



УДК 539.32:534.221:549.623.52

© **А. В. Орехов, А. И. Кондратьев, 2007**

ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА УПРУГИЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ МУСКОВИТА

Орехов А. В. – канд. физ.-мат. наук, доц. кафедры «Физика» (ТОГУ);
Кондратьев А. И. – завкафедрой «Прикладная математика»
д-р техн. наук, проф. (ДВГУПС)

Динамическим методом исследовано влияние термического воздействия на упругие свойства кристаллов мусковита. Определены скорости распространения ультразвуковых колебаний и рассчитаны модули упругости в плоскости спайности и перпендикулярно ей. Приведена модель, описывающая экспериментально выявленные особенности изменения упругих свойств мусковита при температурных и упругих воздействиях.

The authors analyze using the dynamic method of thermal effect influence on the elastic properties of muscovite crystals. The propagation velocity of the ultrasonic vibrations was determined and the modules of elasticity in the cleavage plane and transversely to it were calculated. The given model describes experimentally discovered features of changing the elastic characteristics of the muscovite during thermal and elastic influences.

Мусковит – типичный представитель слоистых силикатов – обладает ярко выраженной анизотропией упругих свойств (в плоскости спайности и перпендикулярно ей упругие свойства различны). Это объясняется кристаллографическим строением слюдяного пакета.

Применяя тензометрический метод и методы рентгеноструктурного анализа, авторы работы [1] показали, что в плоскости спайности кристаллов мусковита также обнаружена анизотропия упругих свойств, и симметрия тензора упругости имеет группу $2m$: наибольшее значение модуля упругости совпадает с кристаллографическим направлением [100], наименьшее – с [010].

В работе [2] авторы, используя динамический метод, определили скорости распространения ультразвуковых колебаний (УЗК) по разным

кристаллографическим направлениям на частотах 1,67 и 5 МГц. При этом было отмечено, что в плоскости спайности кристаллов мусковита скорости УЗК вдоль направлений [100] и [010] в пределах ошибки измерения, определяемой используемой установкой и методикой, не различаются.

Нами была предпринята попытка исследовать также с помощью акустического метода влияние термического воздействия на упругие свойства мусковита в плоскости спайности по кристаллографическим направлениям [100] и [010] и перпендикулярно ей (при этом погрешность измерения скорости УЗК была снижена в три раза по сравнению с работой [2]). Несомненно, что это представляет определенный интерес не только для электротехнической промышленности, но и для физики монокристаллов в целом.

При проведении исследований были использованы кристаллы мусковита Мамско-Чуйского месторождения. Образцы имели размеры 40×50 мм² и готовились из крупных кристаллов. Толщина образцов менялась от 3 до 8,5 мм. Кромки образцов тщательно шлифовались в металлических зажимах для устранения дефектных областей, которые возникали при распиливании кристалла (качество обработки контролировалось путем проверки наличия расслоений в сложенном пакете и отсутствия внешних деформаций пакета).

Для определения кристаллографических направлений [100] и [010] использовался метод «фигур удара», являющийся наиболее простым и обеспечивающим необходимую точность (различия скоростей и модулей упругости по этим направлениям не превышают 3–5 %). Измерение скоростей УЗК вдоль каждого кристаллографического направления производилось не менее 7–11 раз с применением ультразвукового дефектоскопа типа А1212 на частотах 5 и 10 МГц. Время прохождения сигнала в образце контролировалось с дискретностью 0,1 мкс (чувствительность при повторных измерениях достигала 0,02 мкс). При этом чувствительность к изменениям скорости составляла при комнатной температуре 0,4–0,6 %. После термического воздействия за счет увеличения дефектности кристаллов разброс измеряемых скоростей (особенно для направления [001]) достигал 15 %.

Термическое воздействие на кристаллы осуществлялось при температурах 200 и 700 °С в следующей последовательности: нагрев до соответствующей температуры; выдержка 1 ч; охлаждение до 20 °С. Далее проводились измерения скорости распространения УЗК при различных усилиях сжатия образца вдоль направления [001].

