

ИНСТИТУТ БИОХИМИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ РАН им. Н.М. ЭМАНУЭЛЯ

Лаборатория акустической микроскопии

На правах рукописи

МОРОКОВ ЕГОР СТЕПАНОВИЧ

ИМПУЛЬСНАЯ АКУСТИЧЕСКАЯ МИКРОСКОПИЯ ДЛЯ
ВИЗУАЛИЗАЦИИ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ОБЪЕМЕ
МАТЕРИАЛОВ И НА ГРАНИЦАХ ИХ СОЕДИНЕНИЙ.

01.04.01 – «приборы и методы экспериментальной физики»

Диссертация
на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Научный руководитель:
к. ф.-м.н., зав. лаб. В.М. Левин

Москва – 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ПРИНЦИПЫ МЕТОДОВ ИМПУЛЬСНОЙ АКУСТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ И ВОЗМОЖНОСТИ ИХ ПРИМЕНЕНИЯ	15
1.1. Основные принципы и методы визуализации акустической микроскопии ..	15
1.2. Фокусированные ультразвуковые системы	17
1.2.1. Характеристики фокусированных ультразвуковых пучков	20
1.2.2. Методы и режимы работы фокусированных ультразвуковых систем	21
1.2.3. Взаимодействие фокусированного ультразвукового пучка с изотропной пластинкой.....	24
1.2.4. Взаимодействие сходящегося ультразвукового пучка с границей раздела двух твердых тел.....	28
1.3. Режимы акустической визуализации	32
ГЛАВА 2. ПЛОТНЫЕ КЕРАМИКИ КАК МАТЕРИАЛ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ: СТРУКТУРА, УПРУГИЕ СВОЙСТВА И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ	37
2.1. Структура и упругие характеристики керамических материалов	37
2.2. Механизмы адгезии на границе соединения с керамической поверхностью	44
2.3. Методы исследования керамических материалов и их соединений	47
ГЛАВА 3. ОЦЕНКА ВОЗМОЖНЫХ РАЗМЕРОВ ВКЛЮЧЕНИЙ, ОТОБРАЖАЕМЫХ В УЛЬТРАМИКРОСКОПИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ ИМПУЛЬСНОГО АКУСТИЧЕСКОГО МИКРОСКОПА ПРИ ОБЪЕМНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ МАТЕРИАЛОВ	50
3.1. Расчет зон Френеля на плоской границе раздела с иммерсионной жидкостью от точечного рассеивателя в объеме объекта.....	54
3.2. Общая теория рассеяния ультразвука на сферическом отражателе	57
3.2.1. Сферические функции Бесселя	59
3.2.2. Рассеяние на жесткой сфере	62
3.2.3. Рассеяние на мягкой частице.....	64
3.3. Расчет чувствительности высокочастотной импульсной фокусированной системы при рассеянии на жестких и мягких частицах в керамике.....	66
ГЛАВА 4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВНУТРЕННЕЙ СТРУКТУРЫ И УПРУГИХ СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ	69
4.1. Описание экспериментальной установки, материалов и методики исследования.	69

4.1.1. Экспериментальная установка	69
4.1.2. Экспериментальные образцы	71
4.1.3. Методика исследования	72
4.2. Измерение упругих характеристик плотных керамик	73
4.3. Акустическая визуализация внутренней микроструктуры оптически непрозрачных материалов	79
4.3.1. Визуализация внутренней микроструктуры стеклокерамики	79
4.3.2. Визуализация внутренней микроструктуры плотной циркониевой керамики	82
ГЛАВА 5. ОСОБЕННОСТИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ФОКУСИРОВАННОГО УЛЬТРАЗВУКОВОГО ПУЧКА С ВНУТРЕННИМИ ГРАНИЦАМИ СОЕДИНЕНИЯ..	
5.1. Методика эксперимента	87
5.2. Геометрия зондирующего пучка на границе соединения материала	90
5.3. Взаимодействие зондирующего пучка с различными структурными элементами границы соединения	94
5.3.1. Малоразмерные и протяженные дефекты границы соединения.....	97
5.3.2. Особенности формирования эхо-сигнала, отраженного на границе соединения с соединительным (клеевым) слоем	100
5.3.3. Взаимодействие пучка с участками частичного контакта.....	108
5.4. Формирование двумерных акустических изображений области соединения с помощью пучков продольных и поперечных волн в объеме материала	111
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	117
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	117

ВВЕДЕНИЕ

Работа посвящена изучению взаимодействия коротких импульсов высокочастотного фокусированного ультразвукового пучка с малоразмерными элементами объемной структуры твердых материалов и с границами раздела в местах соединений материалов; развитию методов акустической микроскопии высокого разрешения, основанных на эффектах такого взаимодействия, и применению развитых методов для характеристики современных плотных керамических материалов и их соединений.

Современный уровень развития техники предъявляет все большие требования к качеству материалов и готовых изделий из них. Речь идет, в первую очередь, о контроле внутренней микроструктуры материалов, об оценке качества адгезии в области соединения материалов, о контроле локальных прочностных и упругих характеристик и их распределения по объему материала или изделия. Методами, позволяющими неразрушающим образом контролировать перечисленные параметры, являются ультразвуковые методы. Ультразвук проникает на достаточную глубину в объем большинства применяемых сегодня материалов, в том числе оптически непрозрачных, эффективно взаимодействует с внутренними границами раздела даже при небольших различиях акустических импедансов контактирующих сред. Соответственно, использование ультразвуковых пучков позволяет наблюдать внутреннюю архитектуру сложноорганизованных материалов и изделий, выявлять дефекты в их объеме и на границах раздела твердых тел.

Возможности ультразвуковой визуализации зависят от частоты зондирующего ультразвука. Как средство индустриального неразрушающего контроля ультразвук возник в 1-ой половине 20-го века. Стандартная техника ультразвукового контроля [1-5] использует относительно низкочастотный ультразвук (до 20 МГц), и позволяет выявлять в объеме дефекты и элементы структуры размерами от нескольких миллиметров и более. Как правило, тот же частотный диапазон используется для выполнения ультразвуковых измерений – измерения скоростей звука и упругих модулей в материалах с однородной структурой и упругими свойствами. При ультразвуковых измерениях, как и в системах ультразвукового неразрушающего контроля, предпочтительно применяются ограниченные плоские пучки зондирующего ультразвука, хотя имеются возможности использования и другой геометрии зондирующего излучения, прежде всего, фокусированного ультразвука. Фокусированный ультразвук в том же частотном диапазоне находит широкое

применение в медицинской диагностике для визуализации внутренней структуры органов и биологических тканей [6-11].

Развитие техники возбуждения и приема ультразвукового излучения, использование достижений современной электроники, точной механики и компьютерной техники привело в 70 – 80-ых годах прошлого века к существенному расширению частотного диапазона зондирующего ультразвука и созданию акустической микроскопии – метода, обеспечивающего ультразвуковую визуализацию с микронным и субмикронным разрешением [12, 13]. Возросшие требования к надежности привели к необходимости выявления и неразрушающего контроля дефектов малых размеров – трещин с микронной и субмикронной шириной раскрытия, микронных пор и включений, дефектов адгезии на границах раздела и т.д. Создание и применение материалов со свойствами, регулируемые их внутренней микроструктурой – армированных композитов и нанокompозитов, керамических материалов, полимеров; потребовало развитие методов контроля микроструктуры.

