

УДК 669.018.25; 534.08; 534.8  
ББК К.34

**Игорь Евгеньевич Калашиников,**  
доктор технических наук, ведущий научный сотрудник,  
Институт металлургии и материаловедения  
им. А. А. Байкова Российской академии наук  
(119991, Россия, г. Москва, Ленинский просп., 49)  
e-mail: kalash2605@mail.ru

**Людмила Константиновна Болотова,**  
старший научный сотрудник,  
Институт металлургии и материаловедения  
им. А. А. Байкова Российской академии наук  
(119991, Россия, г. Москва, Ленинский просп., 49)  
e-mail: ludbol@bk.ru

**Любовь Ивановна Кобелева,**  
кандидат технических наук, старший научный сотрудник,  
старший научный сотрудник,  
Институт металлургии и материаловедения  
им. А. А. Байкова Российской академии наук  
(119991, Россия, г. Москва, Ленинский просп., 49)  
e-mail: likob@mail.ru

**Наталья Борисовна Подымова,**  
кандидат физико-математических наук,  
Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова,  
(119991, Россия, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 2,)  
e-mail: prodymova@mail.ru

**Александр Алексеевич Карабутов,**  
доктор физико-математических наук, профессор  
(119991, Россия, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 62)  
e-mail: aak@ilc.edu.ru

### **Применение лазерного оптико-акустического метода для определения упругих модулей металломатричных композиционных материалов, модифицированных тугоплавкими наночастицами**

Предложен и экспериментально реализован лазерный оптико-акустический метод измерения упругих модулей изотропных алюмоматричных композиционных материалов. Метод основан на измерении фазовых скоростей термооптически возбуждаемых импульсов продольных и сдвиговых акустических волн в исследуемых образцах. Композиционные образцы были изготовлены методом реакционного литья с замешиванием в расплав алюминия микрочастиц титана и наночастиц синтетического алмаза.

*Ключевые слова:* алюмоматричные композиционные материалы, реакционное литье, микро- и наноразмерные частицы, микроструктура, лазерный оптико-акустический метод, продольные и сдвиговые акустические волны, упругие модули.

**Igor Evgenyevich Kalashnikov,**  
Doctor of Technical Sciences, Leading Researcher,  
Metallurgy and Materials Science Institute named after A. A. Baykov  
the Russian Academy of Science  
(49 Leninsky Avenue, Moscow, Russia, 119991)  
e-mail: kalash2605@mail.ru

**Lyudmila Konstantinovna Bolotova,**  
Senior Researcher,  
Metallurgy and Materials Science Institute named after A. A. Baykov  
the Russian Academy of Science  
(49 Leninsky Avenue, Moscow, Russia, 119991)  
e-mail: ludbol@bk.ru

**Lyubov Ivanovna Kobeleva,**  
Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher,  
Metallurgy and Materials Science Institute named after A. A. Baykov  
the Russian Academy of Science  
(49 Leninsky Avenue, Moscow, Russia, 119991)  
e-mail: likob@mail.ru

**Natalia Borisovna Podymova,**  
Candidate of Physical and Mathematical Sciences,  
The Moscow State University named after M. V. Lomonosov  
(p. 2 Leninskiye Gory, 1, Moscow, Russia, 119991)  
e-mail: npodymova@mail.ru

**Alexander Alekseyevich Karabutov,**  
Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor  
The Moscow State University named after M. V. Lomonosov  
(p. 62 Leninskiye Gory, 1, Moscow, Russia, 119991)  
e-mail: aak@ilc.edu.ru

### **Application of Laser Optoacoustic Method for the Study of Elastic Modules of Metal Matrix Composite Materials, Modified by Refractory Nanoparticles**

The laser optoacoustic method of elastic modules measurement of isotropic aluminum matrix composites is proposed and experimentally realized. The method is based on measurements of phase velocities of thermo-optically excited pulses of longitudinal and shear acoustic waves in samples under study. The composite samples were manufactured by reactive cast of aluminum with titanium microparticles and nanoparticles of synthetic diamond mixed into the melt.

*Keywords:* aluminum-matrix composite materials, reaction casting, micro- and nanosized particles, microstructure, laser opto-acoustic method, longitudinal and shear acoustic waves, elastic moduli.