Один из образцов, нагретый до 700 °С и не подвергавшийся силовому воздействию, нагревался еще раз до 700 °С в течение 1 ч, и для



него также определялись скорости распространения УЗК при различных усилиях сжатия.

Так как нагревание кристаллов слюды приводит их к вспучиванию и расщеплению в направлении, перпендикулярном плоскости спайности, что обусловлено выходом межслоевой воды и газовых включений [2], то при определении скоростей УЗК применяли сконструированное нами устройство, позволяющее задавать сжимающие напряжения G в кристаллах перпендикулярно плоскости спайности до 80 МПа (рис. 1). Основными элементами устройства являются две плоскопараллельные металлические плиты 1 с поперечными сечениями 20×20 мм², между которыми помещается исследуемый образец 2. Нижняя плита жестко закреплена на основании 3, к верхней плите прикреплен рычаг 4 длиной 0,8 м с подвесом 5 для размещения грузов, присоединенным к рычагу 4 через блок 6. Перемещение верхней плиты 1 (сжатие кристалла) контролируется индикатором 7 с точностью до 0,001 мм. Приемный 8 и излучающий 9 ультразвуковые преобразователи подключены к дефектоскопу типа А1212 10 и установлены на верхней и нижней плитах 1. Винт 11 необходим для устранения возможных перекосов в образце при деформации.

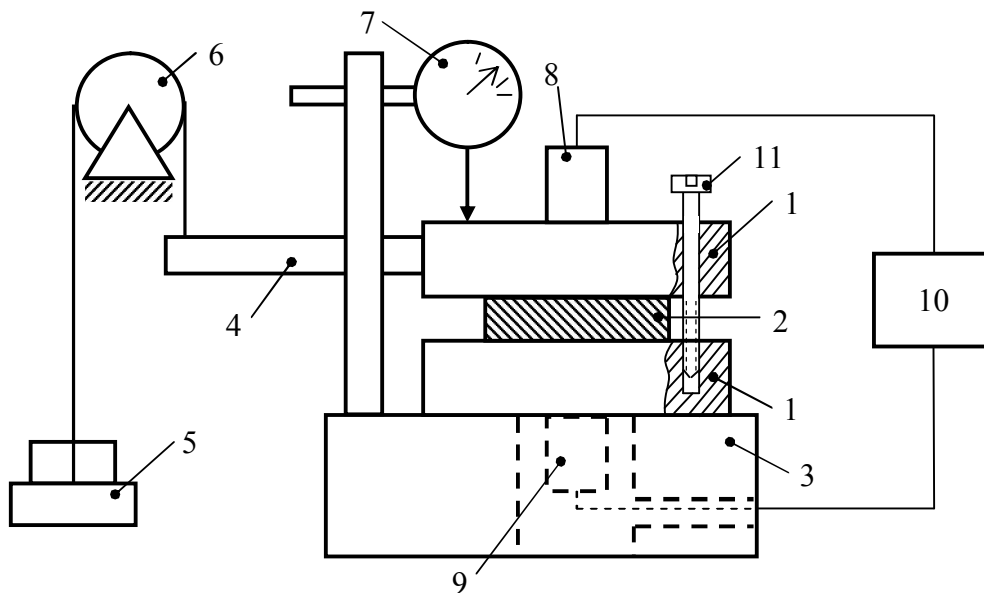


Рис. 1. Схема устройства для определения скоростей УЗК перпендикулярно плоскости спайности

Зная линейные размеры плит и скорость распространения в них ультразвуковых колебаний, измеряя толщину образца и время прохож-

дения сигнала в системе плита – образец – плита, можно определить скорости УЗК в слюдяном пакете в направлении [001] в зависимости от усилия сжатия.

Исследования показали, что в плоскости спайности кристаллов мусковита при обычных условиях (20 °С) наблюдается анизотропия скоростей УЗК. В направлении [100] усредненное значение скорости равно 7 940 м/с, а в направлении [010] – 7 740 м/с. Зависимости скоростей УЗК от частоты (0,06 МГц, 5,0 МГц и 10 МГц) не обнаружено. Усредненные результаты значений скоростей по соответствующим направлениям в кристаллах мусковита при 20 °С и после термического воздействия представлены в табл. 1 (для направления [001] приведены значения скоростей, полученные при $G = 60$ МПа).

