



Плетнев Петр Михайлович — доктор технических наук, профессор, член-корреспондент Сибирского отделения высшей школы РФ, Российской академии естественных наук. Автор более 200 научных работ, в том числе 15 патентов и изобретений.

Руководитель научного направления «Физика структурных дефектов и физико-химические основы получения функциональных керамических материалов».

E-mail: starikov@stu.ru



Рогов Иван Иванович — доцент, кандидат технических наук, заведующий кафедрой «Физика». Автор 140 научно-методических работ, в том числе пяти патентов и изобретений, четырех монографий.

Область научных исследований — физика процессов старения керамических конденсаторов и электрофизических воздействий на процессы получения специальных керамических материалов.

E-mail: rvi@stu.ru

УДК 666.654:546.43

П.М. ПЛЕТНЕВ, И.И. РОГОВ

ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ ОПТИЧЕСКОГО МЕТОДА КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА СВЕТОПРОЗРАЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Изложены результаты неразрушающего оптического контроля качества светорассеивающих материалов. Показаны перспективность и преимущество оптического метода контроля изделий по их светопропусканию.

Ключевые слова: *применение оптического метода, оптический метод, качество светопрозрачных материалов.*

В современном материаловедении широко применяются различные физические методы выявления поверхностных и структурных (объемных) неоднородностей (дефектов) как металлических, так и диэлектрических материалов: оптические, акустические, рентгеноструктурные, методы электронной микроскопии, ядерного магнитного резонанса и т.д. Каждый из этих методов имеет свои особенности, область применения и экспериментальное оформление.

В ряду перечисленных методов самым простым, пожалуй, является оптический метод, который не требует специальной подготовки образца и является, в этом смысле, неразрушающим методом контроля. Единственное требование к материалу — это его прозрачность в различных диапазонах оптического спектра (видимом, инфракрасном и (или) ультрафиолетовом).

Можно выделить две группы материалов (и изделий из них), для которых целесообразен рассматриваемый метод.

1. Материалы, для которых оптические свойства (отражение света, светопропускание, светорассеяние, спектральные характеристики, поляризационные эффекты) являются основными наряду с некоторыми другими физическими свойствами (механичес-

кой прочностью, теплоизоляцией и т.п.). К такой группе материалов можно отнести различные виды оптических стекол, природные и искусственные драгоценные камни (алмаз, рубин), мрамор, изделия из дерева (бумага, картон), стеклопластики и пенопласты, полимерные органические пленки и др.

2. Материалы, для которых главными являются не их оптические свойства, а другие физические характеристики (электрические, диэлектрические, пьезоэлектрические, магнитные, тепловые, например). Для таких материалов их светотехнические свойства (светоотражение, светопропускание, светорассеивание) представляют интерес лишь постольку, поскольку их можно увязать со структурными особенностями материала, от которых во многом зависят и его основные свойства.

Например, материалы для электронной техники, изготавливаемые по керамической технологии (электроизоляционная вакуумноплотная керамика, сегнетопьезокерамика, ферритовая керамика, сверхпроводящая керамика), — это поликристаллические материалы с зернистой структурой, в которой отдельные кристаллиты «спаиваются» между собою стекловидной прослойкой; кроме того, имеется значительное число закрытых и открытых воздушных пор, пронизывающих толщу материала. Электрофизические параметры для таких керамик (удельная проводимость σ , диэлектрическая проницаемость ϵ , диэлектрические потери $\operatorname{tg} \delta$, пьезомодуль d , магнитная проницаемость μ и др.) зависят от степени их зернистости и общей пористости, которые, в свою очередь, определяются (для заданного состава оксидов) технологическим режимом спекания и синтеза. От этих же факторов зависит и интегральный коэффициент светопропускания τ (светопоглощения «к»), так как оптические свойства кристаллитной и стеклофаз, а также воздушных пор различны (различны показатели преломления).

К вакуумноплотным керамическим материалам, используемым в электронной технике, предъявляется высокий уровень требований. Многолетняя практика производства вакуумноплотной керамики ВК95-1, а также выполненные специальные исследования [1] по этому вопросу свидетельствуют о том, что используемые в настоящее время показатели спеченности (объемная масса, пористость, усадка) изоляторов, подлежащих спаиванию с металлами, не дают необходимой информации о качестве материала.

