

УДК 534:853.085.332

РАЗРАБОТКА И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОВ  
АКУСТОМИКРОСКОПИЧЕСКОЙ ДЕФЕКТОСКОПИИ ДЛЯ  
МОНИТОРИНГА МЕХАНИЧЕСКИХ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ  
СВОЙСТВ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ

Кустов А.И.<sup>1</sup>, Мигель И.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный педагогический университет»

<sup>2</sup>Федеральное государственное казенное военное образовательное учреждение высшего образования «Военный учебно-научный центр Военно-воздушных сил «Военно-воздушная академия имени профессора Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина»» (г. Воронеж) Министерства обороны Российской Федерации  
E-mail: akvor@yandex.ru

**Аннотация:** В работе были применены методы акустомикроскопической дефектоскопии (АМД-методы) для исследования пьезоэлектрических материалов. Показано, что предложенные методы обеспечивают оценку количественных значений ряда параметров пьезокерамик – их плотность, пористость, скорости акустических волн и коэффициенты их затухания. Режим акустической визуализации позволяет определять размеры пор в порошковом материале, наблюдать характер их пространственного распределения, рассчитывать его некоторые механические характеристики.

**Ключевые слова:** акустомикроскопическая дефектоскопия, акустические волны, порошковые материалы, акустическая визуализация, мониторинг свойств пьезокерамики.

THE DEVELOPMENT AND USE ACOUSTOMICROSCOPE METHODS TO  
MONITOR MECHANICAL AND ELECTRICAL PROPERTIES OF DIELECTRIC  
CERAMICS

Kustov A.I.<sup>1</sup>, Migel I.A.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «Voronezh state pedagogical University»

<sup>2</sup>Federal State Treasury Military Educational Institution of Higher Education «Military Training and Scientific Center of the Air Force«Air Force Academy named after Professor N.E. Zhukovsky and Yu.A. Gagarin»» (Voronezh) of the Ministry of Defense of the Russian Federation  
E-mail: akvor@yandex.ru

**Abstract:** The methods of acoustic-microscopic flaw detection (AMD-methods) were applied for piezoelectric materials studying. It is shown that the proposed methods provide an assessment of the quantitative values of a number of piezoceramics parameters – their density, porosity, acoustic wave velocities and attenuation coefficients. Acoustic imaging mode allows to determine the size of pores in the powder material, to observe the nature of their spatial distribution, to calculate some of its mechanical characteristics.

**Keywords:** acoustomicroscope nondestructive testing, acoustic wave, powder materials, acoustic imaging, monitoring the properties of piezoelectric ceramics.

Изучение материалов в конденсированном состоянии, их свойств и структурного строения – актуальная материаловедческая проблема [1, 2]. Она разделяется на ряд самостоятельных направлений по изучению полупроводников, металлов, диэлектриков, находящихся в кристаллическом, аморфном или промежуточном состоянии. Достоинства и недостатки изучаемых материалов обусловлены степенью анизотропности или изотропности их свойств, присутствием систем дефектов в структуре, их размерами, глубиной залегания, формой. Одной из важных задач в рамках направления «диэлектрики» является задача получения изотропных материалов с заранее заданными свойствами и последующий контроль их эксплуатационных свойств. На наш взгляд, успешное решение таких задач возможно при использовании инновационных методов контроля, к которым относятся и АМД-методы [3, 4]. Эти методы с помощью акустических волн позволяют получать подповерхностные изображения структуры материалов, систем неоднородностей в них. Благодаря различию импедансов областей с различной скоростью акустических волн (АВ) и плотностью, эти области визуализируются с четкими границами, что позволяет наблюдать их и с помощью математической обработки рассчитывать количественные характеристики. В частности, к таким структурам относятся и дефектная, и двойниковая, и зеренная структура (рис. 1). Базой для фиксации элементов структуры и их статистической обработки являются, режим  $V(Z)$ -кривых и режим визуализации [5-8].