Акустическая микроскопия базируется на использовании фокусированных зондирующих пучков и растровом принципе формирования изображения [12]. В своем первоначальном варианте акустическая микроскопия создавалась с расчетом на получение максимального разрешения, сравнимого с разрешением лучших оптических микроскопов. С этой целью использовались широкоапертурные пучки (половина угла раскрытия $\theta_m \sim 50^0-60^0$) и протяженные высокочастотные (500 МГц - 3 ГГц) гармонические зондирующие сигналы. При таком выборе параметров основным результатом взаимодействия зондирующего излучения с образцом является его отражение от поверхности образца. При обычном отражении в таком случае отображается только рельеф поверхности. Однако оказалось, что для широкоапертурных ультразвуковых пучков их взаимодействие с границей образца порождает, помимо зеркально отраженного излучения, вытекающие поверхностные упругие возбуждения. При небольшом дефокусировании (смещении z фокуса зондирующего пучка с поверхности в объем образца) вытекающие волны принимаются фокусирующей системой и интерферируют с сигналом, создаваемым зеркально отраженным излучением. Результат интерференции определяет выходной сигнал ультразвуковой фокусирующей системы. При последовательном смещении z линзы из фокального положения по направлению к поверхности образца сигнал меняется периодическим образом, образуя регулярную последовательность максимумов и минимумов (нулей) выходного сигнала – т.н. $V(z)$ -зависимость. Принципы использования $V(z)$ -зависимостей были развиты для измерения локальных значений

скоростей рэлеевских волн, в т.ч. для изучения их анизотропии на поверхности кристаллов с использованием цилиндрических фокусирующих систем. Успехи в развитии этого типа акустической микроскопии описаны в нескольких изданиях и обзорах [14-17].

В 90-ые годы поток публикаций по ультразвуковым методам исследования микроструктуры и упругих свойств поверхностей стал быстро иссякать. Основные эффекты взаимодействия фокусированного ультразвука с поверхностью твердотельного образца в иммерсионной жидкости были описаны, в практическом использовании для исследования и контроля поверхностных структур акустическая микроскопия не смогла составить конкуренцию традиционным методам микроскопии – оптической, электронной и зондовой. Однако, неизменный практический интерес вызывает другое направление ультразвуковой визуализации высокого разрешения – импульсная акустическая микроскопия, предназначенная для визуализации внутренней микроструктуры в объеме материалов и объектов, прежде всего, оптически непрозрачных.

Импульсная акустическая микроскопия возникла в 80-ые годы [15, 18, 19] как высокочастотная версия стандартных методов ультразвукового неразрушающего контроля и ультразвуковой диагностики. Как и в других вариантах акустической микроскопии, здесь в качестве зондирующего излучения используется фокусированный высокочастотный ультразвук и растровый принцип формирования изображений. Но в этом варианте применяются длиннофокусные (малоапертурные) пучки и импульсные зондирующие сигналы. Длиннофокусные пучки за счет малой угловой апертуры обеспечивают проникновение в исследуемый объем всех лучей внутри падающей угловой апертуры и минимальное искажение формы пучка в объеме образца после прохождения его границы с иммерсионной жидкостью. Импульсные сигналы позволяют использовать временную селекцию для разделения эхо-сигналов, приходящих с различной глубины в объеме образца. Сегодня импульсная акустическая микроскопия, наряду с рентгеновской микротомографией, является одним из основных методов наблюдения 3D микроструктуры и выявления микроструктурных дефектов в объеме образца. Представляется, что этот метод объемной визуализации сохранит свое значение и в будущем, как для научных исследований, так и для разнообразных практических приложений.

С развитием техники импульсной акустической микроскопии на частотах от 50 МГц до 200 МГц стала доступна визуализация объемной микроструктуры с латеральным разрешением до 10-20 микрон и измерение локальных объемных упругих

свойств с тем же пространственным разрешением [20-27]. Малая длительность зондирующего импульса (20-40 нс) обеспечивает хорошее разрешение по глубине. Использование метода оказывается актуальным для многих материалов и технологий, но, прежде всего для оценки объемной микроструктуры в материалах со сложной пространственной организацией.

Также импульсная акустическая микроскопия оказывается перспективным методом для другой актуальной проблемы современного материаловедения - исследования и неразрушающего контроля микроструктуры границы раздела в зоне соединений материалов. Проблема границ в объеме материала или конструкции имеет фундаментальный характер - возникает вопрос о переходе одной микроструктуры к другой; о силах, обеспечивающих неразрывность среды, о свойствах и организации переходной зоны. С другой стороны, эта проблема актуальна для практики - внутренние границы в значительной степени определяют прочность конструкции, ее физические свойства (теплопроводность, электрические свойства и т.д.). Прямое исследование структуры границ раздела в области соединения материалов сталкивается с естественной трудностью - граница, как правило, недоступна для большинства стандартных методов структурных исследований. Исключение составляют ультразвуковые методы высокого разрешения и рентгеновская микротомография, причем импульсная акустическая микроскопия в этом случае имеет заведомые преимущества - с ее помощью могут отображаться т.н. закрытые трещины и отслоения. Малый размер фокального пятна в зоне контакта позволяет локализовать дефекты адгезии размером до нескольких десятков микрон. Закрытые трещины и отслоения представляют собой протяженные (микроны, десятки и сотни микрон, а иногда миллиметры) дефекты сплошности с шириной раскрытия, сравнимой с атомными размерами (5-10 Å и выше). Через такие разрывы сфокусированный высокочастотный ультразвук пройти не может - берег разрыва, движущийся в поле ультразвуковой волны, при своем движении перемещается на расстояния, существенно меньшие ширины трещины или отслоения, и не может передавать движение противоположному берегу. В то же время наличие подобных разрывов имеет пренебрежимо малое значение для поглощения рентгеновского излучения - величины, определяющей контраст в рентгеновской томографии.

Внутренние границы раздела могут описываться несколькими механизмами адгезии. Среди таких механизмов - процессы диффузии при плотном контакте и нагреве, смешивание жидких расплавов металлов при сварке за счет их локального нагрева в зоне контакта, образование контакта при спекании керамических материалов,

формирование непрерывной среды с помощью промежуточного адгезионного слоя. В таком слое, образуемом склейкой, пайкой или спеканием, силы поверхностного сцепления обеспечивают прочный контакт слоя с соединяемыми материалами, превосходя, зачастую, силы когезии в материалах.

Локально на границе соединения материалов ультразвук различает состояния идеального контакта, полного отсутствия адгезии и частичного контакта. При идеальном контакте граница полностью прозрачна для ультразвука только при соединении частей из одинакового материала. Случай является идеальным для неразрушающего контроля внутренних границ – любые нарушения сплошности, даже с размерами, заметно меньшими длины волны зондирующего ультразвука, регистрируются приемником на фоне базового сигнала от самой границы. Граница раздела материалов с различными акустическими характеристиками при идеальном контакте порождает как отраженный, так и проходящий ультразвуковые пучки. На идеальной границе сред 1 и 2 отраженный сигнал определяется отличной от нуля коэффициентом отражения:

$$R = \frac{\rho_2 \cdot c_2 - \rho_1 \cdot c_1}{\rho_2 \cdot c_2 + \rho_1 \cdot c_1}, \quad (1)$$

ρ , c – плотность и скорость звука в соответствующей среде.

Сигналы от дефектных областей регистрируются на фоне конечного сигнала, отраженного от областей идеального контакта. Локальное состояние границы и степень ее дефектности оценивается из сравнения амплитуд и структуры эхо-сигнала в разных точках границы. Амплитуда отраженного излучения возрастает с ростом дефектности. Максимальный эхо-сигнал возникает при полной потере контакта, когда величина коэффициента отражения равна единице: $|R| = 1$. Минимальный – в зоне идеального контакта, где $R = R_{12}$, и где та или иная часть пучка, падающего на границу, проникает в ниже расположенный материал в виде прошедшего излучения.