Проблема неразрушающего контроля композиционных материалов (КМ) по фактическому состоянию является весьма актуальной, поскольку дефекты и изменения структуры материала, возникающие при изготовлении и в процессе эксплуатации изделий, могут существенно влиять на их свойства. Например, в процессе старения материала уменьшение упругих модулей может составлять до 15–20 % [3]. Поэтому разработка оперативных неразрушающих методов, позволяющих контролировать локальные изменения прочностных характеристик материала не только в процессе изготовления, но и при эксплуатации изделий, имеет большое научно-практическое значение, в частности, для определения остаточного ресурса деталей или изделий.

Целью настоящей работы является разработка и реализация лазерного оптико-акустического метода измерения упругих модулей гетерофазных композиционных материалов. Метод основан на лазерном термооптическом механизме возбуждения ультразвука [1], измерении фазовых скоростей продольных и сдвиговых акустических волн в образцах и расчёте модулей Юнга, сдвига и коэффициента Пуассона согласно теории упругости. Основное преимущество лазерного оптико-акустического метода перед традиционными ультразвуковыми методиками, использующими пьезо-электрические излучатели [4], заключается в возможности эффективного возбуждения коротких

и мощных зондирующих ультразвуковых импульсов, необходимых для достоверной диагностики сильно поглощающих и рассеивающих звук композиционных материалов.

Принцип работы лазерной оптико-акустической системы схематически показан на рис. 1. Лазерный импульс поглощается в специальном оптико-акустическом (ОА) источнике, что приводит к неоднородному нестационарному нагреву приповерхностного слоя и возникновению в нём механических напряжений. При этом в ОА источнике возбуждается импульс давления – ультразвуковой импульс продольных акустических волн (ОА сигнал). При использовании импульсных лазеров с модуляцией добротности амплитуда ОА сигналов может достигать десятков мегапаскалей, а их спектр простирается от долей до сотен мегагерц. Таким образом, импульсный оптико-акустический эффект позволяет получать мощные широкополосные ультразвуковые сигналы, применение которых в системах ультразвуковой неразрушающей диагностики и контроля композиционных материалов представляется весьма перспективным.

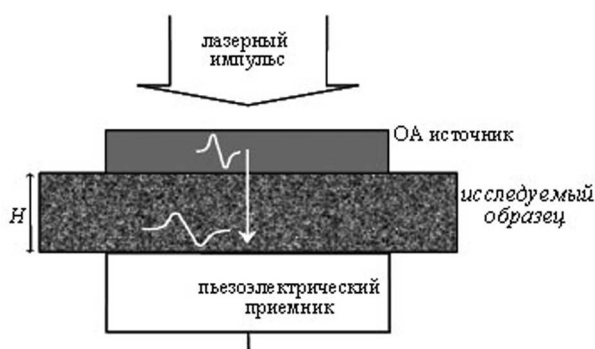


Рис. 1. Принцип работы лазерной оптико-акустической системы

В настоящей работе используется излучение импульсного Nd:YAG-лазера с модуляцией добротности (длина волны излучения 1,064 мкм, длительность импульса  $10 \div 12$  нс, энергия в импульсе  $10 \div 15$  мДж). При поглощении лазерного импульса в специальном ОА источнике, представляющем собой плоскопараллельную пластину из оптического стекла СЗС-22, в нём возбуждается ультразвуковой импульс продольных акустических волн – опорный импульс. Этот импульс распространяется в исследуемом образце и регистрируется широкополосным пьезоприемником, находящимся в акустическом контакте с образцом. Для обеспечения такого контакта ОА источник, образец и пьезоприемник разделяются слоями иммерсионной жидкости (дистиллированной воды). Локальность тестирования в латеральном направлении определяется поперечным размером излучаемого ультразвукового пучка, совпадающего с характерным диаметром лазерного пучка. Основные характеристики лазерной оптико-акустической системы приведены в табл. 1.

Таблица 1

Основные характеристики лазерной оптикоакустической системы

Рабочий частотный диапазон	$0,2 \div 50$ МГц
Амплитуда давления ультразвуковых импульсов	$0,001 \div 10$ МПа
Толщина исследуемых образцов	$0,1 \div 70$ мм
Локальность тестирования в поперечном направлении	$1 \div 2$ мм

На рис. 2 показан пример временной формы опорного ультразвукового импульса и импульса, прошедшего через образец алюмоматричного композита [2].

