

УДК 539.422

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ МИКРОНЕОДНОРОДНОСТЕЙ ПРИ НАГРУЖЕНИИ ПРОЗРАЧНОГО МОДЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА

© 2014 г. А.А. Быков¹, Ш.А. Мухамедиев², А.Н. Шишко¹

¹Московский физико-технический институт
(государственный университет), Долгопрудный

²Институт физики Земли им. О.Ю. Шмидта РАН, Москва

aleks-bykov@yandex.ru

Поступила в редакцию 02.07.2014

Предложен новый метод оптического исследования микродефектов при одноосном сжатии образцов из прозрачного материала. В поле зрения микроскопа прослеживается эволюция микроструктуры вплоть до возникновения магистральных трещин. Выявлены и проанализированы процессы возникновения новых и изменения размеров уже имеющихся микродефектов.

Ключевые слова: одноосное нагружение, эволюция микродефектов, хрупкое разрушение.

Начиная с классической работы Гриффитса [1], в которой были заложены основы механики трещин и выдвинутые теоретические положения подверглись тщательной экспериментальной проверке, широкое развитие получили экспериментальные исследования влияния макроскопических дефектов на прочность материалов и конструкций, а также на кинетику хрупкого разрушения. Помимо этого, с целью выявления эффективных механических характеристик композитов и обоснования математических оценок этих характеристик проводились испытания структурно неоднородных материалов (например, [2]). Отличительной особенностью отмеченных работ являлось то, что исследовались образцы с макроскопическими и, как правило, заранее заготовленными дефектами или неоднородностями [3]. Естественная микроструктура уже разрушенных образцов изучалась, например, средствами электронной микроскопии [4]. В то же время с развитием теоретических представлений о процессах, предвещающих возникновение магистральных трещин, в том числе и о процессах подготовки землетрясений [5], появилась необходимость исследования эволюции врожденной микроструктуры материалов при их продолжающемся нагружении. В основном эта задача решалась путем изучения косвенных признаков кинетики микроразрушения, чаще всего с помощью анализа акустической эмиссии [6], что далеко не всегда позволяло однозначно трактовать важнейшие особенности процессов. Таким образом, к настоящему времени возникла насущная потребность в развитии методов прямого визуального контроля развития микродефектов, позволяющего в перспективе сделать надежные заключения о закономер-

ностях подготовки макроразрушения. Основной целью статьи является краткое описание разработанного авторами метода определения концентрации и характеристик достаточно большого количества микронеоднородностей в материале, исследование изменений микронеоднородностей в процессе одноосного сжатия образцов и определение основных особенностей их поведения с помощью статистической обработки полученного массива данных.

Известно, что при облучении лазером частицы с характерным размером порядка или меньше длины волны излучения рассеивают свет (рассеяние Рэлея и Ми [7]), и при наблюдении они воспринимаются как точечные источники света. Данный эффект используется в методе particle image velocimetry [8] для определения поля скоростей в газе или жидкости, а также для определения распределения по размерам частиц в коллоидных растворах [9]. Так как микронеоднородности можно рассматривать как некоторые частицы в однородной среде, то в прозрачном материале возможно их обнаружение с помощью указанного выше эффекта.

Для исследования использовалась экспериментальная установка АСИС-1, рабочая часть которой схематически изображена на рис. 1а. На схеме показаны испытуемый цилиндрический образец 1, который сжимается двумя штоками 2 и просвечивается лазерным лучом 3. На область 5 образца, засвеченную лазером, настраивается микроскоп 4. В экспериментальной установке используется микроскоп БПС-9, оснащенный USB-окуляром DCM-900, соединенным с ЭВМ. Установка позволяет задать постоянную скорость укорочения образца, которая варьировалась от 0,01 до 0,05 мм/мин. В процессе нагружения непрерывно регистрируются вертикальная деформация и нормальное напряжение сжатия.

На рис. 1б схематически показано, каким образом формируется изображение на цифровой матрице USB-окуляра какого-либо точечного источника света. Оптическая система 10 часть расходящейся сферической волны 7 от точечного источника 6, попадающей в соответствующий телесный угол, преобразует в сходящуюся сферическую волну 8 [10]. Матрица цифровой камеры устанавливается в точку 9, где сходящаяся волна фокусируется. В действительности волна из-за интерференционных эффектов, комы и астигматизма системы фокусируется не в точку, а в некоторое пятно [10].