Дефекты в контактной зоне сказываются, прежде всего, на прочности и надежности контакта. Однако, малая прочность может возникать без нарушения сплошности контакта, например, из-за возникновения слабых атомно-молекулярных связей на границе раздела материалов, из-за формирования тонкого и непрочного промежуточного слоя на границе и т.д. Такой механизм потери прочности обсуждался, в частности, для зоны контакта ядра точечной сварки с остальным объемом металла – т.н. *stick contact* [5]. Однако, в подавляющем большинстве случаев в качестве причины дефектности является образование на границе областей частичного (неполного)

контакта. В англоязычной литературе для обозначения такого состояния на границе соединения, наряду с термином *partial contact*, используется также понятие *kissing contact* [28].

Частичный контакт образуется многочисленными мелкомасштабными участками прочного соединения, разделенными областями нарушения сплошности. Области качественного контакта могут образовывать связные области со сложной геометрией, или быть топологически независимыми и разбиваться на множество несвязанных между собой участков. В любом случае характерные латеральные размеры отдельных микроучастков такой структуры лежат в микронном, субмикронном или, даже, в нанометровом диапазоне, и всегда много меньше длины волны зондирующего ультразвука. Причина сложной геометрии контакта связана с состоянием контактирующих поверхностей до формирования их соединения – шероховатостью и микрорельефом, химическим состоянием поверхностей (пленки окислов, пленки ПАВ, покрытия и т.п.). В зоне частичного контакта имеет место комбинированное взаимодействие ультразвука с границей раздела – на микроучастках с полным контактом происходит как отражение падающего возбуждения, так и его прохождение в ниже расположенную среду; на малых участках с потеряннным контактом происходит только отражение. В результате, эффективный коэффициент отражения R должен возрасти по сравнению с его величиной R_{12} , но оставаться меньшим единицы – значения R при отсутствии контакта между средами.

$$|R_{12}| \leq |R| \leq 1. \quad (2)$$

Величина этого изменения должна зависеть от отношения интегральной площади микроучастков прочного контакта внутри пятна зондирующего пучка на границе раздела к общей площади этого пятна.

Возможность оценивать степень дефектности контакта по величине отражения от внутренней границы неоднократно изучалась для разных типов соединения - от плотного прижима [28, 29] до различных типов жесткого механического соединения в виде адгезионных [2, 30], клеевых и диффузионных [31, 32] контактов. Для неразрушающей оценки использовались различные ультразвуковые методики, включая ограниченные плоские пучки [2, 31] зондирующего ультразвука, фокусированный ультразвук [28, 32], ультразвуковые волноводные моды (лэмбовские волны), бегущие вдоль поверхности образца [33, 34]. Однако исследования проводились в достаточно низкочастотной области (5-18 МГц) ультразвукового спектра с применением протяженных гармонических импульсов. Такие методики не позволяют наблюдать

тонкую микроструктуру контактной области, наблюдать пространственные вариации степени дефектности вдоль зон частичного контакта, выявлять другие возможные типы дефектов, типа приповерхностных включений и пор, наблюдать микроструктуру промежуточного адгезионного слоя и т.д. Импульсная акустическая микроскопия на рабочих частотах от 50 МГц и выше открывает широкие возможности для проведения подобных исследований и оценок.

Целью данной работы является развитие принципов и оценка возможностей импульсной акустической микроскопии для изучения и характеристики микроструктуры в объеме пространственно структурированных материалов и на границах раздела в их объеме, для выявления дефектов соединений материалов и оценки их надежности. В рамках работы изучаются особенности взаимодействия коротких фокусированных импульсов высокочастотного ультразвука с акустически твердыми и акустически мягкими рассеивателями в объеме твердотельного материала, рассматриваются принципы отображения эхо-импульсов, создаваемых такими рассеивателями на акустических изображениях – *B*- и *C*-сканах. Мягкие рассеиватели моделируют поры в объеме многих структурированных материалов – поликристаллов, керамик, стекол, композитов и т.д. Твердые рассеиватели позволяют выявлять закономерности отображения малых твердых включений на акустических изображениях.

Исследуются экспериментально и рассматриваются теоретически механизмы формирования эхо-сигналов, отраженных от внутренних границ раздела разной степени совершенства или дифрагированных на структурных неоднородностях таких границ. Изучаются принципы формирования акустических изображений внутренних границ и неразрушающей оценки качества соединения материалов на этих границах. Исследуются особенности формирования акустических изображений внутренней границы раздела сходящимися пучками продольных и поперечных волн, возникающими при преломлении падающего пучка на границе образца с иммерсионной жидкостью.

Развитые методики используются для изучения упругих свойств и внутренней микроструктуры современных плотных керамик, для исследования микроструктуры и неразрушающей оценки качества соединения плотной керамики или металла с керамической облицовкой.

Основным объектом исследований являются керамики на основе ZrO_2 , в которых кристаллографические формы микрокристаллов оксида циркония стабилизировались малыми присадками других оксидов. За последние годы

наблюдается существенный прогресс в технологии изготовления керамических материалов – сохранив твердость, современные керамики стали существенно более прочными и стойкими к динамическим нагрузкам. Высокие прочностные свойства керамик связаны, прежде всего, с изменением их микроструктуры. Современные керамики формируются в виде структур с микро и наноразмерными кристаллическими зёрнами и минимальными межзёрнными промежутками (≤ 10 нм). Однако в объеме керамических материалах присутствует значительное количество пор и включений с размерами от нескольких микрон до десятков и, даже, сотен микрон, т.е. с характерными размерами, существенно превосходящими размеры, как зёрен, так и межзёрнных пор. Подобные поры и включения образуют мезоструктуру керамики. Присутствие мезоструктуры может сказываться на физических характеристиках керамики, в т.ч. на ее прочностных и упругих свойствах; однако оно не означает автоматически существенного падения прочности или упругости. В соответствии с этим является актуальной разработка неразрушающих методов исследования и контроля мезоструктуры керамики и установление связи между мезоструктурой и упругими свойствами плотной керамики. В работе проведено исследование микроструктуры керамик, получаемых золь-гелевым методом при различных режимах ее формирования, выполнен анализ зависимости упругих характеристик современных плотных керамических материалов от уровня пористости, среднего размера зёрна и кристаллической модификации керамики ZrO_2 .

Одной из областей активного использования ZrO_2 является медицинское протезирование. Как правило, стоматологическое протезирование подразумевает использование систем из двух соединенных материалов: керамика-стеклокерамика либо стеклокерамика-металл. Оценка структуры границы раздела для плотного контакта керамических материалов и выявления на границе областей потери адгезии и частичного контакта является актуальной проблемой не только с фундаментальной, но также и с практической точки зрения. Изучению взаимодействия фокусированного пучка с границей соединения между материалами и развитию принципов визуализации и интерпретации акустических изображений зоны контакта между керамическими материалами посвящена значительная часть представляемой диссертационной работы.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы.

Первая глава содержит обзор литературы, в котором описываются основы акустической микроскопии, этапы её развития и основные классификации. Особое внимание уделяется фокусированным ультразвуковым системам. Описываются особенности формирования фокусированного пучка, его основные характеристики,

методы и режимы работы фокусированных ультразвуковых систем. Говорится о взаимодействии фокусированного пучка с границей соединения двух твердых тел. Приводится описание основных микроакустических режимов визуализации В, В/D и С-сканирование, квазитомографический режим.