При отсутствии существенной дисперсии абсолютное значение фазовой скорости продольных акустических волн в исследуемом образце определяется как:

$$c_L = \frac{2H}{\Delta T_L}, \quad (1)$$

где  $\Delta T_L$  – разность времён прихода на пьезоприемник ультразвукового импульса, однократно прошедшего образец, и опорного импульса ОА источника. Интервал  $\Delta T_L$  измеряется по моментам

перехода сигналов через «нуль» от фазы сжатия (положительная полуволна) к фазе разрежения (отрицательная полуволна). Из теоретической модели распространения широкополосных ОА сигналов в сильнопоглощающей или рассеивающей ультразвуком среде [1] следует, что наиболее близка к фазовой скорости волны скорость распространения «нулевой» точки временного профиля двухполярного импульса.

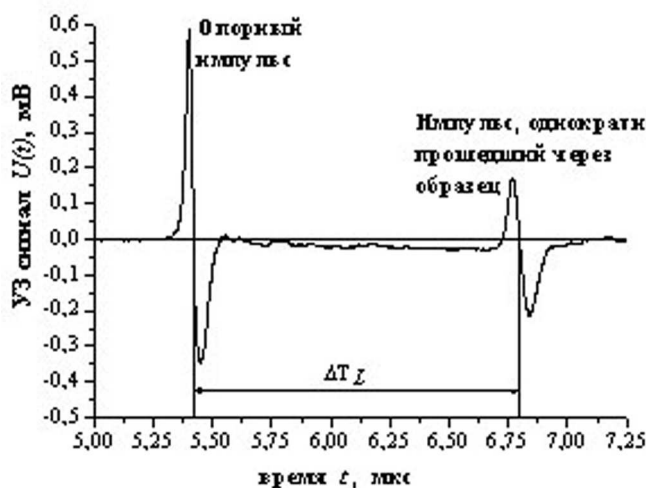


Рис. 2. Временная форма опорного и прошедшего через образец алюмоматричного композита импульсов продольных ультразвуковых волн

Измерение фазовой скорости поперечных (сдвиговых) акустических волн  $c_s$  проводилось с использованием оптико-акустического метода при поглощении лазерного импульса в самом исследуемом образце (см., например [8–10]). На рис. 3 представлена типичная временная форма акустического сигнала, возбуждаемого в образце алюмоматричного композита при поглощении импульса Nd:YAG-лазера с модуляцией добротности и не вызывающего повреждения поверхности образца.

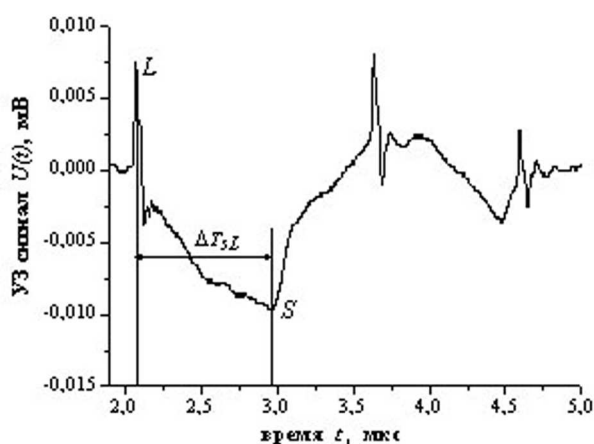


Рис. 3. Типичная временная форма акустического сигнала, возбуждаемого при поглощении лазерного импульса в образце алюмоматричного композита

Возбуждаемый импульс продольных волн  $L$  является однополярным (сжатие), фаза разрежения появляется из-за дифракции ультразвука в образце. Импульс сдвиговых акустических волн возбуждается при отражении импульса  $L$  от облучаемой акустически свободной поверхности образца (граница воздух – образец). Регистрируемая форма волны  $S$  (рис. 3) определяется акустическим полем сдвиговой волны, трансформируемой в продольную при переходе из образца в слой