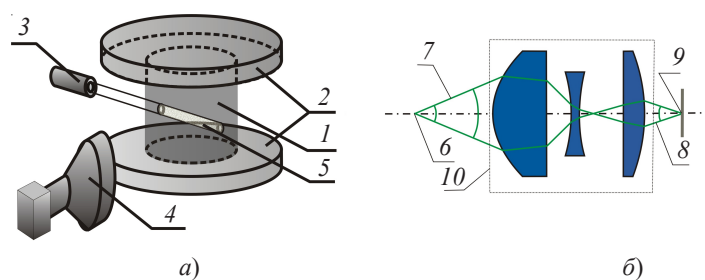


Рис. 1

На рис. 2а показана полученная с помощью микроскопа цифровая фотография подсвеченных лазером микронеоднородностей (для лучшего восприятия изображение инвертировано). Каждое изображение в оттенках серого цвета представляет собой двухмерный набор чисел I_{ij} , называемых пикселями. Значение пикселя пропорционально энергии излучения, попавшего на определенную точку матрицы фотоаппарата за время выдержки. Видно, что на снимке содержится большое количество

ство ярких пятен, каждое из которых занимает несколько рядом стоящих пикселей. Каждое такое пятно можно считать потенциальным изображением микродефекта в материале.

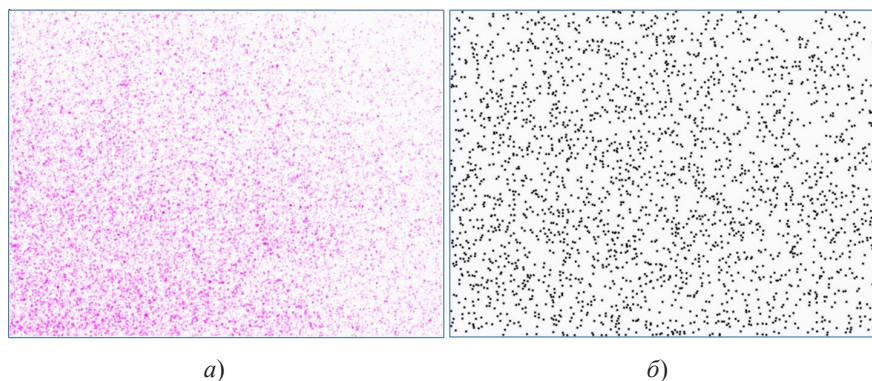


Рис. 2

Оптическая система характеризуется глубиной резкости. Это разность между минимальным и максимальным расстояниями, при которых точечный источник света фокусируется на пленке или матрице камеры в малое пятно, которое еще может восприниматься как точка. Для используемого оборудования глубина резкости была оценена как 1 мм, при этом зона видимости составляет 2×2 мм. Таким образом, эффективный макрообъем, в котором могут быть обнаружены микронеоднородности, постоянен в процессе эксперимента и составляет 4 мм^3 . В случае если источник света не попадает в рассматриваемую область, то его излучение воспринимается как часть шумового фона на фотографии. Изменение количества обнаруженных микронеоднородностей свидетельствует об изменении концентрации достаточно крупных для обнаружения дефектов в среде.

Для определения относительных характеристик микронеоднородностей по их изображению на фотографии в работе [11] авторами был предложен следующий метод. Согласно литературным данным (например, [7, 9]), если частица имеет характерный размер менее $1/15$ длины монохроматической волны, то рассеиваемая ею энергия излучения пропорциональна квадрату ее объема. Если частица крупнее, то справедливо более слабое утверждение: рассеиваемая энергия увеличивается с увеличением размера частицы. Как было отмечено, часть рассеиваемой микронеоднородностью энергии, попадающей в соответствующий телесный угол, оптическая система отображает на цифровой матрице в виде пятна, размеры и дифференциальная по площади интенсивность I окрашивания которого зависят от условий фокусировки. Тем не менее, общий поток электромагнитной энергии, попадающей на матрицу при различных положениях ее относительно частицы, остается неизменным и может быть принят в качестве объективной оптической характеристики объема микронеоднородности. В дальнейшем эта характеристика будет называться яркостью и обозначаться L .

