文章编号：1000-5773(2010)04-0255-05

金刚石单晶生长的声发射实时检测初探*

刘 磊[1,2]，张元培[1,2]，兰伟克[1,2]，李和胜[1,2]，李木森[1,2]

(1. 山东大学材料液固结构演变与加工教育部重点实验室，山东济南 250061；
2. 山东省超硬材料工程技术研究中心，山东邹城 273500)

摘要：采用声发射检测技术，对高温高压下人造金刚石单晶的生长过程进行了检测和分析。利用由 PCI-8 型声发射仪和 LMD-800 型铰链式六面顶压机组成的声发射检测系统，检测了金刚石单晶的生长过程。将金刚石单晶生长和不生长过程中检测到的声发射信号进行对比和频谱分析，结果表明：声发射信号与金刚石单晶生长过程存在对应关系；金刚石单晶生长对应的声发射信号是一种低频信号，可以利用声发射信号的变化规律研究金刚石单晶在高温高压条件下的原位反应机理。

关键词：声发射检测技术；金刚石单晶；高温高压；原位反应
中图分类号：O785；O521.3 **文献标识码**：A

1 引 言

声发射(Acoustic Emission，AE)是指材料局部因能量快速释放而产生瞬态弹性波的现象。大多数材料的声发射信号强度很弱，需要专业的仪器来检测。而采用专用仪器探测、记录和分析声发射信号以及利用声发射信号推断声发射源的技术则称为声发射检测技术。由于声发射信号来自被测物体本身，并且对被测物体的几何形状不敏感，因此，检测声发射信号就可以实现实时监测结构完整性以及实时评价声发射源。目前，作为一种成熟的动态无损检测技术，声发射已被广泛应用于石油化工、电力工业、材料试验、民用工程、航空航天、金属加工等许多工业领域[1-5]。

金刚石的合成是在高温高压环境下进行的，其特殊的合成条件使得直接获得金刚石单晶原位反应的实验数据十分困难。在石墨向金刚石转变的过程中，存在着金刚石的成核和生长过程，这势必会作为声发射源产生弹性波。因此，可以通过声发射检测技术实时地采集高温高压状态下金刚石生长的声发射信号，研究其原位反应机制。

本研究利用声发射技术，对金刚石单晶的生长过程进行实时检测，将检测结果进行预处理，以提高 AE 信号的信噪比。采用小波变换，对预处理后的 AE 特征参数进行分析，寻找金刚石单晶生长过程中的不同阶段与声发射参数之间的关系，建立有关金刚石单晶生长过程与声发射参数之间关系的数据库，为研究金刚石单晶合成的原位反应机制奠定重要的实验基础。

2 实验方法与传感器的安装

利用粉末冶金铁基触媒和人造金刚石专用石墨片，采用片状迭加方式组装合成压块，将其置于 LMD-800 型铰链式六面顶压机中，以便进行常规的金刚石单晶生长[6]。金刚石合成压块及金刚石合成

* **收稿日期**：2009-07-12；**修回日期**：2009-09-28
基金项目：国家自然科学基金(50772060)；山东省自然科学基金(Y2007F12)；山东大学研究生自主创新基金(YZC09037)
作者简介：刘 磊(1981－)，男，博士研究生，主要从事金刚石合成机理研究. E-mail：tianyu1110@163.com
通讯作者：李木森(1952－)，男，教授，博士生导师，主要从事超硬材料及相关领域研究. E-mail：msli@sdu.edu.cn

的主要技术参数如图 1 和表 1 所示。

由于高压下六面顶压机的钢圈、顶锤、合成压块及合成压块中的石墨片、催化剂片都已压缩成近似于连续介质的整体，因此可采用波导将合成腔体内金刚石单晶生长产生的 AE 信号导出，利用 AE 传感器进行检测。将自制的金属波导的一端与压机的钢圈紧密连接，同时将传感器安装到波导的另一端，使用高温油脂作为耦合剂，使传感器能够灵敏地检测金刚石生长过程中的 AE 信号[7]。此外，合成时作为加热锤的六面顶压机的前、后顶锤有电流通过，电磁信号的产生会影响声发射信号的正常采集。因此，声发射仪的 8 个传感器按反对称的方式布置在其余 4 个顶锤上，这样就易于实现声发射源的定区检测。