иммерсионной жидкости. При этом на форму волны  $S$  влияет не только диаграмма направленности возбуждаемой сдвиговой волны, но и зависимость коэффициента трансформации от её угла падения на границу раздела (образец – иммерсионная жидкость), а также конечность апертуры пьезоприемника. Поэтому регистрируемый импульс  $S$ , определяемый сдвиговой волной, сильно растянут по сравнению с импульсом продольных волн  $L$ , а момент прихода отрицательного пика сигнала  $S$  определяется временем распространения сдвиговой волны по образцу. Импульсы, следующие после этого сигнала, представляют собой переотражения импульса продольных волн  $L$  в образце и в слое иммерсионной жидкости между образцом и пьезоприемником. По измеренной разности  $\Delta T_{sL}$  времен прихода на пьезоприемник максимума импульса  $L$  и минимума импульса  $S$  и по измеренной с использованием описанной выше методики скорости продольных акустических волн  $c_L$  определяется скорость сдвиговых волн в образце:

$$c_S = \frac{H}{(\Delta T_{sL} + H/c_L)}. \quad (2)$$

Малая длительность импульсов продольных и сдвиговых волн обеспечивает достаточно высокую относительную точность измерения фазовых скоростей  $\delta(C_L) \approx 0,5 \%$ ,  $\delta(C_s) \approx 1,5 \div 2 \%$ . Для продольных ультразвуковых волн величина  $\delta(c_L)$  определяется в основном погрешностью измерения толщины образцов  $\delta H \approx 0,5 \%$ . Для сдвиговых ультразвуковых волн величина  $\delta(c_s)$  определяется в основном точностью измерения значения  $\Delta T_{sL}$ , т. е. локализацией минимума импульса  $S$ :  $\delta(\Delta T_{sL}) \approx 1,5 \div 2 \%$  (рис.3).

Расчёт значений модуля Юнга  $E$ , модуля сдвига  $G$  и коэффициента Пуассона  $\nu$  в образцах производится по формулам:

$$E = \rho c_s^2 [(3c_l^2 - 4c_s^2) / (c_l^2 - c_s^2)] \quad (3)$$

$$G = \rho c_s^2 \quad (4)$$

$$\nu [(c_l^2 - 2c_s^2) / (2c_l^2 - 2c_s^2)], \quad (5)$$

где  $\rho$  – плотность образца, полученная по результатам взвешивания в воздухе. Максимальная относительная погрешность измерения упругих модулей в применяемом лазерном оптико-акустическом методе определяется точностью измерения фазовых скоростей продольных и сдвиговых акустических волн и составляет для модуля Юнга  $\delta E = 6 \%$ , модуля сдвига –  $\delta G = 4 \%$ , коэффициента Пуассона –  $\delta \nu = 5 \%$ .

В качестве исследуемых образцов были взяты поликристаллические КМ на базе матрицы из алюминия с добавлением частиц титана (5 масс. %) со средним диаметром 100 мкм (образцы серии 1) или смеси частиц титана с наночастицами алмаза (0,25 масс. %) со средним диаметром 50 нм (серия 2) и 150 нм (серия 3). Образцы были получены методом реакционного литья с замешиванием в матричный расплав порошка из наполнителей. В результате реакции в матрице образуются интерметаллидные фазы, влияющие на упругие свойства КМ. Размер и объёмное содержание интерметаллидных фаз зависят от длительности выдержки композиционного расплава до разлива [6]. Для сравнения таким же образом выплавляли образец из алюминия чистотой 99,99 % (обр. 1).

Структуру, химический и фазовый состав исходного матричного сплава и полученных образцов КМ исследовали методами оптической микроскопии на микроскопе Лейка DM ILM и растровой электронной микроскопии на микроскопе QUANTA 200 3D, снабжённом системой EDS для микроанализа.

На рис. 4 представлены структуры образцов КМ 1.1, 1.2, 1.3 и 1.4. Видно, что структура образцов КМ серии 1 состоит из матричного твёрдого раствора и включений интерметаллидов. Такие включения интерметаллидов характеризуются максимальной прочностью связи по поверхностям раздела, обусловленной малым решёточным несоответствием новых фаз и матрицы, а также высокой термической стабильностью. Размеры и форму интерметаллидных фаз можно регулировать путём выбора режимов совмещения компонентов, участвующих в реакциях in-situ [7]. Согласно микрорентгеноспектральному анализу интерметаллиды имеют состав  $Al_3Ti$ . При выдержке расплава до разлива более 20 мин игольчатые включения  $Al_3Ti$  превращаются в блочные. Также видно, что с увеличением длительности выдержки расплава увеличивается размер интерметаллидных включений. Подобные картины изменения структуры наблюдаются и для образцов серий 2 и 3, т. е. происходит преобразование игольчатых интерметаллидов в блочные и увеличение их размеров в зависимости от длительности выстаивания композиционного расплава перед разливкой.