Применение микроскопического анализа позволяет более объективно оценивать качество обожженных изделий. Однако этот метод является разрушающим и трудоемким и, следовательно, не позволяет оперативно осуществлять контроль изделий. Поэтому поиск комплексного показателя качества спеченных керамических изделий является важной задачей в технологии технической керамики. Авторами [2–4] была предпринята попытка по решению этой задачи, при этом для реальных керамических изделий были определены браковочные признаки спеченности по светопропусканию и разработаны устройства неразрушающего контроля. К сожалению, в 90-е гг. ранее полученные научно-технические наработки были утеряны и разрушены. Изучению взаимодействия оптического излучения с керамическим материалом на предмет установления взаимосвязи светопропускания с параметрами его качества посвящены работы [5–7].

Физические основы и методика исследования

Световая волна, распространяющаяся в неоднородной среде (с наличием различных структурных образований), претерпевает энергетические изменения вследствие преобразования электромагнитной энергии волны в другие виды энергии.

Керамика, как оптическая среда, относится к сильномутным средам, для которых характерно многократное рассеяние света на оптических неоднородностях. Таковыми

в керамике являются кристаллы, поры, стеклофаза и включения, растворенные в стеклофазе. Кроме рассеяния ослабляющим фактором является поглощение. Выражения, описывающие ослабление за счет рассеяния или за счет поглощения, по форме совпадают и определяются в виде закона Бугера — Ламберта — Бера:

$$J = J_0 e^{-kd}, \quad (1)$$

где J — интенсивность света, прошедшего через вещество; J_0 — начальная интенсивность падающего света на вещество; k — показатель поглощения или отражения; d — толщина слоя вещества.

Поглощение и рассеяние света для многих веществ зависят от длины волны света, физико-химической природы и состояния вещества и не зависят от интенсивности света. Одним из важных факторов, определяющих характер рассеяния, является отношение между диаметром частиц неоднородностей d и длиной волны рассеяния света λ . В зависимости от величины d/λ различают три случая.

1. Условие $d \ll \lambda$ соответствует рассеянию света в совершенно чистых веществах, например в газах и жидкостях.

2. При условии $d = \lambda$ имеет место дифракционное рассеяние. Рассеяние в этом случае является сложной функцией от размера частиц, длины волны света и показателей преломления.

3. Для больших частиц (случай $d \gg \lambda$) характерно рассеяние, при котором к дифракционным эффектам присоединяются геометрические эффекты, т.е. явления отражения от поверхности частиц. Теория рассеяния света крупными частицами очень сложна, особенно для диэлектрических материалов. Показатель поглощения для диэлектриков невелик, однако у них может наблюдаться селективное поглощение света в определенной области спектра излучения, когда показатель резко возрастает, и проявляются широкие полосы поглощения.

Применительно к алюмооксидной керамике ВК95-1 размеры оптических неоднородностей могут составлять от 0,1 до 10,0 мкм, с различным структурным строением, плотностью, преломляемостью. В первом приближении для такого объекта, как керамика будет иметь место преимущественно дифракционное рассеяние, поскольку величина неоднородностей сопоставима с длиной волны светового диапазона. Используя выражения для оценки рассеяния света в атмосфере с учетом пропорциональности квадратичной функции числа частиц (и преломляемости среды) среднему числу последних, можно рассчитать суммарный коэффициент рассеяния для алюмооксидной керамики ВК95-1:

$$k = \frac{8\pi^3(\varepsilon - 1)^2}{3\lambda^4 \bar{N}}, \quad (2)$$

где $\bar{N}$ — среднее число частиц в единице объема.

Принимая крайние размеры кристаллов корунда равными $r_{\min} = 1,0$ и $r_{\max} = 10,0$ мкм и граничные длины световой волны $\lambda_{\min} = 0,4$ и $\lambda_{\max} = 0,8$ мкм, получаем, что для фиолетового диапазона ($\lambda_{\min}$) коэффициент рассеяния k будет составлять $1,1 \cdot 10^{-3} \text{ м}^{-1}$, а для красного ($\lambda_{\max}$) — $k = 6,0 \cdot 10^{-4} \text{ м}^{-1}$. То есть в длинноволновом диапазоне оптического излучения рассеяние на корунде меньше и, следовательно, светопропускание будет больше.