Вторая глава посвящена современным плотным керамическим материалам, их микроструктуре и упругим свойствам. В п. 2.1 обсуждается влияние микроструктуры керамики, уровня пористости, среднего размера зерна и его кристаллической модификации на упругие свойства керамического материала. Описывается формирование межзерновых пор и агломератов в объеме керамики. Особое внимание уделяется керамике на основе ZrO_2 , как к объекту экспериментального микроакустического исследования в работе.

В п. 2.2 обсуждается проблема адгезии на границе соединения с керамической поверхностью. Описываются механизмы адгезии в области соединения материалов. В п. 2.3 приводится обзор методов исследования керамических материалов и их соединений. Особое внимание уделяется возможностям и преимуществам методов акустической микроскопии для исследования современных плотных керамик.

В третьей главе описываются теоретические основы взаимодействия фокусированного ультразвукового пучка с частицей размером много меньшим длины волны ($ka \ll \lambda$). Говорится о том, что интенсивность рассеянного на частицах излучения зависит от природы рассеивателя. Акустически мягкие включения (поры и воздушные включения) существенно лучше возбуждают рассеянное излучение, чем твердые рассеиватели. Анализируются эффективность рассеянного на таких элементах излучения. Для акустически мягких рассеивателей она оказывается существенно выше - теряется известная зависимость сечения рэлеевского рассеяния σ от размера a малого рассеивателя: $\sigma \sim (ka)^4 \cdot \pi a^2$, k – волновой вектор зондирующего ультразвука в среде; сечение оказывается пропорциональным квадрату размера рассеивателя: $\sigma \sim \pi a^2$. Приводятся оценки возможных размеров включений, отображаемых в ультрамикроскопическом режиме импульсного акустического микроскопа при визуализации внутренней микроструктуры пространственно структурированных материалов. Минимальные размеры визуализированных частиц определяются исходя из чувствительности системы акустической микроскопии разработанной в ИБХФ РАН.

Четвертая глава посвящена экспериментальному изучению объемной микроструктуры и упругих характеристик плотных керамических материалов. В п.4.1 описывается экспериментальная установка и исследуемые образцы. В параграфе 4.1.3.

описываются методики для измерения локальных упругих характеристик и визуализации внутренней структуры керамик.

В параграфе 4.2. приводятся экспериментальные данные об упругих характеристиках керамических образцов таких как: скорости распространения продольных и поперечных волн, сдвиговой, объемный модуль, модуль Юнга, коэффициент Пуассона. Приводятся результаты экспериментального исследования влияния структурных факторов, таких как степень пористости, размер зерна и кристаллическая модификация керамик на упругие свойства керамик.

В параграфе 4.3. обсуждаются результаты экспериментального изучения внутренней микроструктуры плотных керамических материалов. Структурные особенности объемной микроструктуры были визуализированы с помощью В- и С-сканов. Показано, что полученные экспериментальные результаты визуализации внутренней микроструктуры керамик хорошо сопоставимы с теоретическими оценками возможных размеров мягких рассеивателей, отображаемых на изображениях (гл. 3). На акустических изображениях такие малоразмерные элементы отображены в виде светящихся точек равных диаметру фокального пятна, вариации яркости связаны с вариациями размеров рассеивателей. Описывается механизм возникновения дифрагированного излучения на малоразмерных частицах, границах и вершинах трещин и отслоений. Как результат контуры таких элементов структуры, расположенных выше и ниже фокальной плоскости зондирующего пучка, отображаются на В-скане в виде параболических линий с загнутыми вверх или вниз ветвями параболы. На С-сканах участие дифрагированных эхосигналов в формировании акустических изображений структур, лежащих в плоскости, сдвинутой вверх или вниз по отношению к фокусу пучка, приводит к размыванию контуров элементов структуры на акустических изображениях и потере четкости изображения.

Пятая глава посвящена возможностям использования импульсной акустической микроскопии для изучения и неразрушающей оценки плоской границы соединения материалов в объеме образца. Рассматривается возможность использования для визуализации границы раздела между средами не только пучка сходящихся продольных, но и поперечных волн, образующихся за счет конверсии мод при прохождении зондирующего пучка границы раздела иммерсии и образца.

В п. 5.1 описывается методика исследований границ соединений материалов. В п. 5.2 приводится описание принципов фокусировки пучков сходящихся продольных и поперечных волн, образующихся за счет конверсии мод при прохождении зондирующего пучка границы раздела иммерсии и образца вблизи внутренних границ

соединения. Представлен подход для оценки пространственного разрешения при визуализации микроструктуры границы соединения материалов.

В параграфе 5.3 рассматриваются возможные механизмы отображения различных дефектов в области соединения материалов: точечные и протяженные участки потери адгезии участки частичного контакта, дефекты клеевых слоев. Рассматривается влияние дефектов на амплитуду и форму эхо-сигналов, принимаемых из области соединения, и особенности отображения структурных элементов границы на В- и С-сканах. Описывается возможность применения теневых эффектов отражательной акустической микроскопии для выявления и характеристики дефектов границы соединения. Подробно обсуждается взаимодействие фокусированного пучка с участками частичного контакта, на которых выходной сигнал определяется не столько упругими характеристиками соприкасающихся сред, сколько структурой и характеристиками зоны соприкосновения, в первую очередь, долей суммарной площади микро- и наночастиц с потерянкой адгезией внутри площади фокального пятна.

В параграфе 5.4 изучаются особенности формирования С-сканов области соединения фокусированными пучками, образованными при прохождении продольных L и поперечных T волн через объем керамического материала. Пространственное разрешение, определяемое длиной волны для различных волновых мод заведомо лучше для поперечных волн, обладающих меньшей скоростью распространения. С другой стороны, поперечные волны, возбуждаемые только за счет наклонных компонент пучка, характеризуются большими рефракционными абберациями; зондирующий импульс поперечных волн обладает меньшей интенсивностью по сравнению с продольными волнами, значительный вклад в амплитуду которых обеспечивается параксиальной составляющей пучка. Показано, что различия в амплитудах L - и T -сигнала при фокусировке соответствующих пучков на границе между материалами сказываются на чувствительности акустической системы к нахождению точечных и протяженных дефектов адгезии, участков частичного, границ дополнительных клеевых или связующих слоев. В качестве примера высокой чувствительности L -пучков приводятся экспериментальные результаты их применения для визуализации динамики зарождения и развития микротрещин и отслоений границы соединения при пошаговой механической нагрузке образца.

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы.

ГЛАВА 1. ПРИНЦИПЫ МЕТОДОВ ИМПУЛЬСНОЙ АКУСТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ И ВОЗМОЖНОСТИ ИХ ПРИМЕНЕНИЯ

Ультразвук давно зарекомендовал себя как эффективный инструмент неразрушающего контроля в промышленности, средство диагностики и визуализации в медицине. Ультразвуковые методы широко используются для определения значений упругих характеристик материалов, для нахождения и визуализации дефектов внутренней структуры, для оценки и характеристики структуры соединений между материалами, в первую очередь оптически непрозрачными [21-25, 28, 35-37]. Ультразвук проникает на достаточную глубину в объем большинства применяемых сегодня материалов. Ультразвуковые методы обеспечивают достаточно высокую разрешающую способность – на частотах в несколько сотен мегагерц разрешение систем акустической визуализации оказывается сравнимым с разрешением оптических микроскопов.