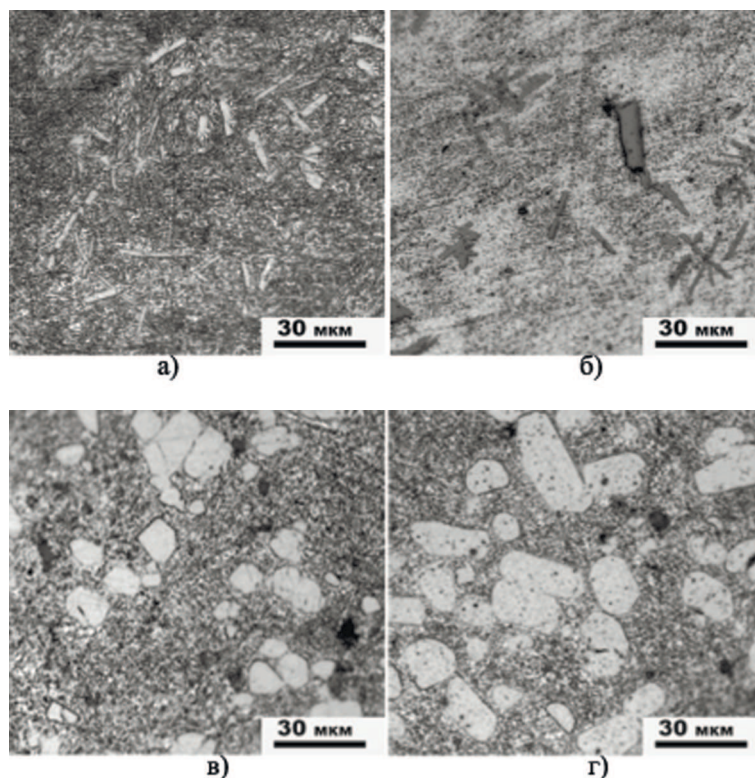


Рис. 4. Структура образцов КМ серии 1: (1.1 – а, 1.2 – б, 1.3 – в, 1.4 – г).

На рис. 5 показано изменение объёмной доли и среднего размера частиц интерметаллидных фаз Al-Ti в зависимости от длительности выдержки расплава перед разливкой. Видно, что во всех случаях объёмная доля фаз растёт с увеличением длительности выдержки расплава до разливки. Размеры частиц интерметаллидных фаз с выдержкой увеличиваются примерно в три раза, кроме образцов КМ с добавками нанопорошков алмаза размером 50 нм. Можно сказать, что модифицирующий эффект применения наноразмерных порошков синтетического алмаза проявляется в ограничении размеров частиц новой фазы во всем интервале исследуемых выдержек. В случае добавления в КМ порошков алмаза размером 150 нм (серия 3) структура изменяется аналогично только при выдержках до 60 мин. При больших выдержках композиционного расплава (более 60 мин) наблюдается увеличение скорости роста частиц интерметаллидов, т. е. влияние добавок алмаза (150 нм) на межфазную гетеродиффузию оказывается незначительным.

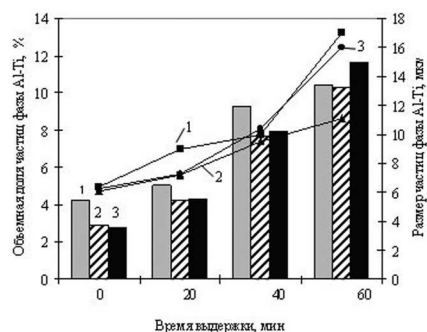


Рис. 5. Объёмная доля (а) и средний размер (б) частиц интерметаллидных фаз в зависимости от времени выдержки расплава до разливки. Состав образцов по шихте: 1 – Al+5 %Ti, 2 – Al+5 %Ti+ 0,25 вес. % C (50 нм), 3 – Al+5 %Ti+ 0,25 вес. % C (150 нм).