При исследовании светопропускания керамики ВК95-1 были использованы приборы и светофильтры, позволившие охватить диапазон светового излучения от 400 до 800 нм. В качестве источника излучения использовалась лампа накаливания, фотопри-

емником служил люксметр Ю-16, спектральный диапазон излучения задавался использованием соответствующего светофильтра, установленного перед образцом (рис. 1).

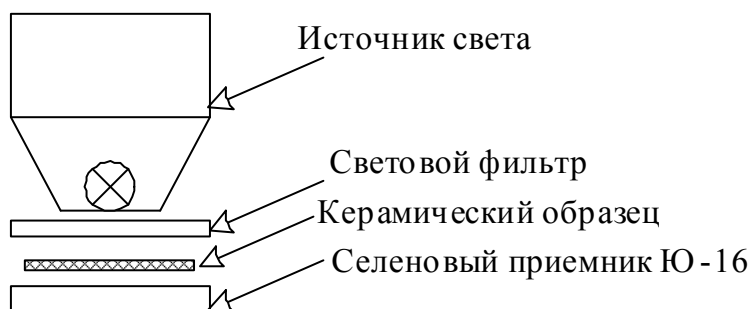


Рис. 1. Принципиальная схема установки для изучения светопропускания керамики

Разное качество керамики ВК95-1 задавалось параметрами ее структуры, что достигалось обжигом образцов в интервале температур от 1 640 до 1 720 °С в среде увлажненного водорода.

Образцами для исследования служили керамические диски толщиной от 2,5 до 3,0 мм и диаметром от 20 до 35 мм или подложки толщиной около 2 мм и размерами 40×30 мм. Такая форма образца позволила упростить методику определения светопропускания, а также определить на одних и тех же образцах значения таких показателей степени спеченности, как водопоглощение, объемная масса, открытая пористость, усадка, диэлектрические характеристики.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Усредненные зависимости светопропускания и показателей спеченности керамики от температуры обжига представлены на рис. 2.

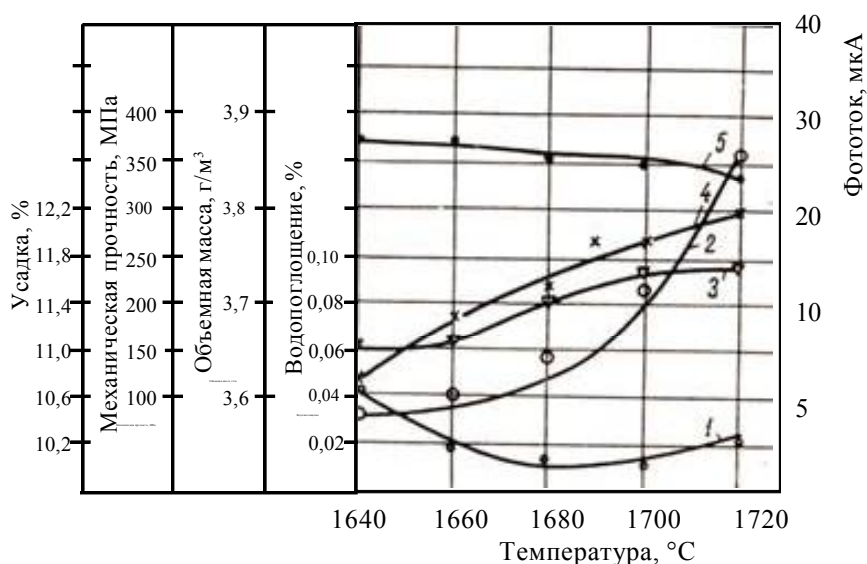


Рис. 2. Зависимости показателей спеченности и светопропускания керамики ВК95-1 от температуры обжига:

1 — водопоглощение; 2 — фототок; 3 — усадка; 4 — объемная масса; 5 — механическая прочность

Очевидно, что показатели спеченности керамики определяют ее структурные характеристики (микропористость, средний размер кристаллитов, содержание стеклофазы), от которых во многом зависит и светопропускание. Эта связь отражена на рис. 3.