Актуальным является применение ультразвуковых систем высокого разрешения в области материаловедения для изучения композитных, армированных или слоистых материалов, керамик с мелкозернистой цеолитной структурой и др. Визуализация объемной структуры таких материалов с микронным и субмикронным разрешением, характеристика распределения структурных элементов, определение их упругих характеристик стало возможным благодаря широкому спектру методов ультразвуковой визуализации высокого разрешения, и в особенности акустической микроскопии. Высокая чувствительность современных фокусированных ультразвуковых систем позволяет выявлять элементы и дефекты внутренней структуры, размеры которых меньше длины ультразвуковой волны зондирующего пучка. Визуализация таких элементов происходит за счет приема рэлеевского рассеянного излучения в режиме ультрамикроскопии, по своей сути схожей с оптической микроскопией темного поля [25]. Поскольку, принципы акустической визуализации в режиме рассеянного излучения остаются малоизученными, их рассмотрение вынесено в отдельную главу.

1.1. Основные принципы и методы визуализации акустической микроскопии

Методы ультразвуковой визуализации основаны на возможности проникновения ультразвукового излучения в объем материала, его взаимодействия с элементами внутренней структуры и последующей визуализации в виде акустических изображений.

Использование широкого спектра частот зондирующего излучения (1 МГц - 10 ГГц) в технике ультразвукового видения позволяет отображать элементы структуры от нескольких сотен нанометров до нескольких сантиметров. Для разных задач, в зависимости от требуемого разрешения и глубины проникновения, требуется ультразвуковое излучение с различными рабочими частотами. Стандартные ультразвуковые устройства для технического неразрушающего контроля и медицинской диагностики используют частоты в диапазоне от 1 до 18 МГц [5-8]. Этот диапазон обеспечивает необходимую глубину проникновения зондирующего пучка и разрешение от 0,3 до нескольких миллиметров. продолжительное время такое разрешение было достаточным для подавляющего большинства технических задач. Однако с ростом требований, предъявляемых к технике и методам исследования материалов (напокомпозитов, керамик, градиентных материалов и т.д), повысился интерес к методам акустического видения высокого разрешения, и прежде всего, акустической микроскопии. Использование в таком случае излучения на частотах 20 МГц ÷ 10 ГГц обеспечивает разрешение от сотен микрон до сотен нанометров.

Взаимодействие зондирующего ультразвука с элементами внутренней структуры объекта сводится к регистрации прошедшее, отраженное или рассеянное излучение в материале. Вариации расположения ультразвукового приемника относительно объекта позволяют принимать, фиксировать параметры вторичного излучения и отображать их вариации на акустических изображениях. Первые системы акустического видения были созданы советским ученым Соколовым в 1936 году [38]. Визуализация образца происходила путем отображения областей разной яркости на экране электронно-лучевой трубки за счет вариаций амплитуды прошедшего через объем ультразвукового излучения. Последующее развитие ультразвуковой техники сопровождалось модернизацией способов и методик приема и обработки вторичного ультразвукового излучения. В акустической голографии [39] для приема излучения применялись оптические системы. Приборы, работающие на этом принципе, давали только интегральную характеристику материала и не получили широкого применения для объемной визуализации. Методы с растровым принципом акустической визуализации, впервые использованные в медицинской диагностике [40], позволяли формировать более контрастные изображения, полученные в отраженном или рассеянном излучении.

Первые растровые акустические изображения на современных системах акустического видения высокого разрешения были получены Лемонсом и Квейтом [13] в трансмиссионном режиме работы с помощью высокочастотного (160 МГц)

фокусированного ультразвукового пучка с большой угловой апертурой $\sim 100-120^\circ$ и латеральным разрешением ~ 10 мкм. Чуть позже с помощью акустического микроскопа той же группой были получены изображения в режиме на отражение на рабочей частоте акустической линзы 600 МГц с латеральным разрешением 2 мкм [12]. Использование длинного гармонического сигнала (рис. 1.1а) позволяло визуализировать только поверхность и тонкие объекты (до 10λ) – в данном подходе отсутствует возможность разделения длинных сигналов, отраженных на различной глубине в объеме образца. Акустическая линза с широкой угловой апертурой принимает помимо отраженного от поверхности сигнала, вытекающие поверхностные акустические волны. Распространяясь вдоль поверхности, они переизлучаются в иммерсионную жидкость и принимаются преобразователем. Такие системы используются для измерения волн Релея и Лэмба, поверхностных упругих характеристик.

Более привлекательным является применение коротких фокусированных зондирующих импульсов (рис. 1.1б). Использование принципов радарной техники позволяет принимать разделенные по времени задержки эхосигналы от поверхностей объекта и элементов его внутренней структуры, обусловленные возбуждением различных акустических мод. Длительность зондирующего импульса 1,5-2 осцилляции определяет разрешение измерительной системы по глубине и позволяет послойно визуализировать внутреннюю микроструктуру объекта. Измерение времени задержки между сигналами от передней и нижней границы, сформированными продольными и поперечными упругими волнами, позволяет определять скорости распространения звука, соответственно, рассчитывать локальные упругие характеристики материала.

1.2. Фокусированные ультразвуковые системы

Большинство современных ультразвуковых систем высокого разрешения основаны на применении фокусированного ультразвукового излучения. Благодаря концентрации ультразвука внутри фокальной области взаимодействие с объектом происходит локально, ширина области составляет всего несколько длин волн, что определяет разрешающую способность при визуализации, а в измерительных системах дает возможность исследовать маленькие образцы и строить карты распределения локальных упругих свойств. В зависимости от частоты ультразвука (20-10000 МГц) диаметр фокуса и разрешение системы варьируется от долей микрона до сотен микрометров.

Существует несколько способов сформировать сфокусированный пучок – применение пьезопреобразователя сферической формы, фазированной решетки или акустической линзы. Изготовление пьезопреобразователей сферической формы или фазированной решетки для электронной фокусировки пучка на высокие частоты (от 50 МГц и выше) сопровождается рядом технологических сложностей. Системы с электронной фокусировкой на частотах до 10 МГц используются в медицинской диагностике и промышленном неразрушающем контроле.

Использование фазированной решетки как и плоских преобразователей предполагает контактный метод расположения излучателя на поверхности объекта (рис. 1.1а,б). В целях улучшения контакта между источником излучения и объектом используют иммерсии или звукопроводящие гели. Преобразователи, имеющие плоскопараллельные границы входа и выхода звукопровода, формируют на границе с образцом плоский падающий фронт (рис. 1.2а), который распространяется от поверхности до дна образца, отражается и принимается тем же пьезопреобразователем (эхо-метод [15, 18, 19]). Редко применяется трансмиссионный режим работы, который предполагает наличие отдельного источника и приемника ультразвука по разным сторонам образца [13]. По времени задержки ультразвука рассчитывается скорость распространения звуковых волн, затем определяется глубина залегания дефектов и их геометрия. Применение наклонных пьезопреобразователей (рис. 1.2б) позволяет формировать ультразвуковой фронт, подающий под углом к поверхности объекта, тем самым возбуждать в объеме материала продольные и поперечные волны. Наклонное расположение источника и приемника ультразвука позволяет обнаруживать вертикальные трещины и границы раздела.