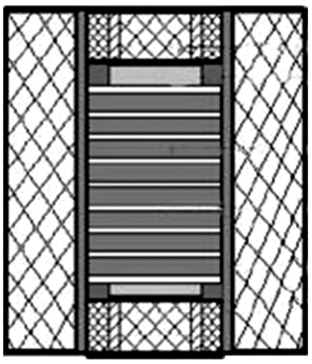


图 1 金刚石合成压块的组装示意图

Fig. 1 Assembly of the diamond synthesis

表 1 LMD-800 型铰链式六面顶压机的主要技术参数

Table 1 The main technical parameters of LMD-800 hinge-type cubic-anvil press

Cylinder bore /(mm)	Nominal pressure /(kN)	Cylinder pressure /(MPa)	Heating power /(W)	Piston stroke /(mm)	Synthetic cavity diameter /(mm)
320	6×800	100	20	60	25

3 AE 检测硬件设置及数据采集

3.1 硬件设置

实验所用的声发射仪为美国 PAC 公司制造的 PCI-8 型多通道声发射仪。该仪器是基于 PCI 总线控制的八通道声发射仪，主要包括计算机、声发射信号采集处理卡、前置放大器、传感器、采集分析软件等。系统配有 8 个 R6α 型传感器和 8 个 1220A 型前置放大器。固定门槛值采用 40 dB，前置放大器增益为 40 dB，系统主增益为 20 dB，预触发均为 32 μs，记录数据长度为 1 024 点，峰值定义时间(PDT)、波击定义时间(HDT)和波击闭锁时间(HLT)分别为 300、600 和 1 000 μs。带通滤波器的带通频率设定在 1～400 kHz，采样频率为 3 MHz。

3.2 数据采集

因为金刚石的合成过程较长，所以采取相同时间段的采集方式，选取金刚石合成过程中二次升压结束后 160～320 s 作为声发射信号的采集时间区域，比较有金刚石单晶生成和无金刚石单晶生成的声发射信号及其变化规律。

4 实验结果与讨论

4.1 AE 信号的特征参数分析

目前，AE 信号分析所使用的特征参数有：振铃计数与计数率、事件计数与计数率、振幅与振幅分布、能量与能量率、有效值与频谱分布等[8]。根据声发射信号的主要类型和研究需要，本研究采用能量法作为特征参数来分析声发射信号。

能量分析法通常以能量值和能量率的形式给出。能量值是指在给定的测量时间内所得到的能量大小，单位时间的能量则称为能量率。能量分析法是直接度量信号的振幅(或有效值)和信号的持续时间，反映了声发射能量的特性。图 2 和图 3 分别为 8 号传感器采集的有金刚石生长和无金刚石生长的能量-时间曲线。

由于实验环境比较复杂,环境噪声源具有多样性,在采用空间滤波的方式剔除一部分噪声后仍然存在某些能量较大的信号,如图 2、图 3 所示。经分析,该信号为六面顶压机补压时产生的噪声信号。从图 2 中可以看出,在金刚石合成过程中有明显的 AE 信号背景,并且 AE 信号的能量随合成时间增长有下降趋势。而图 3 中,AE 信号的背景较低,整个实验过程中能量的变化不大。通过对比图 2 和图 3 中的能量变化,可以确定:在金刚石单晶的生长过程中产生了明显的 AE 信号;并且,随着金刚石单晶的生长,AE 信号也出现相应的变化。