Объектами исследования в настоящей работе были ЦТС-керамики – диэлектрические материалы, получаемые по порошковой технологии. Работоспособность этих пьезоматериалов определяется размерами зерен, получаемых в процессе синтеза, формой, размерами и распределением пор в объеме материала, степенью однородности их структуры, дисперсией свойств. В качестве па-

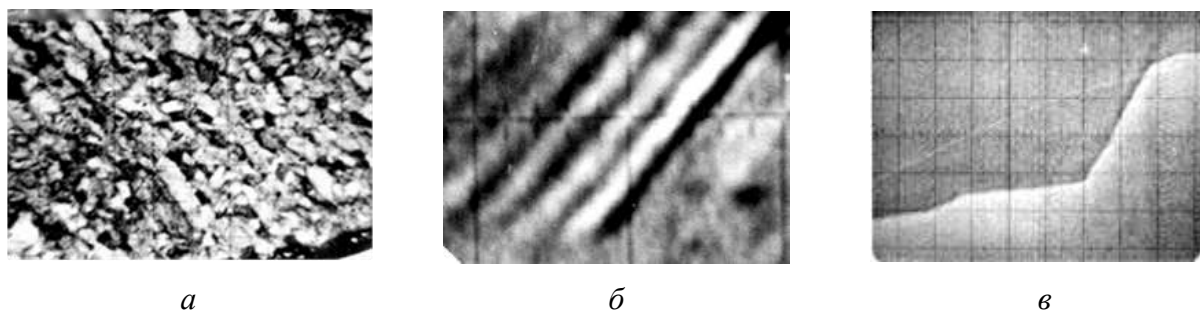


Рисунок 1 – Акустические изображения подповерхностных слоев твердотельных материалов: *а*) – сталь и её зеренная структура (22 мкм/дел. – масштаб по горизонтали; *б*) – монокристалл кремния с трещиной толщиной менее ста нанометров у вершины; на акустическом изображении сформирована ПАВ, окаймляющая интерференционная система полос (масштаб 12 мкм/дел., глубина плоскости изображения  $Z = -3$  мкм, рабочая частота  $f = 402$  МГц); *в*) – граница дофинеиных двойников в кварце (20 мкм/дел., глубина визуализации  $Z = -7$  мкм)

раметров характеристики были выбраны пористость, плотность, однородность значений этих характеристик. Такой выбор обусловлен их корреляцией с электрическими характеристиками пьезоматериалов (рис. 2, *а*) [9, 10]. Поэтому, на первом этапе исследований были разработаны такие средства анализа и контроля структурных особенностей, которые бы не нарушали существующего строения материала, не изменяли параметров дефектных систем, но позволяли формировать объективную картину расположения элементов. Они позволили оценивать оптимальность свойств, рассчитывать значения базовых параметров материалов.

Для приготовления керамических образцов из пьезокерамики и их экспериментального исследования был применен метод спекания. Полученные образцы изучались с помощью сканирующего акустического микроскопа (САМ) методом анализа акустических изображений [3, 8]. Была проведена оценка геометрических параметров зерен структуры с использованием компьютерной обработки. Полученные данные позволили рассчитать значения плотности  $\rho$  и пористости  $\theta$ , ряд физико-механических характеристик ЦТС-керамики, а также дисперсию величины зерен  $d_z$ . В результате анализа акустических изображений было выявлено влияние степени пористости керамики на её устойчивость к разрушению.

На следующем этапе исследований применялся такой информативный АМД-метод, как анализ  $V(Z)$ -кривых. Пример экспериментальной  $V(Z)$ -кривой пьезокерамики ЦТС-22 представлен на рисунке 2, *б*. Следует учитывать, что пьезокерамические материалы по сравнению с моно- и поликристаллами, обладают существенно более высокой степенью неоднородности. Поэтому, акусти-