В системах акустического видения высокого разрешения применяются акустические линзы. Конструкция таких излучателей подразумевает наличие звукопровода с вогнутой поверхностью – сферической (рис. 1.2в) или цилиндрической (рис. 1.2г), образуя точечную или линейную фокусировку. Плоская звуковая волна, распространяющаяся по звукопроводу со скоростью c_1 , преломляется на границе с иммерсией, скорость распространения волн в которой c_2 . Как правило в качестве материала для звукопровода применяются плавленый кварц или сапфир, а иммерсией – вода, при этом соблюдается отношение скоростей $c_2/c_1 < 1$. В иммерсионной жидкости вблизи центра радиуса кривизны преломляющей поверхности формируется сфокусированный фронт. Сходящийся пучок взаимодействует с границами и элементами структуры в объеме объекта, и регистрируется приемником. Линейные

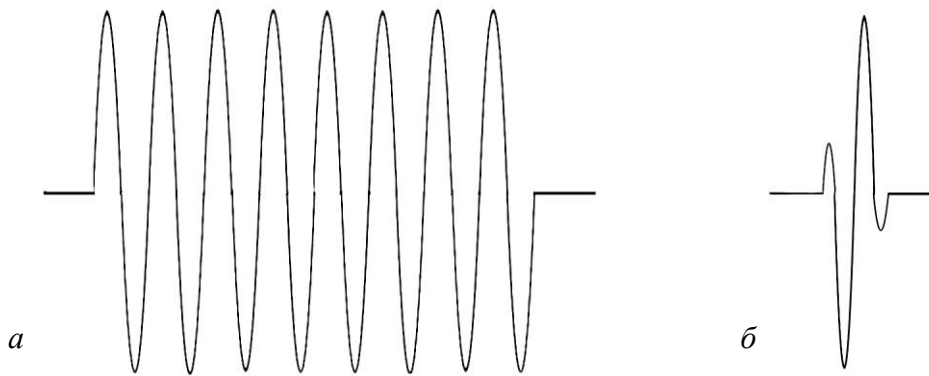


Рис. 1.1. Временная структура зондирующего сигнала: а) длинный гармонический зондирующий сигнал; б) ультракороткий импульс.

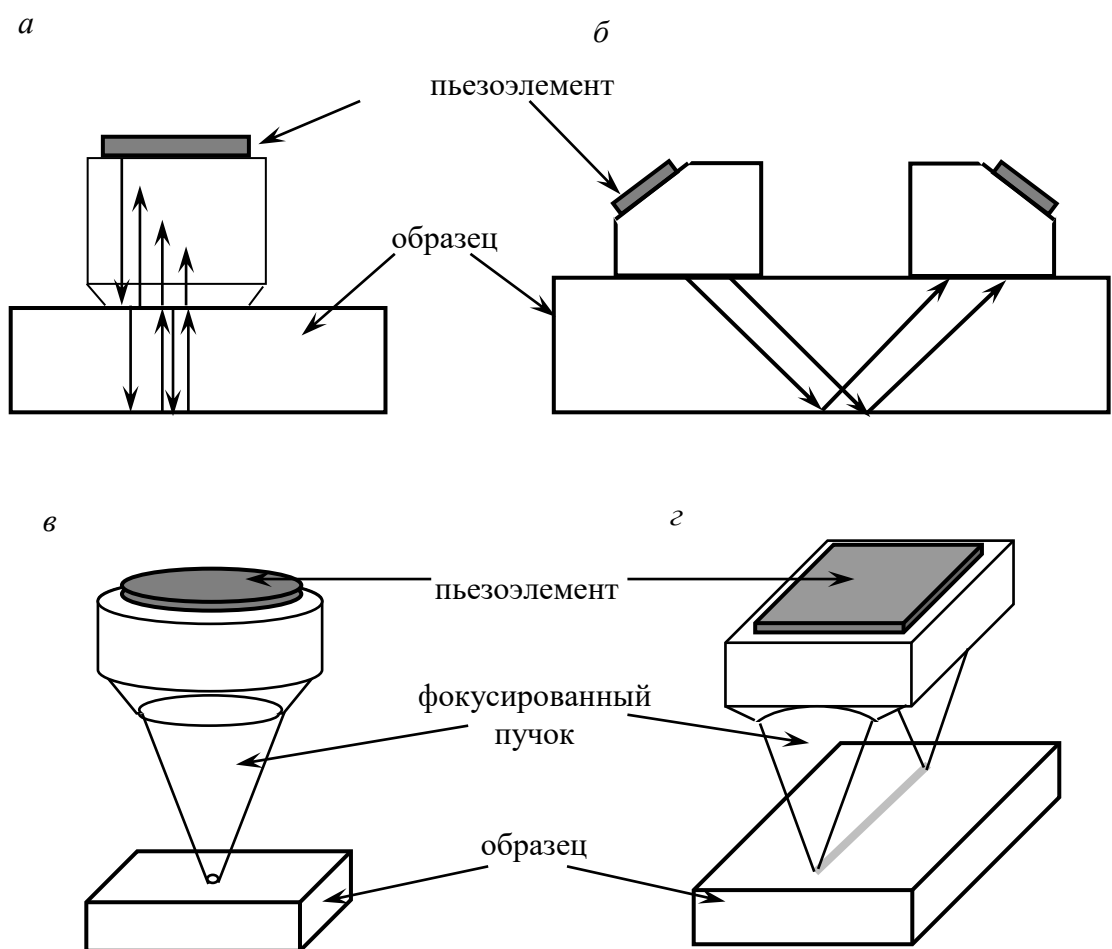


Рис. 1.2. Виды пьезоэлектрических излучателей: а) плоский преобразователь, формирующий только продольные волны в образце; б) система, состоящая из наклонных плоских источника и приемника, позволяет регистрировать прохождение продольных и поперечных волн в материале; в) сферическое фокусирование ультразвука; г) линейное фокусирование ультразвука.

акустические линзы широко используются для изучения анизотропии упругих свойств материалов [15, 41], возбуждая на поверхности образца плоскую ультразвуковую волну, направление распространения которой задается поворотом фокальной лини. В отличие от сферических линз линейные преобразователи позволяют измерять интегральные акустические характеристики материалов. Сферически сфокусированные ультразвуковые пучки применяются для измерения локальных упругих свойств, однако основное их применение – формирование акустических изображений структуры материалов.

1.2.1. Характеристики сфокусированных ультразвуковых пучков

Основными характеристиками сфокусированного излучения являются рабочая частота f ультразвука и угловая апертура θ_m . Угол θ_m задает геометрию сходящегося пучка – размер фокального пятна d_F и длину фокальной перетяжки L_F (рис. 1.3).

Диаметр фокального пятна определяет латеральное разрешение системы. Согласно критерию Релея минимальный размер d_F будет определяться [14]:

$$d_F \approx 0.61 \cdot \frac{\lambda}{\sin \theta_m} \quad (1.1)$$

где λ – длина звуковой волны. Соответственно диаметр фокальной перетяжки обратно пропорционален рабочей частоте ультразвукового излучения. Длина фокальной перетяжки также определяется частотой и угловой апертурой линзы:

$$L_F = \frac{2 \cdot \lambda}{1 - \cos \theta_m} \quad (1.2)$$

но, в отличие от d_F , ее величина уменьшается обратно пропорционально квадрату угловой апертуры ($L_F \sim 1/\theta_m^2$). Увеличение рабочей частоты зондирующего пучка, безусловно, приводит к повышению латерального разрешения системы, однако, высокочастотные пучки затухают при прохождении через иммерсию и требуют увеличения концентрации излучения за счет увеличения апертуры акустической линзы. Рост θ_m увеличивает энергию ультразвукового пучка, но лучи падающие под углами выше критических не проникают вглубь материала. Основная часть падающего пучка отражается от передней поверхности образца; лишь небольшая его часть проникает в объем. Соответственно широкоапертурные системы ($\theta_m \sim 30-60^\circ$) высокого разрешения

($f = 0,5-4\text{ГГц}$) используются только для визуализации поверхности и подповерхностного слоя объекта; для оценки анизотропии поверхностной упругости. Акустические линзы с узкой угловой апертурой ($\theta_m \sim 8-11^\circ$), благодаря длинной фокальной перетяжке $\sim 100\lambda$ и малому фокальному диаметру $\sim 2-4\lambda$, образуют область с плоским волновым фронтом внутри объекта. Фокусированный пучок эффективно проникает на глубину $\sim 5-10$ мм большинства материалов и позволяет изучать внутреннюю микроструктуру и его упругие свойства. В таблице 1.1 представлены характеристики фокусированных систем с различной угловой апертурой.