Яркое пятно на фотографии, являющееся изображением точечного источника света, представляет собой несколько рядом стоящих пикселей, значения которых заметно отличаются от фоновых. Для удобства дальнейшей количественной обработки и интерпретации данных изображение каждого наблюдаемого микродефекта относилось не к группе, а к единственному пикселю, которому и приписывалась

яркость соответствующего пятна L . Результаты подобной обработки фотографии, представленной на рис. 2а, показаны на рис. 2б, где черными точками на белом фоне указаны пиксели, являющиеся изображениями микродефектов. Критерий выбора изображающего пикселя – это максимум его значения среди близлежащих пикселей в окне 5×5 и, естественно, заметное превышение размером пикселя фоновых значений. Яркость L определялась следующим образом. В случае если найден пиксель, где находится изображение микронеоднородности, то в окрестности этой точки интенсивность I аппроксимировалась квадратичной функцией

$$I(x, y) = I_0 + I_x x + I_y y + I_{xx} x^2 + 2I_{xy} xy + I_{yy} y^2, \quad (1)$$

где x и y – декартовы координаты, значения x_i, y_j которых соответствуют положению пикселя. Коэффициенты в зависимости (1) вычислялись из системы уравнений $I(x_i, y_j) = I_{ij}$, после чего определялась область Ω , на границе которой $I(x, y) = 0$. Яркость L точки рассчитывалась из условия

$$L = \int_{\Omega} I(x, y) dx dy. \quad (2)$$

В качестве модельного материала была выбрана хвойная канифоль, из которой выплавлялись цилиндрические образцы длиной от 64 до 77 мм и диаметром 30 мм. Этот материал содержит большое количество микронеоднородностей (в дальнейшем – частиц), которые можно обнаружить с помощью монохроматического излучения.

В ходе эксперимента исследуемый образец деформировался с постоянной скоростью, причем в процессе деформации производилась фотосъемка подсвеченного образца с периодичностью 4 с и максимально возможной выдержкой 3,5 с, которую позволяет установить аппаратура. Затем полученный массив фотографий обрабатывался, и для каждой фотографии определялось общее количество частиц, зафиксированных в макрообъеме, который попадает в поле зрения микроскопа, и строилась гистограмма распределения частиц по яркости L . На рис. 3 для четырех различных образцов показаны характерные зависимости от времени нагружения t общего количества X_0 частиц в исследуемом макрообъеме.

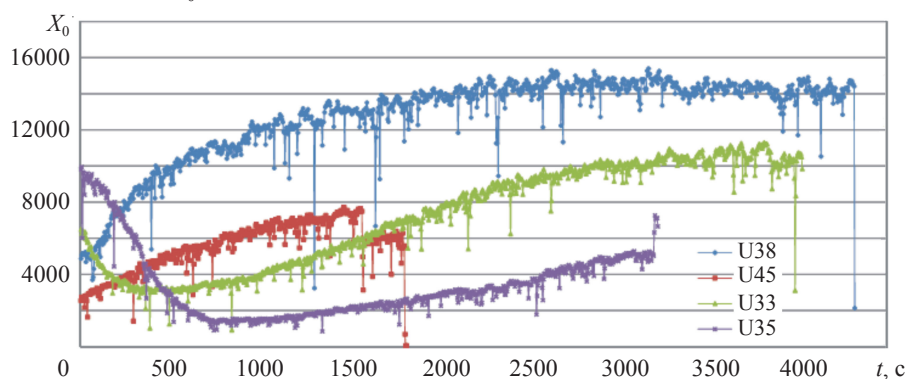


Рис. 3

Из приведенных кривых видно, что количество обнаруженных частиц у части образцов в начале нагружения растет, у части образцов – падает, но в любом случае, начиная с некоторого момента, устойчиво возрастает, причем чаще к окончанию процесса нагружения общее количество частиц превышает первоначальное. Раз-

личное поведение на начальном участке кривых на рис. 3 можно частично объяснить тем, что для изготовления образцов использовалась канифоль различных производителей, а также в процессе изготовления не контролировалась температура расплавленной канифоли перед заливкой ее в форму. Отмеченные факторы могут влиять на геометрические характеристики микронеоднородностей. Существенное влияние на характер кривых, видимо, оказывает и тот факт, что зона видимости (площадь которой в горизонтальном сечении составляет 0,3% от площади сечения образца) в каждом из образцов занимает разное положение по горизонтали относительно будущего места возникновения макротрещины. Очевидно, что наблюдаемое увеличение общего количества частиц происходит либо за счет роста малых частиц, которые изначально не обнаруживались, либо в результате зарождения новых. Независимо от причины появления новых частиц в поле зрения будем называть их возникающими.