Таблица 1

**Скорость распространения УЗК в кристаллах мусковита
после тепловых нагрузок**

Параметр	Режим			
	20 °С	200 °С, прогрев 1 ч	700 °С, прогрев 1 ч	700 °С, повторный прогрев 1 ч
V , м/с [100] (эксперимент)	7 940	7 910	7 800	7 320
V , м/с [010] (эксперимент)	7 740	7 630	7 160	5 870
V , м/с [001] (эксперимент)	4 540	3 690	2 200	1 130
V , м/с [100] (расчет)	7 949	7 931	7 722	7 300
Параметры модели	$V_0 = 7 950$ м/с; $B = 6 \times 10^{-8}$ град ⁻¹ ; $t_{\text{пор}} = 5$ °С; $k = 2$			
V , м/с [010] (расчет)	7 755	7 646	6 875	6 060
Параметры модели	$V_0 = 7 800$ м/с; $B = 4,45 \times 10^{-9}$ град ⁻¹ ; $t_{\text{пор}} = 15,7$ °С; $k = 2,5$			
V , м/с [001] (расчет)	4 557	4 323	2 171	1 025
Параметры модели	$V_0 = 4 600$ м/с; $B = 1,35 \times 10^{-9}$ град ⁻¹ ; $t_{\text{пор}} = 93$ °С; $k = 2,97$			



Из табл. 1 видно, что в плоскости спайности кристаллов мусковита после термического воздействия наблюдается уменьшение значений скоростей УЗК. Причем повторный прогрев кристаллов существенно изменяет значения скоростей в направлении [010] – порядка 18 %, а в направлении [100] – 6 %. Это согласуется с результатами ранее проведенных исследований, при которых в плоскости спайности была выявлена анизотропия термического расширения мусковита [3].

В направлении, перпендикулярном плоскости спайности, значения скоростей УЗК изменяются более значительно (порядка 70 %). При температурах более 700 °С и повторном термическом воздействии наблюдается не только расслоение слюдяных пакетов и выход межслоевой воды и газовых включений, но происходит и увеличение блочности кристалла, его дефектности и, кроме того, начинаются структурные изменения уже и в кристаллической решетке.

Для описания экспериментальных данных можно предложить следующую упрощенную модель. Скорость распространения УЗК определяется модулями упругости E и плотностью материала ρ . При нагреве в кристалле возникают дефекты, снижающие упругие свойства (уменьшается параметр E). Далее, по-видимому, для каждого кристаллографического направления существует некоторая пороговая температура, начиная с которой происходят изменения упругих характеристик. Таким образом, зависимость скорости от температуры можно представить следующим соотношением:

$$V = V_0 \exp \left[-B(t - t_{nop})^k \right], \quad (1)$$

где V_0 – скорость УЗК при $t \leq t_{nop}$; B и k – параметры, определяющие «быстроту» изменения скорости УЗК в зависимости от температуры.

Обработка экспериментальных данных методом наименьших квадратов позволила определить константы, входящие в соотношение (1), для каждого кристаллографического направления. Значения констант и соответствующие «расчетные» значения скоростей УЗК приведены в табл. 1. Как видно из таблицы, приведенное соотношение достаточно хорошо описывает экспериментальные данные.

Динамические модули упругости в плоскости спайности, рассчитанные по данным измерения скоростей УЗК, отличаются от модулей упругости, определенных статическим методом для аналогичных кристаллов [3] (табл. 2).

Такое различие, на наш взгляд, может быть объяснено следующим образом (см. также [4]). При определении модуля упругости тензометрическим методом используются образцы толщиной (0,08–0,15) мм. Кристаллы слюды являются монокристаллами, но имеют блочное

строение. Число блоков и дефектов в тонкой пластинке значительно меньше, чем в образце для определения модуля упругости акустическим методом. Вследствие этого усредненный модуль упругости, определяемый акустическим методом, имеет меньшее значение, чем «статический» модуль. Подтверждением этого факта является также то, что с ростом температуры прогрева увеличивается как количество дефектов в кристаллах мусковита, так и разница между статическими и динамическими модулями упругости (см. табл. 2).