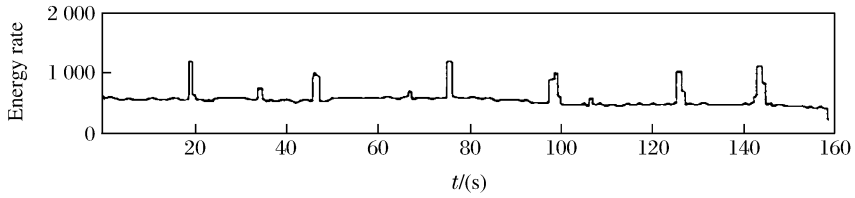


图 2　有金刚石生长的能量-时间曲线

Fig. 2　Energy-time curve in diamond growth process

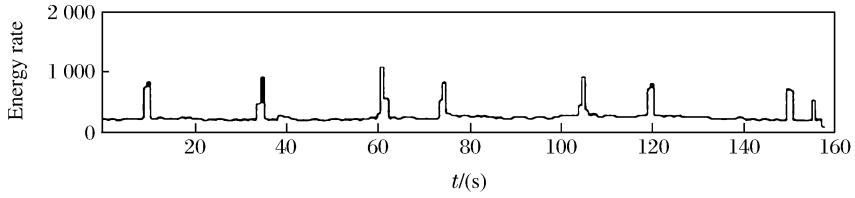


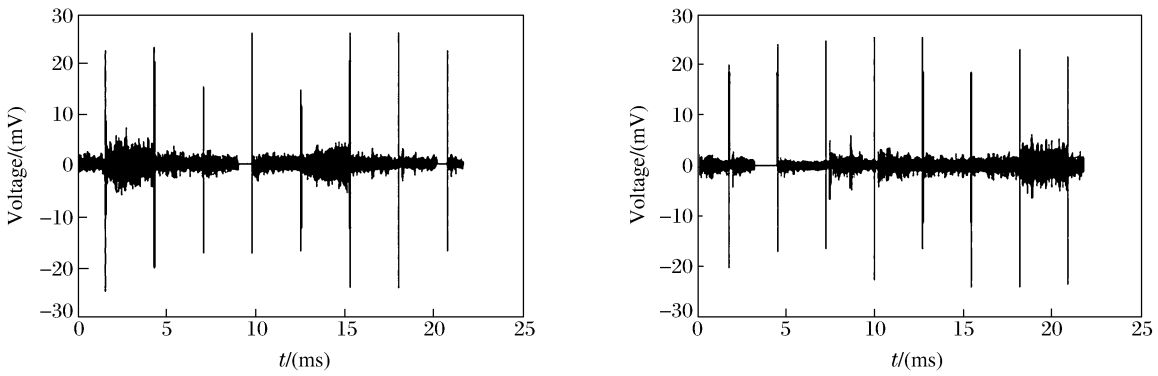
图 3　无金刚石生长的能量-时间曲线

Fig. 3　Energy-time curve in diamond non-growth process

4.2　AE 信号的波形分析

基于波形分析的声发射信号处理技术是指,根据所记录信号的时域波形以及与此相关联的频谱和相关函数等,来获取有关声发射源信息的一种方法。本研究采用以小波变换为主要的信号处理方法,研究金刚石单晶生长与声发射信号的一致性和对应性[9-11]。

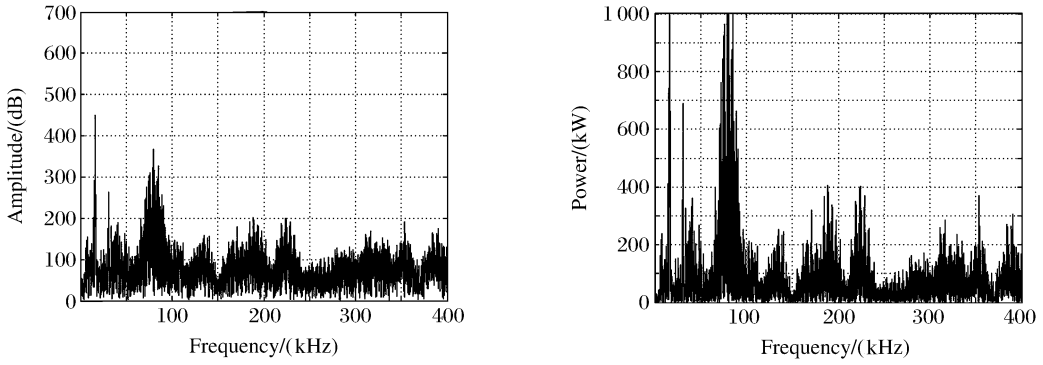
小波变换是一种信号的时间-频率分析方法,具有多分辨率分析的特点,在时域和频域都具有表征信号局部特征的能力,打破了传统信号处理方法的局限,是现今应用较为广泛的信号处理方法。为了了解金刚石单晶生长的声发射特性,运用小波变换对两组采集的声发射信号进行分析,如图 4、图 5 所示。其中,图 4(a)和图 5(a)为有金刚石生长的时域波形和频谱图,图 4(b)和图 5(b)为无金刚石生长的时域波形和频谱图。