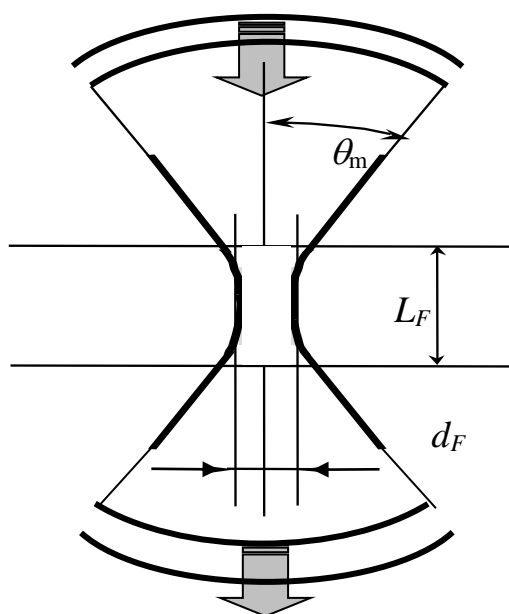


Рис. 1.3. Пространственная структура фокальной зоны сходящегося пучка.

Таблица 1.1

Геометрия фокальной области сходящегося пучка в зависимости от угловой апертуры.

Угловая апертура, θ_m	10°	15°	20°	30°	40°	60°
Диаметр фокального пятна, d_F	$3,5 \cdot \lambda$	$2,4 \cdot \lambda$	$1,8 \cdot \lambda$	$1,2 \cdot \lambda$	$0,9 \cdot \lambda$	$0,7 \cdot \lambda$
Длина фокальной перетяжки, L_F	$132 \cdot \lambda$	$59 \cdot \lambda$	$35 \cdot \lambda$	$15 \cdot \lambda$	$8,5 \cdot \lambda$	$4 \cdot \lambda$

1.2.2. Методы и режимы работы фокусированных ультразвуковых систем

Фокусированный ультразвуковой пучок генерируется акустическим объективом в иммерсионной жидкости. Плоскопараллельный объект размещается вблизи фокальной области линзы нормально оси зондирующего пучка. Ультразвук частично

отражается от поверхности образца, частично проникает вглубь материала. Прошедшее излучение, преломленное на границе иммерсионной жидкости с объектом за счет разницы скоростей звука, отражается/рассеивается на структурных элементах в объеме материала. После взаимодействия с объектом ультразвуковое излучение принимается пьезоприемником и преобразуется в электрический сигнал; сигнал оцифровывается и хранится в памяти компьютера вместе с координатами точки, где он был измерен. Набор данных о сигналах, получаемых в разных точках области при пошаговом сканировании, используется для формирования различных типов акустических изображений. Сканирование объекта может происходить путем механического перемещения акустической линзы, а также самого образца в зависимости от режима, используемого ультразвуковой системой – отражательный [42, 43], трансмиссионный [44, 45], режим темного поля [46].

В настоящее время наиболее часто в акустической микроскопии применяется режим на отражение (рис. 1.4а). Акустическая линза одновременно служит источником и приемником ультразвукового излучения. Сканирование объекта происходит путем последовательного механического перемещения линзы над поверхностью образца. Отражательная акустическая микроскопия хорошо зарекомендовала себя в материаловедении как метод неразрушающего контроля высокого разрешения оптически непрозрачных материалов, для обнаружения внутренних микротрещин и пустот, оценки однородности внутренней структуры и адгезии в зоне соединений материалов; для исследования упругих свойств и оценки анизотропии упругих характеристик. В медицине метод используется для исследования клеток и различных тканей [6-8], материалов, применяемых при ортопедическом и стоматологическом протезировании [9, 47, 48] и регенеративной медицине[10].

Трансмиссионная акустическая микроскопия основана на применении раздельных источника и приемника ультразвука, расположенных на противоположных сторонах исследуемого объекта (рис. 1.4б,в). Соосное расположение объективов подразумевает их точную юстировку, соответственно сканирование происходит за счет механического перемещения образца. Такой режим работы накладывает жесткие ограничения на толщину объекта - не более 10λ используемого ультразвукового излучения. Конфокальные акустические микроскопы используют короткофокусные линзы с высокими рабочими частотами 0,2-2 ГГц и, как правило, применяются для исследования клеток и тонких срезов тканей [11, 13]. Смещение оси объектива,

