P. 1922 – 1927.
9. Дроздов А. В., Кутняк В. В., Неговский А. Н. Экспериментальное оборудование для оценки характеристик прочности керамических материалов // Пробл. прочности. – 1999. – № 5. – С. 117 – 126.
10. *Грешников В. А., Дробот Ю. Б.* Акустическая эмиссия. Применение для испытанных материалов и изделий. – М.: Изд-во стандартов, 1976. – 272 с.
11. *ASTM E399*. Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. – Philadelphia, 1991.
12. *Trice R. W. and Halloran J. W.* Mode I fracture toughness of a small-grained silicon nitride: orientation, temperature, and crack length effects // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1999. – **82**, Issue 10. – P. 2633 – 2640.
13. *Kübler J.* Fracture Toughness of Ceramics Using the SEVNB Method; Round Robin // VAMAS Report No. 37/ESIS Document D2-99, EMPA, Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research, Dübendorf, 1999.

Поступила 13. 12. 2012