Следует отметить особенность, которая возникает из-за использования аппаратуры с длительной выдержкой. Если в процессе съемки произойдет некоторое качание оптической системы из-за того или иного воздействия, то каждое изображение частицы на цифровой матрице также будет смещаться, и неяркое изображение может перестать выделяться над фоновыми шумами и не будет обнаружено. В результате на зависимостях (см. рис. 3) будут наблюдаться отдельные точки с резко уменьшенной ординатой. Это обстоятельство, тем не менее, не мешает количественно определить общий тренд.

С целью анализа кинетики возникновения и изменения размера частиц множество наблюдаемых частиц было разбито на N классов соответственно яркости L . В каждый класс попадают частицы, яркость которых находится в некотором диапазоне значений. Таким образом, в различные моменты времени известно число частиц X_i , $i = 1, \dots, N$, принадлежащих i -му классу, что дает, в частности, возможность определять статистические распределения частиц по яркости и эволюцию этих распределений во времени. Вследствие того, что в процессе деформирования образца поле зрения микроскопа смещается относительно среды по вертикали, то возможность проведения анализа изменения каких-либо характеристик микроструктуры со временем подразумевает, что в вертикальном направлении любые распределения частиц статистически однородны. В качестве примера исследования эволюции микроструктуры анализируются данные, полученные для образца U38. Для этого образца общее количество X_0 частиц разбивалось на $N = 100$ классов по яркости L .

На рис. 4а показаны распределения частиц по яркости L в начальный момент времени и спустя 400, 800, 1200 и 1600 секунд после начала нагружения образца. Распределения в каждый момент времени имеют четко выраженный пик, причем в процессе нагружения пик смещается в сторону более ярких частиц, что свидетельствует об увеличении размеров частиц. Рисунок 4б иллюстрирует зависимости количества частиц различной яркости от времени с начала нагружения. Видно, что количество частиц маленьких размеров с яркостью L , изменяющейся от 5 до 6 единиц, в процессе нагружения непрерывно уменьшается, количество частиц промежуточных размеров с яркостью от 15 до 16 и от 21 до 22 единиц в начальный момент увеличивается, затем начинает монотонно падать. Количество крупных частиц в процессе нагружения непрерывно и монотонно растет.

Результаты, представленные на рис. 4 и 5, позволяют детально проанализировать некоторые особенности процесса эволюции микродефектов. Были поставлены

задачи определить, в какие классы по яркости с большей вероятностью входят вновь возникающие частицы и сколько частиц суммарно приходит и уходит из каждого класса в секунду в результате изменения размеров уже обнаруженных микронеоднородностей.