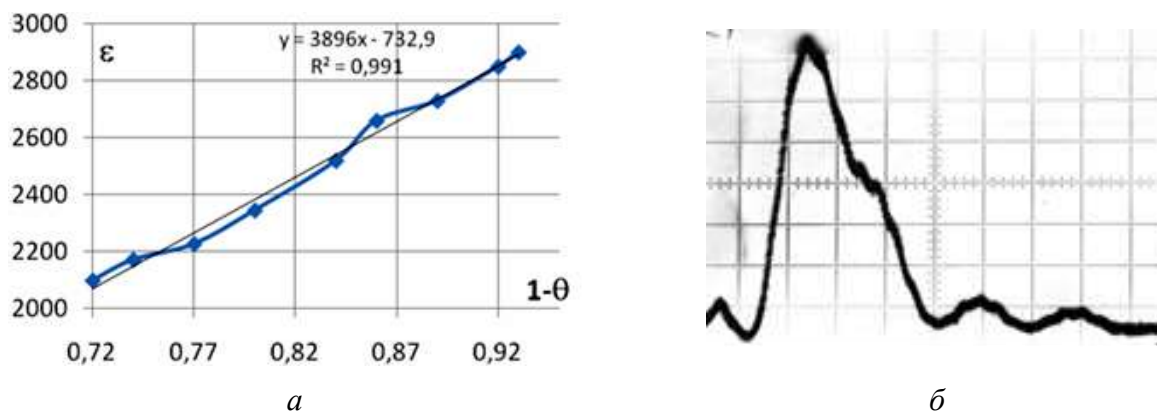


Рисунок 2 – *а*) – Экспериментально полученная связь значений относительной плотности ( $1-\theta$ ) и диэлектрической проницаемости ( $\epsilon$ ) керамики типа ЦТС; *б*) – Характерная  $V(Z)$ -кривая керамики ЦТС-22, обнаруженная экспериментально (масштаб по горизонтали: 5,2 мкм/дел., по вертикали – 0,3 В/дел., скорость ПАВ равняется  $2,29 \cdot 10^3$  м/с при расстоянии между максимумами  $\Delta Z_N = 10,09$  мкм)

ческие волны (АВ) поглощаются в керамиках сильнее, что значительно затрудняет задачу получения  $V(Z)$ -кривых и их дальнейший анализ. Однако, остроту этой проблемы можно значительно снизить путем подбора используемых в методе иммерсионных жидкостей.

Форма  $V(Z)$ -кривой трансформируется, если параметры структуры материала претерпевают изменение, характер которого определяется или его химическим составом, или температурами синтеза  $T_{\text{синт}}$  и отжига  $T_{\text{отж}}$ . И характерное расстояние  $\Delta Z_N$ , и высота главного максимума ( $\Delta V/V$  %) кривой заметно изменяются при этом. В соответствии с применяемой нами методикой расчета характеристик АВ [5, 7] при изменении параметров внешних воздействий и их скорости  $v_R$  в изучаемых образцах существенно трансформируются (рис. 3, *а*).

В пьезокерамиках с помощью САМ были экспериментально измерены скорости  $v_R$ , что позволило выявить взаимосвязь их значений с температурами  $T_{\text{синт}}$  и  $T_{\text{отж}}$ . Материалом образцов были керамики ЦТС 22, ЦТС-35 и др. Геометрически образцы представляли собой керамические пластины с размерами  $6 \times 6 \times 0,35$  мм<sup>3</sup>, толщиной 0,8 мм и диаметром 10 мм. На экспериментально полученных  $V(Z)$ -кривых обычно наблюдалось 4-5 характерных максимума. Для обработанных в стандартном режиме образцов пьезокерамики ЦТС-35, скорость ПАВ, рассчитанная АМД-методом, равнялась 2,37-2,39 км/с, а для образцов из ЦТС-22-2,28-2,30 км/с. Эти значения хорошо согласуются с представленными авторами исследований аналогичных материалов данными [11-13]. При этом, погрешность расчета скорости ПАВ для ЦТС-материалов, полученных путем спекания, была заметно выше, чем для монокристаллов. Однако, её значения не выходили за пределы ин-

тервала в 1,5-2 %.

В ходе проведенных экспериментов были изучены зависимости скорости  $v_R$  и пористости  $\theta_n$  от температуры отжига  $T_{отж.}$  керамик. Эксперименты основывались на методе  $V(Z)$ -кривых.

Параллельно, для тех же образцов, с помощью сравнительных методов (таких, как гидростатическое взвешивание) были получены зависимости пористости от  $T_{отж.}$  (рис. 3, б). У всех полученных зависимостей  $v_R$  от  $T_{отж.}$ , как показали эксперименты, в температурном интервале 1510-1530 К имеются экстремумы. Эти результаты позволяют сделать вывод о том, что проведение АМД-измерений позволяет надёжно и экспрессно определять оптимальные для изучаемых материалов температуры отжига.

При этом, становится возможным применение методики расчета уровня электрических качеств пьезокерамики, благодаря взаимосвязи их с механическими характеристиками. В конечном итоге, по величине относительной пористости  $(1-\theta)$  с помощью САМ определяются значения диэлектрической проницаемости материала.