Динамический модуль упругости в направлении [001] после термической обработки кристаллов тоже существенно меняется, особенно сказывается повторное нагревание. Известно, что статический модуль упругости в направлении, перпендикулярном плоскости спайности, согласно данным работы [2] при обычных условиях равен $2,5 \cdot 10^{10}$ Н/м².

Таблица 2

Значения модулей упругости, измеренных различными методами

Температура прогрева $t, ^\circ\text{C}$	Динамический метод			Статический метод	
	$E \cdot 10^{10},$ Н/м ² [100]	$E \cdot 10^{10},$ Н/м ² [010]	$E \cdot 10^{10},$ Н/м ² [001]	$E \cdot 10^{10},$ Н/м ² [100]	$E \cdot 10^{10},$ Н/м ² [010]
20	17,2	16,4	5,6	20,0	17,0
700, прогрев 1 ч	13,7	11,5	1,1	18,6	15,7
700, повторный прогрев 1 ч	8,6	5,5	0,2	13,9	13,0

Экспериментально измеренные зависимости усредненных скоростей УЗК вдоль кристаллографического направления [001] от сжимающих напряжений ($V = f(G)$) для соответствующих температур приведены на рис. 2. На рисунке видно, что зависимости $V = f(\sigma)$ имеют сложный характер. Это объясняется тем, что на первом – линейном – участке кривых происходит сжатие расслоенных слюдяных пакетов (эффект уплотнения), приводящее к уменьшению толщин слоев газовых включений и, соответственно, к росту «средней» скорости УЗК. На втором участке кривых наблюдается упругая деформация слюдяных пакетов. Так как сжимающие напряжения незначительные, то значения



скоростей УЗК на этом участке в пределах погрешности остаются неизменными. В целом приведенные зависимости $V = f(G)$ неплохо согласуются с зависимостью относительных изменений базальных межплоскостных расстояний от сжимающих напряжений $\Delta d/d = f(G)$, полученных методами рентгеноструктурного анализа авторами работы [5].