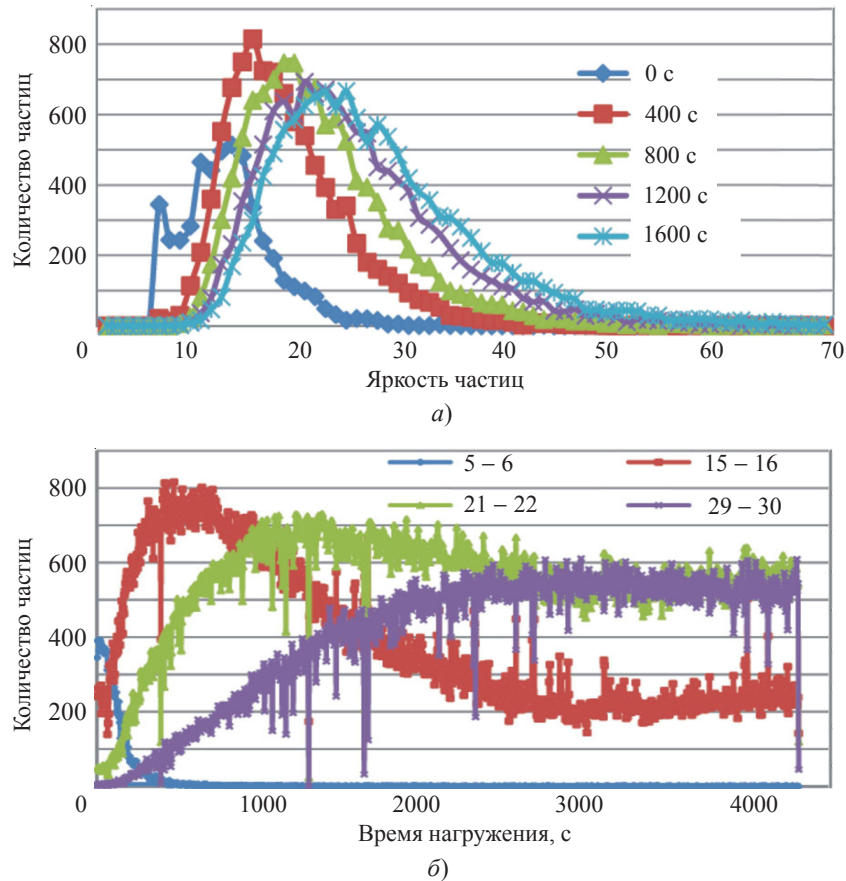


Рис. 4

Пусть функция $X_0(t)$ представляет собой зависимость общего количества наблюдаемых частиц от времени, $X_i(t)$ – зависимость от времени количества частиц i -го класса или, что то же, i -го размера. Очевидно, что изменение функции $X_i(t)$ происходит как за счет изменения общего количества частиц $X_0(t)$, так и за счет изменения размера частиц, находящихся в поле зрения и принадлежащих другим классам по яркости. Обозначим вероятность того, что вновь возникающая частица будет обладать размером i , как p_{i0} . Через φ_{is} обозначим скорость изменения $X_i(t)$ за счет изменения размеров уже обнаруженных частиц всех размеров. Считаем, что справедливо следующее равенство:

$$\frac{dX_i(t)}{dt} = p_{i0} \frac{dX_0(t)}{dt} + \varphi_{is}, \quad i = 1, \dots, N. \quad (3)$$

Предположим, что параметры p_{i0} и φ_{is} за какой-либо промежуток времени постоянны. Тогда требуется подобрать такие их значения, чтобы наилучшим образом в этот промежуток времени выполнялись зависимости, показанные на рис. 3 и 4б.

Определение параметров p_{i0} и Φ_{is} в (3) производилось методом наименьших квадратов. Полученные при обработке значения p_{i0} и Φ_{is} для различных промежутков времени деформирования образца показаны на рис. 5.

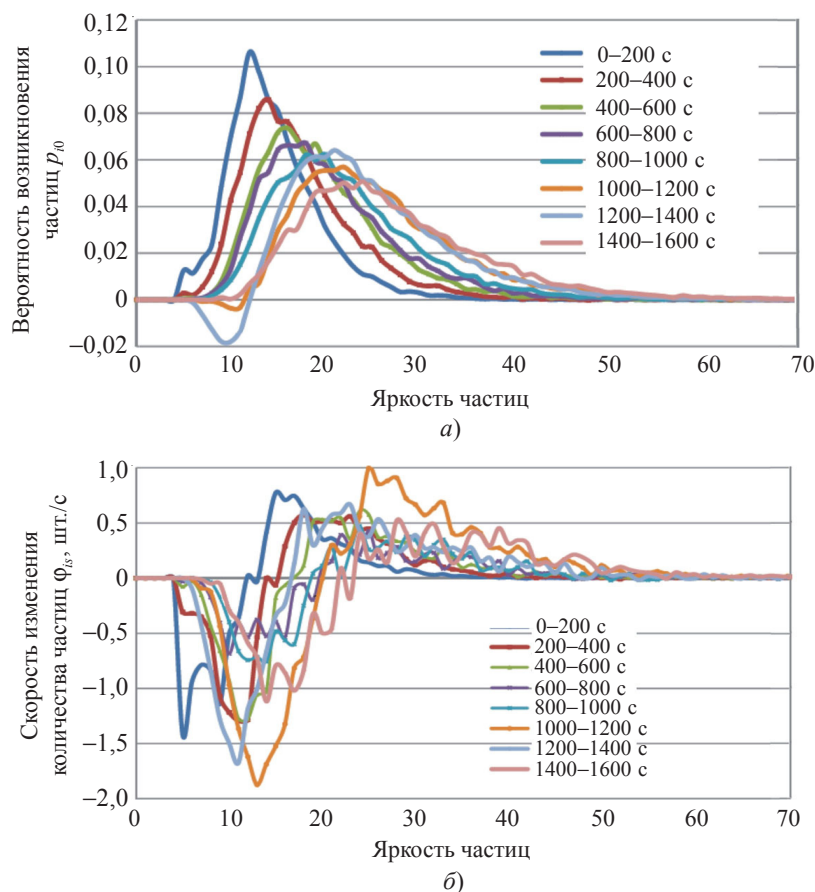


Рис. 5

Из приведенных на рис. 5а графиков видно, что вероятность возникновения новых частиц зависит от их размера. При этом зависимость p_{i0} от размера является функцией с пиковым значением, которое при повышении сжимающих напряжений смещается в сторону больших частиц. Рисунок 5б показывает, что количество малых частиц за счет изменения размера обнаруженных частиц убывает, а количество крупных растет. Отсюда можно сделать заключение, что в процессе нагружения размеры микронеоднородностей растут.