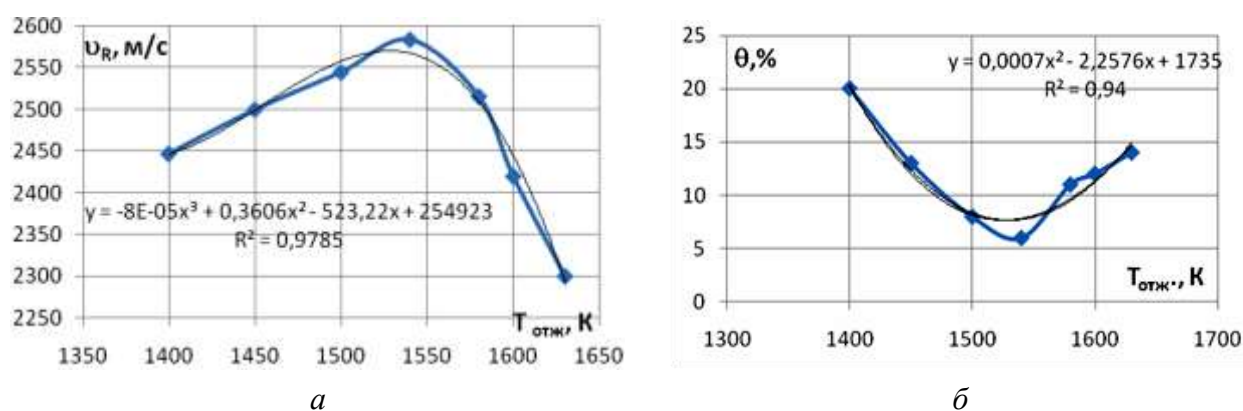


Рисунок 3 – а) – Полученная АМД-методом для ЦТС-22 зависимость  $v_R(T_{отж.})$ ; б) – Зависимость пористости от температур отжига для ЦТС-22

Методы акустомикроскопической дефектоскопии являются перспективными для проведения исследований строения и мониторинга свойств диэлектрической керамики.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Самоорганизация дефектных структур в кристаллах при деформациях / М. Д. Старостенков, В. М. Патудин, Д. М. Старостенков, Э. В. Козлов //



Известия РАН. Серия физическая. – 2004. – Т. 68. – № 10. – С. 1510-1515.

2 О зарождении трещин на границе свободного упругого двойника в кальците / В. А. Федоров, Ю. И. Тялин, В. А. Тялина, Т. Н. Плужникова, М. В. Чемеркина // Известия РАН. Серия физическая. – 2004. – Т. 68. – № 10. – С. 1484-1487.

3 Weglein, R. D. Acoustic microscopy of material and surface layers / R. D. Weglein, R. F. Wilson // J. Appl. Phys. – 1984. – V. 55. – №9. – P. 3261-3275.

4 Acoustic microscopy of Solid Materials / J. M. R. Weaver, C. Plett, M. G. Somekh, G. A. D. Briggs // Metallography. – 1985. – V. 17. – P. 3-34.

5 Кустов, А. И. Выработка критериев оценки деформации поверхности твердотельных материалов АМД-методами / А. И. Кустов, И. А. Мигель // Вестник Тамбовского университета. Сер. Естественные и технические науки. – Тамбов, 2013. – Т. 18. – Вып. 4. – Часть 2. – С. 1875-1877.

6 Kustov, A. I. Development of methods of acoustic microscopy inspection for monitoring of structure and properties coatings for various purposes / A. I. Kustov, I. A. Migel // Materials today: Proceedings. – 2019. – V. 11. – Iss. P1. – P. 203–211.

7 Kustov, A. I. Evaluation of Physical Parameters of the Surface Layers Materials after Processing with Use of Acoustic Waves / A. I. Kustov, V. M. Zelenev, I. A. Migel // Materials today: Proceedings. – 2019. – V. 11. – Iss. P1. – P. 218-227.

8 Kustov, A. I. Analysis of the Evolution of Mechanical Properties of Metallic Materials by AMD-Methods for Thermo-mechanical Impacts / A. I. Kustov, I. A. Migel // Defects and Diffusion Forum / Edited by Goroh Itoh, Rustam Kaibyshev, Eric M. Taleff, Marina Tikhonova and Eiichi Sato. – Switzerland: Trans Tech Publications, 2018. – V. 385. – P. 314-318.

9 Скороход, В. В. Физико-механические свойства пористых материалов / В. В. Скороход. – Киев : Наук. дум., 1977. – 120 с.

10 Окадзаки, К. Технология пьезоэлектрических диэлектриков / К. Окадзаки. – Москва : Энергия, 1976. – 336 с.

11 Викторов, И. А. Звуковые поверхностные волны в твердых телах / И. А. Викторов. – Москва : Наука, 1981. – 287 с.

12 Морозов, А. И. Пьезоэлектрические преобразователи для радиоэлектронных устройств / А. И. Морозов, В. В. Проклов, Б. А. Станковский. – Москва : Радио и связь, 1981. – 197 с.

13 Шутилов, В. А. Основы физики ультразвука / В. А. Шутилов. – Ленинград : Изд. Ленинградского университета, 1980. – 280 с.