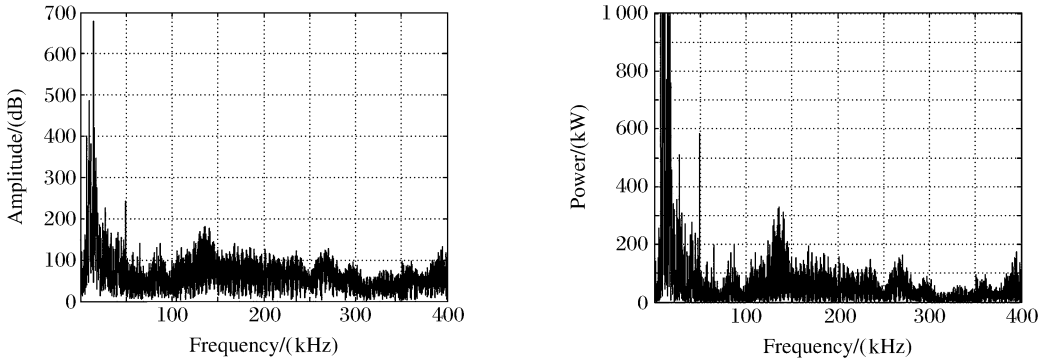
(a) Diamond growth process　　(b) Diamond non-growth process

图 4　金刚石生长过程的时域波形图

Fig. 4　Time-domain waveform of diamond growth process



(a) Diamond growth process



(b) Diamond non-growth process

图 5 金刚石生长过程的频谱图

Fig. 5 Spectra of diamond growth process

由图 4 可知:金刚石生长和不生长时声发射信号在时域波形中没有明显的区别;时域波形图中均存在一个振幅较大、频率一致的信号,经分析,此信号为金刚石合成时压机本身产生的噪声。图 5 为有金刚石生长和无金刚石生长时 AE 信号经快速傅里叶变换后得到的幅频谱和功率谱。从图中可以看出:幅频谱和功率谱能理想地反映出信号的变化规律;与无金刚石生长的 AE 信号相比,有金刚石生长的 AE 信号的低频信息增加,而在 200～400 kHz 频率段则没有明显区别,这说明金刚石单晶生长的 AE 信号是一种低频信号,主要集中在 1～200 kHz 频率段。频率范围的确定为滤波器工作频率的设定提供了参考。滤波器带通的合理设置既能保证系统接受到丰富的声发射信号,又可以尽量消除外界噪音的影响,以便 AE 信号的后续处理和分析。

5 结 论

将声发射检测技术用于金刚石单晶的生长过程,可以有效地采集到金刚石单晶生长产生的 AE 信号。通过小波变换等信号处理方法,对 AE 信号的一些特征参数进行分析,由此可以判别有、无金刚石生长过程以及金刚石单晶生长的不同阶段。分析结果表明,反映金刚石单晶生长的 AE 信号是一种低频信号,主要集中在 1～200 kHz 频率段,从而确定了后续实验中滤波器的工作频率。研究结果为进一步开展金刚石单晶的生长机理研究奠定了重要的实验基础。

References:

[1] Yuan Z M, Ma Y K, He Z Y. Acoustic Emission Technology and Its Applications [M]. Beijing: China Machine Press, 1985: 96-259. (in Chinese)

袁振明,马羽宽,何泽云. 声发射技术及其应用 [M]. 北京:机械工业出版社,1985:96-259.