Выводы

Предложен новый метод визуализации эволюции микродефектов (частиц) при нагружении образцов из прозрачного материала, облучаемого монохроматическим светом, и разработаны способы обработки получаемых экспериментальных данных. Интерпретация результатов основывается на том, что увеличение яркости частиц соответствует увеличению их размера. Метод опробован на примере одноосного сжатия (вплоть до макроразрушения) образцов из хвойной канифоли, которая содержит микродефекты различного размера, причем у начального распределения

частиц по размерам наблюдается выраженный пик. При нагружении материала с постоянной скоростью деформации концентрация частиц на начальном этапе либо уменьшается, либо увеличивается, но при достаточно продолжительном нагружении общее количество частиц растет. Несмотря на монотонный характер нагружения на макроуровне, на микроуровне наблюдаются сложные немонотонные процессы возникновения новых и перераспределения по размерам имеющихся частиц. В процессе нагружения и при росте общего количества частиц вероятность возникновения крупных частиц увеличивается, вероятность возникновения малых частиц уменьшается. Перераспределение частиц по размерам происходит таким образом, что при увеличении общего количества частиц количество малых частиц уменьшается за счет увеличения их размеров, количество крупных частиц растет как за счет возникновения новых частиц, так и за счет укрупнения малых частиц. Представляется, что предложенный способ является перспективным для изучения микроскопических процессов подготовки макроразрушения.

Список литературы

1. *Griffith A.A.* The phenomena of rupture and flow in solids // *Phil. Trans. R. Soc. London. Ser. A.* 1921. Vol. 221. P. 163–198.
2. *Herakovich C.T.* Mechanics of composites: A historical review // *Mech. Res. Commun.* 2012. Vol. 41. P. 1–20.
3. Fracture mechanisms in soft rock: Identification and quantification of evolving displacement discontinuities by extended digital image correlation / T.L. Nguyen, S.A. Hall, P. Vacher, G. Viggiani // *Tectonophysics.* 2011. Vol. 503. P. 117–128.
4. An electron microscopy appraisal of tensile fracture in metallic glasses / D.T.A. Matthews, V. Ocelík, P.M. Bronsveld, J.Th.M. De Hosson // *Acta Materialia.* 2008. Vol. 56. P. 1762–1773.
5. Закономерности переходных режимов сейсмического процесса по данным лабораторного и натурного моделирования / В.Б. Смирнов, А.В. Пономарев, П. Бернар, А.В. Патонин // *Физика Земли.* 2010. № 2. С. 17–49.
6. *Michlmayr G., Cohen D., Or D.* Sources and characteristics of acoustic emissions from mechanically stressed geologic granular media: A review // *Earth-Science Reviews.* 2012. Vol. 112. P. 97–114.
7. *Ван де Хюлст Г.* Рассеяние света малыми частицами. М.: ИЛ, 1961. 536 с.
8. *Adrian R.J.* Particle-imaging techniques for experimental fluid mechanics // *Ann. Rev. Fluid Mech.* 1991. Vol. 23. P. 261–304.
9. *Кругляков П.М., Хаскова Т.Н.* Физическая и коллоидная химия: Учебное пособие. М.: Высшая школа, 2005. 319 с.
10. *Чуриловский В.Н.* Теория оптических приборов. М.: Машиностроение, 1966. 564 с.
11. *Быков А.А., Мухамедиев Ш.А., Шшишко А.Н.* Новый метод обнаружения, определения концентрации и распределения по относительным размерам микронеоднородностей в прозрачных материалах // *Аэрофизика и космические исследования: Тр. 56-й науч. конф. МФТИ.* Т. 2. М.–Долгопрудный–Жуковский, 2013. С. 45–46.

EXPERIMENTALLY STUDYING THE BEHAVIOR OF INHOMOGENEITIES OF A TRANSPARENT MODEL MATERIAL UNDER LOADING

A.A. Bykov, Sh.A. Mukhamediev, A.N. Shishko

A new method of optical studies of microdefects under uniaxial compression of transparent specimens is proposed. In the view of the microscope the evolution of the microstructure is traced up to major cracks initiation. The emergence of new and resizing of existing microdefects are revealed and analyzed.

Keywords: uniaxial compression, evolution of microdefects, brittle fracture.