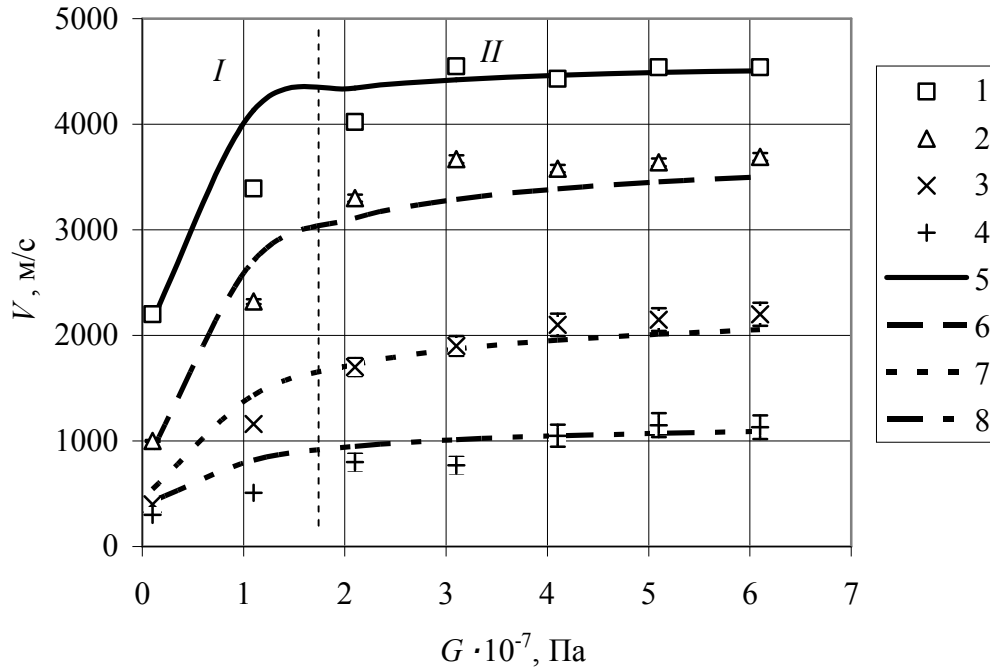


Рис. 2. Зависимость $V = f(G)$ для соответствующих температур прогрева мусковита: 1 – 20 °С; 2 – 200 °С, время прогрева 1 ч; 3 – 700 °С, время прогрева 1 ч; 4 – повторный прогрев до 700 °С, время прогрева 1 ч (эксперимент); 5, 6, 7, 8 – расчет для соответствующих температур

Следует отметить, что характер зависимости $V = f(G)$ при всех температурах нагрева (а также без нагрева) одинаков. Учитывая отмеченные особенности, можно предложить следующее соотношение, учитывающее как сжимающее напряжение, так и температуру обработки образцов:

$$V = V_C \frac{1 + a \frac{h_B}{h_C(G + P_A)}}{1 + a \frac{h_B V_C}{h_C V_B G(G + P_A)}}; \quad (2)$$

$$h_B = h_0(1 + bt),$$

где V_C – скорость распространения УЗК в «слюде» в направлении [001] после температурного воздействия; a, b – константы, определяемые по

экспериментальным данным; h_B – суммарная толщина газовых слоев в слюдяном пакете после термического воздействия; h_C – суммарная толщина «слюды» в слюдяном пакете (полагаем, что она при нагреве не меняется); h_0 – суммарная толщина газовых слоев в слюдяном пакете при температуре 20 °С; V_B – скорость распространения УЗК в газе; P_A – атмосферное давление ($P_A = 10^5$ Па).

На рис. 2 приведены результаты расчета по формуле (2) при следующих значениях параметров h_B , h_C , a , b , V_C , V_B : $h_B = 5 \times 10^{-5}$ м; $h_C = 5 \times 10^{-3}$ м (толщина образцов при экспериментах); $a = 10$ МПа; $b = 0,017$ град⁻¹; $V_C = 4\ 600$ м/с (кривая 5); $V_C = 3\ 750$ м/с (кривая 6); $V_C = 2\ 300$ м/с (кривая 7); $V_C = 1\ 200$ м/с (кривая 8); $V_B = 340$ м/с (при расчетах учитывалось, что при давлениях менее 100 МПа скорость звука в газе слабо зависит от давления [6]).

Как видно на рис. 2, расчетные значения достаточно хорошо согласуются с экспериментом. Значительные отличия на участке I для образца при температуре 20 °С, по-видимому, объясняются тем, что в исходном состоянии толщина каждого газового слоя соизмерима с размером молекулы газа и в этом случае скорость распространения УЗК через него может принимать другие значения.

В заключение еще раз отметим целесообразность применения акустических методов при исследовании влияния различных факторов на упругие характеристики кристаллов.

Библиографические ссылки

1. Лиопо В. А., Мецик М. С., Орехов А. В. Тензометрические и рентгеноструктурные методы исследования анизотропии кристаллов мусковита // Изв. вузов СССР. Сер. Физика. 1973. № 10.
2. Мецик М. С. Механические свойства кристаллов слюды. Иркутск, 1988.
3. Анизотропия термического расширения мусковита / В. А. Лиопо, М. С. Мецик, В. М. Калихман и др. // Исследования в области физики твердого тела. Иркутск, 1973. Вып. 1.
4. Обследование и испытание сооружений / О. В. Лужин, Б. А. Злочевский, И. А. Горбунов, В. А. Волохов. М., 1987.
5. Орехов А. В., Мецик М. С., Федорова А. П. Исследование влияния сжимающих напряжений на базальные межплоскостные расстояния методами рентгеноструктурного анализа // Физика конденсированного состояния вещества. Хабаровск, 1978.
6. Кэй Дж., Лэби Т. Таблицы физических и химических постоянных. М., 1962.