[2] Feng J F,Wu G H,Geng R S,et al. AE Monitoring during Aircraft Flight Loading Conditions Fatigue Test [J]. Nondestructive Testing,2008,30(8):526-529. (in Chinese)
冯剑飞,邬冠华,耿荣生,等. 某型飞机飞行载荷疲劳试验过程中的声发射监测 [J]. 无损检测,2008,30(8):526-529.

[3] Grondel S,Delebarre C,Assaad J,et al. Fatigue Crack Monitoring of Riveted Aluminium Strap Joints by Lamb Wave Analysis and Acoustic Emission Measurement Techniques [J]. NDT & E International,2002,35(3):137-146.

[4] Yu Y H,Choi J H,Kweon J H,et al. A Study on the Failure Detection of Composite Materials Using an Acoustic Emission [J]. Compos Struct,2006,75(1-4):163-169.

[5] Mylvaganam S. Some Applications of Acoustic Emission in Particle Science and Technology [J]. Part Sci Technol,2003,21(3):293-301.

[6] Li H S. Study on Synthesis Technology and Mechanism of Boron-Doped Diamond Single Crystal in Fe-Ni-C-B System under HPHT [D]. Jinan:Shandong University,2009:92-125. (in Chinese)
李和胜. Fe-Ni-C-B 系高温高压合成含硼金刚石单晶的工艺与机理研究 [D]. 济南:山东大学,2009:92-125.

[7] Li S C,Dai G,Gao F,et al. Characteristics Test of Acoustic Emission Signal Transmission in Wave Guiding Rod [J]. Journal of Daqing Petroleum Institute,2006,30(5):65-68. (in Chinese)
李善春,戴　光,高　峰,等. 波导杆中声发射信号传播特性实验 [J]. 大庆石油学院学报,2006,30(5):65-68.

[8] Shen G T,Geng R S,Liu S F. Parameter Analysis of Acoustic Emission Signals [J]. Nondestructive Testing,2002,24(2):72-77. (in Chinese)
沈功田,耿荣生,刘时风. 声发射信号的参数分析方法 [J]. 无损检测,2002,24(2):72-77.

[9] Zhang P,Shi K R,Geng R S,et al. Application of Wavelet Transform to Acoustic Emission Testing [J]. Nondestructive Testing,2002,24(10):436-439. (in Chinese)
张　平,施克仁,耿荣生,等. 小波变换在声发射检测中的应用 [J]. 无损检测,2002,24(10):436-439.

[10] Chen X Z,Li B Z. Acoustic Eemission Method for Tool Condition Monitoring Based on Wavelet Analysis [J]. Int J Adv Manuf Technol,2007,33(9):968-976.

[11] Geng R S,Shen G T,Liu S F. Acoustic Emission Signal Processing Technique Based on Waveform Analysis [J]. Nondestructive Testing,2002,24(6):257-261. (in Chinese)
耿荣生,沈功田,刘时风. 基于波形分析的声发射信号处理技术 [J]. 无损检测,2002,24(6):257-261.

Preliminary Studies on Real-Time Acoustic Emission Monitoring in Single Crystal Diamond Growth

LIU Lei[1,2],ZHANG Yuan-Pei[1,2],LAN Wei-Ke[1,2],LI He-Sheng[1,2],LI Mu-Sen[1,2]

(1. *Key Laboratory for Liquid-Solid Structural Evolution and Processing of Materials (Ministry of Education),Shandong University,Jinan* 250061,*China*;
2. *Shandong Engineering Research Centre for Super-Hard Materials,Zoucheng* 273500,*China*)

Abstract: The growth process of synthetic diamond single crystals under high-pressure and high-temperature (HPHT) was tested with acoustic emission (AE) technique. A real-time AE monitoring system was built by using a PCI-8 acoustic emission instrument and a LMD-800 hinge-type cubic-anvil press. The characteristics and their variations of the AE signals in the growth and non-growth processes of the diamonds were compared. Furthermore, the spectrum analysis of the AE signals was performed. The experimental results indicated that the AE signals corresponding to the diamond growth process exhibit a low frequency feature. Accordingly, AE testing can be used to study the *in-situ* reaction mechanics of synthetic diamond single crystals under HPHT.

Key words: acoustic emission testing; diamond single crystal; high-pressure and high-temperature; *in-situ* reaction