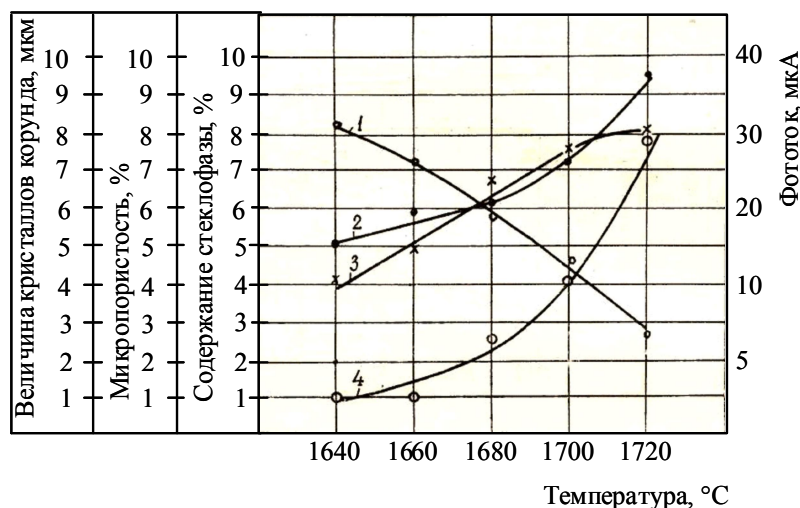


Рис. 3. Зависимости параметров структуры и светопропускания керамики ВК95-1 от температуры обжига:

1 — микропористость; 2 — величина кристаллов корунда; 3 — содержание стеклофазы; 4 — фототок

Содержание стеклофазы в образцах при увеличении температуры обжига до 1680–1700 °C возрастает (кривая 3), а при еще больших температурах уменьшается за счет ее рекристаллизации. Прослеживается прямая связь светопропускания с величиной кристаллов корунда (кривая 2) и обратная связь с микропористостью (кривая 1). Влияние структуры и фазового состава керамики на светопропускание проявляется особенно четко при сравнении различных марок алюмооксидной керамики А-995 и ВК95-1. Структура керамики А-995 является однофазной ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), а у керамики ВК95-1 наряду с корундом присутствует магний-алюмосиликатная стеклофаза в количестве до 7 %.

Повышенное светопропускание керамики А-995 (меньшее светорассеяние) обусловлено ее однофазным кристаллическим строением с небольшим содержанием пор. Для керамики ВК95-1 ее пониженное светопропускание (большая степень рассеяния света) связана с мелкозернистой структурой, наличием стеклофазы и большей пористостью.

Микроструктура образцов керамики ВК95-1, обожженной при различной температуре, существенно различается по количеству основной кристаллической фазы — корунда и величины зерна, а также по содержанию стеклофазы и пор (табл. 1).

Светопропускание керамики зависит от неоднородностей материала, начиная от зернистости, легко наблюдаемой в оптическом микроскопе, и кончая субмикрон неоднородностями (внутрикристаллическая пористость, микротрещины и т.д.). Сложный характер изменения параметров, характеризующих структуру керамики в зависимости от температуры обжига изделий, затрудняет установление строгого соотношения, отражающего связь этих параметров со светопропусканием. Однако четко установленная корреляция светопропускания керамики с параметрами ее структуры и показателями спеченности позволяет констатировать реальную возможность контроля материала с помощью оптического неразрушающего метода.

Таблица 1

Микроструктура алюмооксидной керамики ВК95-1, обожженной при разных температурах

Температура обжига, °С	Параметры структуры образцов				Характеристика структуры	Светопропускание, отн. ед.
	Содержание стеклофазы, %	Содержание пор, %	Величина кристалла, мкм	Содержание N-фазы*, %		
1 640	4,8	8,5	5,3	2,4	Структура мелкозернистая, пористая. Поры мелкие, распределены равномерно. Стекло представлено «россыпью». Содержание N-фазы внутри образца $\approx 2\%$, на поверхности $\approx 10\%$	20
1 660	6,6	5,6	6,1	1,9	Структура мелкозернистая, пористая. Участки стекла мелкие. N-фаза распределена равномерно	50
1 680	8,1	5,7	6,7	2,1	Структура равномерно-зернистая, пористая. Участки стекла мелкие. Содержание N-фазы в середине образца составляет $\approx 2\%$, на поверхности $\approx 20\%$	70
1 700	7,9	4,5	7,2	3,2	Структура неравномерно-зернистая с наличием крупных кристаллов, малопористая. Содержание N-фазы в середине образца составляет $\approx 4,5\%$, на поверхности $\approx 40\%$	110
1 720	6,4	4,3	11,9	3,6	Структура крупнозернистая, малопористая. Содержание N-фазы в середине образца составляет $\approx 4,5\%$, на поверхности $\approx 25\%$	320
1 720 (двукратный обжиг)	6,5	3,6	13,3	5,1	Структура крупнозернистая, малопористая. Содержание N-фазы в середине образца составляет $\approx 4,8\%$, на поверхности $\approx 40\%$	370

* N-фаза, не идентифицированная, рентгеноаморфная.