Было исследовано влияние морфологии и количества новых синтезируемых интерметаллидных фаз на изменение физических свойств КМ. Образцы КМ можно считать изотропными по механическим и акустическим свойствам, поскольку распределение интерметаллидных включений по объему образцов практически однородно. Поэтому величины скоростей продольных и сдвиговых ультразвуковых волн считали не зависящими от направления распространения волны в образце.

Образец алюминия был использован в качестве тестового. Как видно из табл. 2, измеренные значения фазовых скоростей продольных и сдвиговых акустических волн и упругих модулей совпадают со справочными в пределах погрешностей измерений. Это говорит о достоверности результатов, получаемых лазерным оптико-акустическим методом.

Таблица 2

Сравнение результатов оптико-акустических измерений и справочных данных [6] для образца алюминия

	$c_L, \times 10^3$ м/с	$c_s, \times 10^3$ м/с	E, ГПа	G, ГПа	$\nu$
Справочные данные	6,26	3,08	69 ÷ 72	25 ÷ 26,5	0,31 ÷ 0,33
Результаты ОА измерений	6,28 ± 0,03	3,13 ± 0,05	71 ± 3	26 ± 1	0,34 ± 0,01

Параметры исследованных образцов КМ и результаты измерений упругих модулей представлены в табл. 3. Для наглядности зависимости упругих модулей от длительности выдержки расплава до разливки представлены на рис. 6.

Таблица 3

Режим изготовления (длительность выдержки расплава до разливки при  $T = 750 - 800$  ° С) и результат измерений упругости КМ

Серия	Образец	Выдержка расплава мин	Плотность $\rho, \text{г/см}^3$	E, ГПа	G, ГПа	$\nu$
КМ серия 1	1.1	2	2,702	65 ÷ 3	24 ÷ 1	0,36 ÷ 0,01
	1.2	20	2,685	68 ÷ 3	25 ÷ 1	0,34 ÷ 0,01
	1.3	60	2,725	79 ÷ 4	30 ÷ 1	0,32 ÷ 0,01
	1.4	90	2,754	80 ÷ 4	30 ÷ 1	0,33 ÷ 0,01
КМ серия 2	2.1	2	2,530	66 ÷ 3	25 ÷ 1	0,34 ÷ 0,01
	2.2	20	2,649	68 ÷ 3	25 ÷ 1	0,35 ÷ 0,01
	2.3	60	2,618	68 ÷ 4	25 ÷ 1	0,35 ÷ 0,01
	2.4	90	2,626	68 ÷ 4	26 ÷ 1	0,35 ÷ 0,01
КМ серия 3	3.1	2	2,634	71 ÷ 3	22 ÷ 1	0,38 ÷ 0,01
	3.2	20	2,580	56 ÷ 3	20 ÷ 1	0,38 ÷ 0,01
	3.3	60	2,511	63 ÷ 4	23 ÷ 1	0,36 ÷ 0,01
	3.4	90	2,612	63 ÷ 4	23 ÷ 1	0,36 ÷ 0,01

Как видно, значения упругих модулей в образцах КМ серии 1 возрастают с увеличением длительности выдержки расплава до разливки, что связано с ростом объёмной доли интерметаллидной фазы Al<sub>3</sub>Ti, упрочняющей матрицу. Некоторое уменьшение значений упругих модулей при модифицировании КМ наноразмерными частицами можно объяснить увеличением доли межфазных границ интерметаллидной матрицы в результате измельчения интерметаллидной фазы. У образцов серии 2 (модифицирование порошками алмаза размером 50 нм) значения модуля Юнга выше, чем у образцов серии 3, что подтверждает эффективность применения модифицирующих частиц с достаточно малыми размерами, т. е. наноразмерных модификаторов. Важным представляется и тот факт, что у образцов серии 1 при выдержках расплава до разливки 60 и 90 мин значения модулей Юнга максимальны. Это говорит о совершенстве межфазных границ, формирующихся при длительных выдержках расплава. Однако большой разброс значений модулей при всех режимах изготовления этих КМ связан с размерной нестабильностью интерметаллидов.