Сравнение светопропускания испытуемых образцов с «эталонными» образцами, для которых диэлектрические параметры ϵ , $\text{tg}\delta$ и напряжение пробоя $U_{\text{пр}}$ имеют оптимальные значения, позволяет, при выборе определенного критерия, проводить отбраковку дефектных образцов без предварительного измерения их основных электрофизических параметров, причем этот процесс нетрудно автоматизировать.

Интересные данные получены при исследовании температурной зависимости диэлектрических свойств ($\text{tg}\delta$ и ϵ) анализируемых образцов (рис. 4).

Диэлектрическая проницаемость керамики увеличивается с возрастанием температуры обжига образцов (см. рис. 4, а), что хорошо согласуется с данными, подтверждающими уплотнение материала. В то же время характер температурной зависимости ϵ образцов, обожженных при трех различных температурах, одинаков.

Значение $\text{tg}\delta$ при комнатной температуре мало зависит от исследуемого интервала температуры обжига образцов (см. рис. 4, б), однако температурные зависимости $\text{tg}\delta$ обнаруживают существенное их различие, особенно это заметно при температуре выше 300°C . Образцы, спеченные при более высокой температуре, характеризуются меньшими диэлектрическими потерями по сравнению с образцами, обожженными при низких температурах.

Поскольку явления рассеяния и поглощения света зависят от соотношения длины волны света и размера неоднородностей, то необходимо было исследовать зависимость светопропускания алюмооксидной керамики от спектрального состава излучения. Для

этого были использованы образцы корундовой керамики разных марок: А-995 — чисто корундовая, ВК95-1 и 22ХС — состав с наличием красящихся оксидов Cr_2O_3 и MnO .

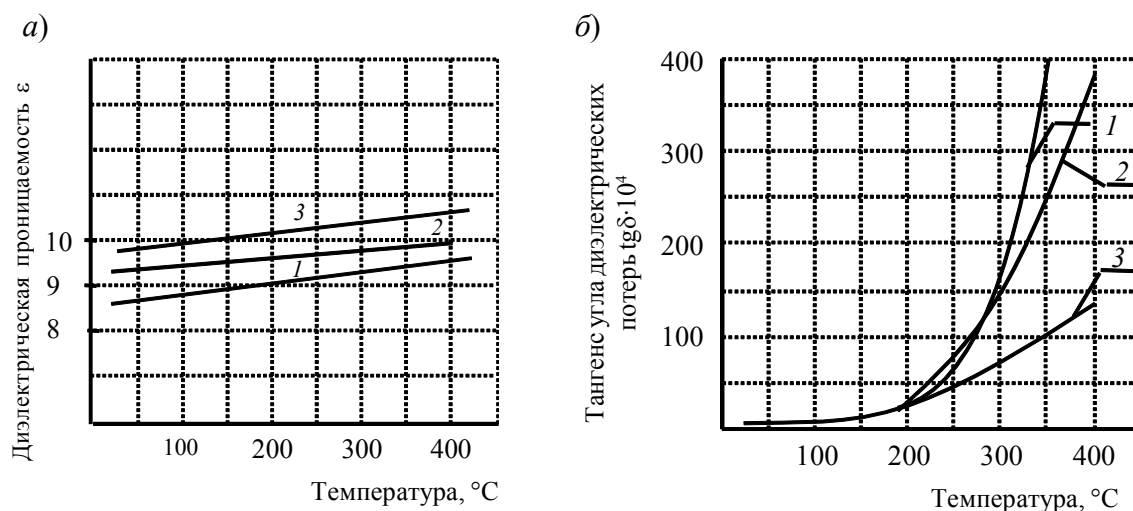


Рис. 4. Температурная зависимость диэлектрических характеристик ($\text{tg}\delta$ и ϵ) керамики ВК95-1, обожженной при разных температурах:

а — диэлектрическая проницаемость (на $f = 1$ МГц); б — тангенс угла диэлектрических потерь (на $f = 1$ МГц);

1 — температура 1 640 °С; 2 — температура 1 680 °С; 3 — температура 1 720 °С (дважды обжиг)

Приведенные в табл. 2 результаты светопропускания различных марок керамики свидетельствуют о выраженной избирательной способности к поглощению в зависимости от спектра излучения. Так, для алюмооксидной керамики марки А-995, структура которой практически полностью сложена из кристаллов корунда, изменения показателя поглощения света от спектральной характеристики излучателя могут составлять от 450 до 180 м^{-1} .