Таким образом, разработанный лазерный оптико-акустический метод даёт возможность проводить экспериментальный анализ влияния химического и фазового состава, размеров и концентрации упрочняющих частиц на упругие свойства композиционных материалов. Кроме того, данный метод позволяет осуществлять неразрушающую диагностику упругих свойств композиционных материалов по фактическому состоянию. Такая диагностика является необходимой на этапе отработки и совершенствования технологии изготовления новых материалов, а также для выявления «слабых» мест с меньшей прочностью в материале перед изготовлением деталей и изделий.

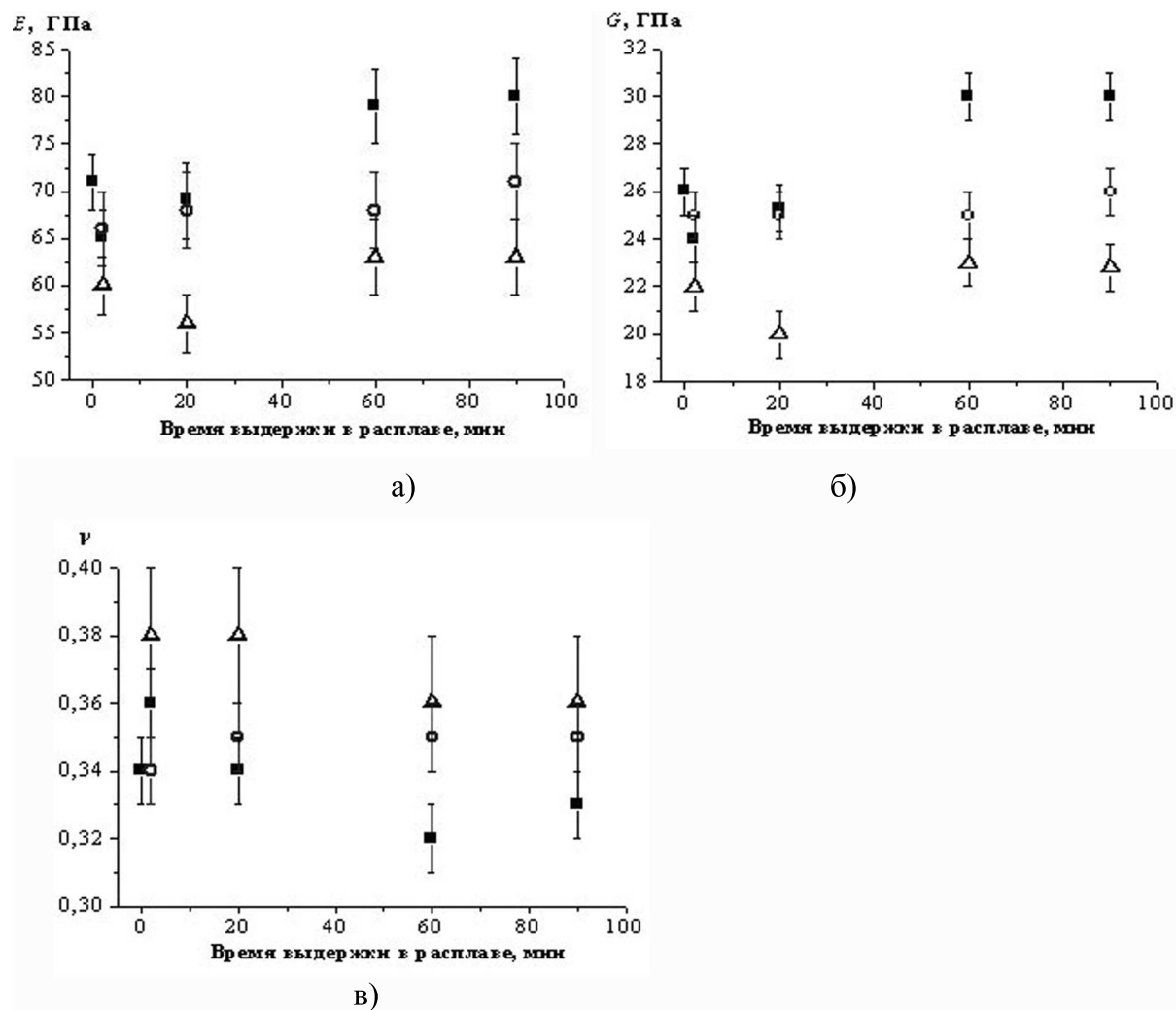


Рис. 6. Результаты оптико-акустических измерений упругих модулей образцов КМ. Серия № ■ – 1, ○ – 2, △ – 3.

#### Список литературы

1. Гусев В. Э., Карабутов А. А. Лазерная оптоакустика. М.: Наука, 1991. 304 с.
2. Карабутов А. А., Кобелева Л. И., Подымова Н. Б., Чернышова Т. А. Измерение упругих модулей композиционных материалов, упрочнённых частицами, лазерным оптико-акустическим методом // Заводская лаборатория: диагностика материалов. 2009. Т. 75. №3. С. 27–33.
3. Прикладная механика композитов / под ред. Ю. М. Тарнопольского. М.: Мир, 1989. 358 с.
4. Труэлл Р., Эльбаум Ч., Чик Б. Ультразвуковые методы в физике твёрдого тела. М.: Мир, 1972. 307 с.
5. Физические величины: справочник / ред. И. С. Григорьев, Е. З. Мейлихов. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.
6. Чернышова Т. А. [и др.]. Влияние тугоплавких наночастиц на модификацию структуры металломатричных композитов // Металлы. 2007. № 3. С. 79–84.
7. Чернышова Т. А., Калашников И. Е., Болотова Л. К., Кобелева Л. И. Получение аломатричных композиционных материалов с наноразмерными модификаторами методами жидкофазного совмещения // ФХОМ. 2006. № 1. С. 85–90.



8. Aindow A. M., Dewhurst R. J., Hutchins D. A., Palmer S. B. Laser-generated ultrasonic pulses at free metal surfaces // J. Acoust. Soc. Am. 1981. V. 69. № 2. P. 449–455.
9. Bescond C., Audoin B., Deschamps M., Qian M. Measurement by laser generated ultrasound of the stiffness tensor of an anisotropic material // Acta Acustica. 2002. V. 88. № 1. P. 50–59.
10. Hurley D. H. Laser-generated thermoelastic acoustic sources in anisotropic materials // J. Acoust. Soc. Am. 2004. V. 115. № 5. P. 2054–2058.

### References

1. Gusev V. E., Karabutov A. A. Lazernaya optoakustika. M.: Nauka, 1991. 304 s.
2. Karabutov A. A., Kobeleva L. I., Podymova N. B., Chernyshova T. A. Izmerenie uprugikh modulei kompozitsionnykh materialov, uprochnennykh chastitsami, lazernym optiko-akusticheskim metodom // Zavodskaya laboratoriya: diagnostika materialov. 2009. T. 75. №3. S. 27–33.
3. Prikladnaya mekhanika kompozitov / pod red. Yu. M. Tarnopol'skgo M.: Mir, 1989. 358 s.
4. Truell R., El'baum Ch., Chik B. Ul'trazvukovye metody v fizike tverdogo tela. M.: Mir, 1972. 307 s.
5. Fizicheskie velichiny: spravochnik / red. I. S. Grigor'ev, E. Z. Meilikhov. M.: Energoatomizdat, 1991. 1232 s.
6. Chernyshova T. A. [i dr.]. Vliyanie tugoplavkikh nanochastits na modifikatsiyu struktury metallomatrichnykh kompozitov // Metally. 2007. № 3. S. 79–84.
7. Chernyshova T. A., Kalashnikov I. E., Bolotova L. K., Kobeleva L. I. Poluchenie alyumomatrichnykh kompozitsionnykh materialov s nanorazmernymi modifikatorami metodami zhidkofaznogo sovmeshcheniya // FKhOM. 2006. № 1. S. 85–90.
8. Aindow A. M., Dewhurst R. J., Hutchins D. A., Palmer S. B. Laser-generated ultrasonic pulses at free metal surfaces // J. Acoust. Soc. Am. 1981. V. 69. № 2. P. 449–455.
9. Bescond C., Audoin B., Deschamps M., Qian M. Measurement by laser generated ultrasound of the stiffness tensor of an anisotropic material // Acta Acustica. 2002. V. 88. № 1. P. 50–59.
10. Hurley D. H. Laser-generated thermoelastic acoustic sources in anisotropic materials // J. Acoust. Soc. Am. 2004. V. 115. № 5. P. 2054–2058.

*Статья поступила в редакцию 19.05.2014*