Таблица 2

Результаты изменения показателя поглощения керамики различных марок

Свето-пропускание	Марка керамики		Спектр излучателя – лампа накаливания			
			Сплошной ($\lambda = 400\text{--}780 \text{ нм}$)	Светофильтр СЗС-7 ($\lambda < 560 \text{ нм}$)	Светофильтр ЖЗС-9 ($\lambda = 500\text{--}580 \text{ нм}$)	Светофильтр ОС-11 ($\lambda > 560 \text{ нм}$)
Показатель поглощения, м^{-1}	Алюмооксидная	А-995 ($h = 7,0 \text{ мм}$)	194	395	449	180
		ВК95-1 ($h = 2,6 \text{ мм}$)	335	598	839	470
		22ХС ($h = 1,4 \text{ мм}$)	961	2513	3362	1398

У алюмооксидной керамики ВК95-1 показатель поглощения колеблется от 335 до 840 м^{-1} , а у керамики 22ХС с добавлением Cr_2O_3 и MnO — от 960 до $3\,360 \text{ м}^{-1}$. Важным является тот факт, что для всех исследуемых керамических образцов в диапазоне излучения $\lambda = 500\text{--}570 \text{ нм}$ (светофильтр ЖЗС-9) наблюдается максимум поглощения.

Влияние структуры и фазового состава (см. табл. 2) керамики проявляется особенно четко при сравнении результатов светопропускания различных марок алюмооксидной

керамики А-995 и ВК95-1. Различие структуры керамики марок А-995 и ВК95-1 состоит в том, что структура керамики А-995 является однофазной ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), а у керамики ВК95-1 наряду с корундом присутствует магний-алюмосиликатная стеклофаза в количестве до 7%. Поэтому повышенное светопропускание керамики А-995 обусловлено ее однофазным кристаллическим строением с небольшим содержанием пор. Меньшая светопропускная способность керамики ВК95-1 связана с ее мелкозернистым строением корунда, наличием стеклофазы и большей пористостью. Большое значение показателя поглощения алюмооксидной керамики 22ХС обусловлено влиянием красящихся добавок (Cr_2O_3 , MnO), вводимых в состав материала.

В работе [8] даны теоретические предпосылки и проведены экспериментальные исследования возможности неразрушающего контроля светорассеивающих композиционных материалов слоистой и ячеистой структур (стеклопластики, пенопласты) на предмет выявления дефектных участков.

В качестве теоретической модели выбран 3-слойный композит, центральный слой которого по оптическим свойствам заметно отличается от крайних. Показана возможность обнаружения дефектов структуры, связанных с нарушением целостности или толщины центрального слоя, и выявления границ дефектных участков. Выявление таких участков (и прорисовка их контура путем компьютерной обработки сигнала фотоприемника) обусловлено тем, что на границах дефектного слоя происходит существенное рассеяние света (и угловое расширение пучка), интенсивность которого на выходе будет отличаться от интенсивности света, прошедшего бездефектный участок. Авторами сконструирован дефектоскоп, работающий в ближней инфракрасной области спектра. В качестве источника инфракрасного излучения используется арсенидгаллиевый светодиод АЛ-107А ($\lambda = 950$ нм), приемник излучения — фотоумножитель ФЭУ-28 с чувствительностью фотокатода ≈ 15 мкА/Лм. Излучение светодиода модулируется по амплитуде с частотой 2,2 кГц для «отсева» фоновой засветки в приемном тракте. Показана возможность обнаружения дефектов в стеклопластиках толщиной в несколько сантиметров, вызванных непровклеиванием отдельных сотоблоков, из-за чего внутри стеклопластика образуются воздушные полости микронной толщины. Дефектоскоп позволяет обнаружить нарушения структуры и в композитах другой связности — матричной или типа статистической смеси (пенопласт пенополиуретана).

Авторы отмечают, что контрастность выявления дефекта в их установке лимитируется апертурой входной и выходной оптики. На наш взгляд, для повышения контрастности было бы целесообразно применить двухлучевую оптическую схему, при которой опорный луч проходит через бездефектный участок материала, а другой, рабочий, последовательно «прощупывает» пограничные с дефектом области. При этом приемное устройство регистрировало бы различие в интенсивностях световых потоков.

Стоит отметить, что в современной функциональной электронике в качестве прецизионных устройств используются пленочные композитные структуры (типа сэндвичей) из различных по свойствам материалов. Например, двухслойные феррит-пьезоэлектрические структуры (тонкие монокристаллические слои), слоистые композиты «сегнетоэлектрик-полимер», которые обладают уникальными свойствами — гигантский магнитоэлектрический эффект для первых композитов (сильное резонансное поглощение СВЧ-энергии) [9] и гигантский пьезоэлектрический эффект для вторых (гигантский пьезомодуль) [10]. Толщины слоев таких композитов составляют доли микрона, и они, как светорассеивающие в видимой и УФ-областях спектра, могут стать подходящими объектами для оптических методов выявления несовершенств структуры.

Таким образом, установленные структурные особенности алюмооксидной керамики ВК95-1 от температуры обжига образцов и обнаружение дефектов структуры других светорассеивающих материалов согласуются с результатами их светопропускания, что позволяет рассматривать светопропускание как комплексную характеристику при исследовании процессов спекания керамических материалов и контроля качества оптически прозрачных изделий. Достоинствами светопропускания являются высокая чувствительность к происходящим структурным изменениям материала, безопасность использования и возможность создания измерительных средств неразрушающего контроля качества различных светорассеивающих материалов и изделий.

Библиографический список

1. Плетнев П.М. Керамические материалы функционального назначения. Новосибирск: Изд-во СГУПС, 2010. 190 с.
2. Десярева Э.В. Микроструктура прозрачной поликристаллической корундовой керамики и ее взаимодействие с просвечиваемостью // Неорганические материалы. 1967. Т. III. № 12. С. 12–15.
3. Бердов Г.И., Плетнев П.М. и др. Неразрушающий оптический контроль качества керамических изделий // Электронная техника. Сер. Технология, организация производства и оборудования. 1979. Вып. 2. С. 1–6.
4. Бердов Г.И., Плетнев П.М. и др. Неразрушающий контроль качества керамических изделий оптическим методом // Стекло и керамика. 1988. Вып. 8. С. 17–18.
5. Плетнев П.М., Рогов В.И. Светопропускание и структурные особенности вакуумно-плотной алюмооксидной керамики // Физика. 2008. № 5. С. 10–15.
6. Плетнев П.М., Симонова Г.В., Степанова С.А. Зависимость светопропускания вакуумно-плотных керамических материалов от спектрального состава излучения // Специализированное приборостроение, метрология, теплофизика, микротехника: Сб. мат-лов IV Междунар. науч. конгресса. Т. 4. Ч. 2. Новосибирск, 2008. С. 162–165.
7. Плетнев П.М., Симонова Г.В., Степанова С.А. Разработка оптического метода контроля качества функциональной керамики // ГЕО-Сибирь–2010: Сб. мат-лов VI Междунар. выставки и научного конгресса. Новосибирск, 2010. С. 22–26.
8. Потапов А.И., Клопов В.Д. Оптический метод неразрушающего контроля светорассеивающих материалов // Дефектоскопия. 2006. № 3. С. 84–96.
9. Бичурин М.И., Петров В.М. и др. Электродипольные и магнитодипольные переходы в искусственных магнитоэлектрических структурах // Взаимодействие света с веществом: Мат-лы 2-й Теренинской науч.-практ. конф. Калуга: КГПУ, 2006. С. 103–105.
10. Турик А.В., Радченко Г.С. Гигантский пьезоэлектрический эффект в сегнетоактивных композитах // Пьезотехника–2005: Сб. мат-лов Междунар. науч.-практ. конф. Ростов н/Д: РГУ, 2005. С. 236–240.

P.M. Pletnev, I.I. Rogov. The Prospects of Optical Quality Control Method of Translucent Materials Application.

The results of non-destructive quality control of optical light torasseivayuschih materials. Shows promise and advantages of the optical method of monitoring products for their transmission.

The article describes the results of non-destructive quality control of optical light-diffusing materials. The prospects and advantages of the optical method of monitoring products for their transmission are shown.

Key words: *optical method application, optical method, quality of translucent materials.*