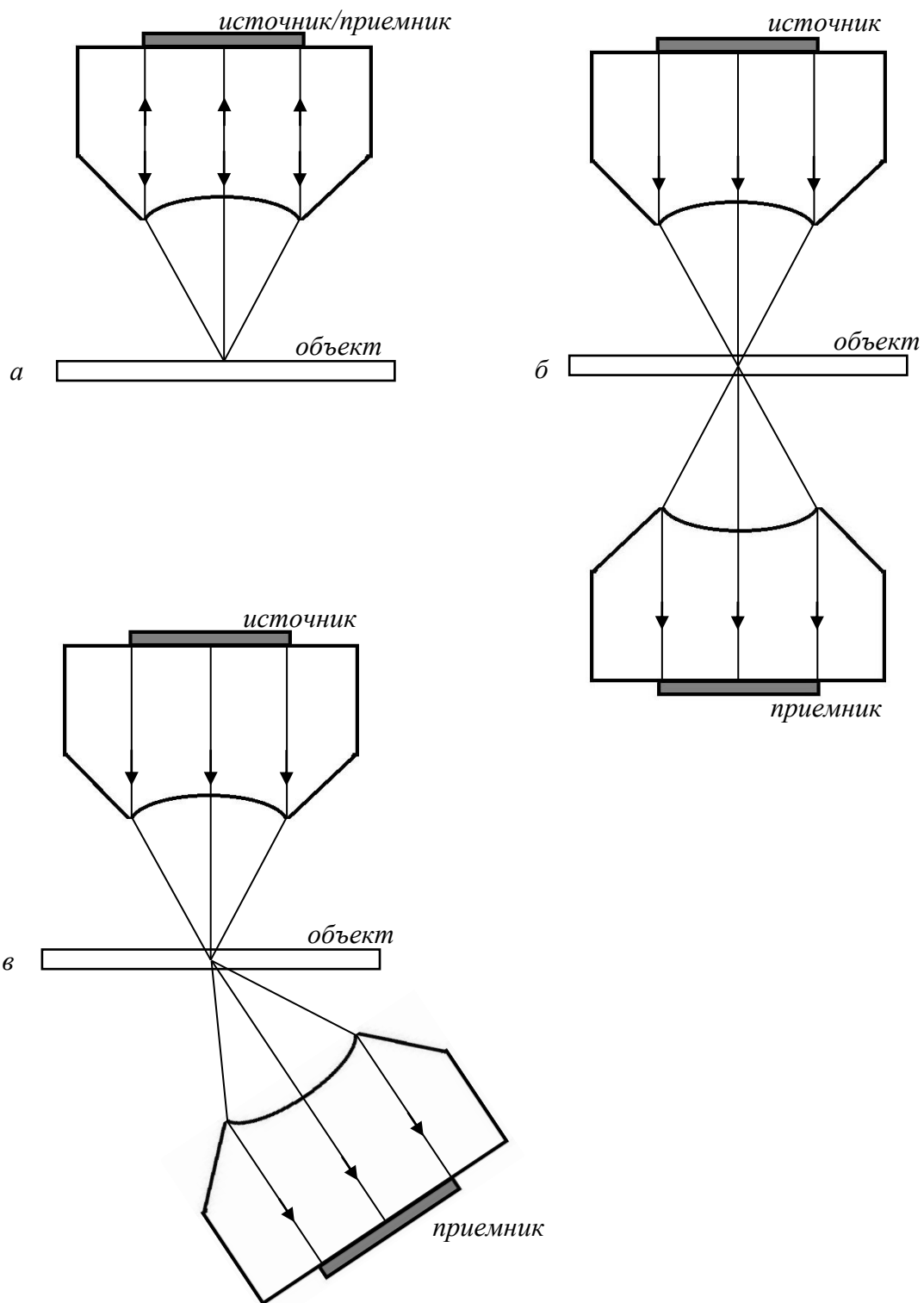


Рис. 1.4. Схематическое представление режимов, применяемых в акустической микроскопии: а) режим на отражение; б) трансмиссионная конфокальная микроскопия; в) режим темного поля.

принимающего ультразвуковое излучение, из конфокального положения на достаточно большой угол позволяет регистрировать рассеянное на внутренних неоднородностях излучение [49] и аналогичен режиму темного поля в оптической микроскопии.

1.2.3. Взаимодействие фокусированного ультразвукового пучка с изотропной пластинкой

Методы акустической микроскопии основаны на взаимодействии фокусированного ультразвукового пучка с объектом, расположенном в иммерсионной жидкости вблизи фокальной зоны зондирующего пучка. Падающий пучок может быть представлен как набор плоских волн с волновыми векторами, ограниченными угловой апертурой θ_m акустической линзы. Взаимодействие с объектом может быть рассмотрено любой компонентой плоской продольной волны зондирующего пучка. Большая часть энергии пучка при взаимодействии с поверхностью объекта отразится обратно в иммерсию. Угол между нормалью пучка и волновым вектором отраженной волны будет идентичен углу падающей волны. Оставшаяся энергия пучка, преломляясь, проникает вглубь объекта в виде продольной L и поперечной T волны. Углы преломленных волн будут определяться привычным соотношением Снеллиуса:

$$\frac{\sin \theta}{c} = \frac{\sin \theta'_{L,T}}{c_{L,T}}, \quad (1.3)$$

где θ и θ' – углы падения и преломления, c – скорость звука в иммерсии, $c_{L,T}$ – скорости продольной или поперечной волны в объекте. Волны, падающие под углами больше критических углов θ_L и θ_T (для продольных и поперечных волн соответственно):

$$\theta_{L,T} = \arcsin \frac{c}{c_{L,T}} \quad (1.4)$$

не возбуждают в объеме материала упругих волн и полностью отражаются обратно в иммерсию. В случае, когда $\theta = \theta_{L,T}$, на границе иммерсия-объект возбуждаются поверхностные волны, которые переизлучают в иммерсию преломленные под таким же углом $\theta_{L,T}$ продольную или поперечную волну, соответственно.

Для большинства материалов существует рэлеевский критический угол:

$$\theta_R = \arcsin \frac{c}{c_R}, \quad (1.5)$$

при котором на границе иммерсия-твердое тело возбуждаются рэлеевские волны [16] со скоростью c_R . Измерение поверхностных акустических волн широко используется для оценки упругих свойств материалов. Техника измерения получила название $V(z)$ -метода [17], благодаря зависимости выходного сигнала V фокусирующей системы от смещения z акустического объектива относительно фокального положения системы. В этом случае выходной сигнал формируется за счет интерференции эхо-сигнала, отраженного от передней поверхности и сигнала создаваемого, вытекающей поверхностной волной. Осциллирующая зависимость сигнала (рис. 1.5) характеризуется периодом Δz , который будет определяться длиной волны зондирующего излучения в иммерсии λ и косинусом рэлеевского критического угла:

$$\Delta z = \frac{\lambda}{2 \cdot (1 - \cos \theta_R)}. \quad (1.6)$$

$V(z)$ зависимость наблюдается также в системах с импульсным возбуждением. В этом случае смещение линзы из фокального положения приводит к разбеганию эхоимпульсов от поверхности объекта и сформированного вытекающей волной. Время задержки импульса t_R , образованного рэлеевской волной, линейно зависит от смещения z :

$$t_R(z) = \frac{2 \cdot z \cdot (1 - \cos \theta_R)}{c} \quad (1.7)$$

Измерение наклона прямой позволяет определять косинус характеристического критического угла и, соответственно, скорость поверхностной моды [15].

Короткофокусные системы, применяющиеся для ультразвуковых измерений поверхностных акустических волн, могут работать в импульсное режиме. Короткий зондирующий импульс фокусированного ультразвука при взаимодействии с передней поверхностью образца порождает два сигнала принимаемых фокусирующей системой. Один возникает за счет прямого отражения основной части пучка от границы раздела образца с иммерсионной жидкостью; другой – благодаря распространению вдоль этой границы вытекающей рэлеевской волны, боковой волны или вытекающей волновой моды (волны Лэмба) в слоистой системе (Рис. 1.6). В результате, выходной сигнал фокусирующей системы оказывается состоящим из двух эхоимпульсов, обусловленных этими источниками отраженного излучения. Временные соотношения между импульсами будут зависеть от положения акустического объектива относительно поверхности образца. Когда поверхность совпадает с фокальной плоскостью линзы (фокальное положение), выходной сигнал содержит единственный суммарный отраженный импульс со временем задержки t_F , определяемым пробегом зондирующего

импульса по звукопроводу и иммерсионной жидкости от пьезоэлектрического преобразователя до образца и обратно. Если акустический объектив сдвигается из фокальной позиции на величину z , время распространения отраженного излучения (сигнал В на эхограмме, рис.1.6а)

$$t_B(z) = t_F + \frac{2 \cdot z}{c}, \quad (1.8)$$

и время задержки импульса, образуемого вытекающей волной (сигнал R на эхограмме рис.1.6а)

$$t_B(z) = t_F + \frac{2 \cdot z}{c} \cdot \cos \theta_R; \quad (1.9)$$

различаются тем больше, чем больше сдвиг акустического объектива по направлению к образцу. Времена задержек t_B и t_F линейно зависят от смещения z . Соответственно, измерение наклона прямой $t_F(z)$ для сигнала, образуемого вытекающей поверхностной акустической модой позволяют определить косинус критического угла и, соответственно, скорость поверхностной моды.

Для изучения объемных упругих характеристик и внутренней микроструктуры объектов применяются узкоапертурные акустические линзы и импульсное возбуждение зондирующего сигнала. Излучение эффективно проникают через границу иммерсия-объект в виде сходящихся пучков продольных или поперечных волн (рис. 1.7). Пучок **I**, падающий под углом θ на границу раздела, образует отраженный пучок **B** и пучки преломленных продольных (**L**) и поперечных (**T**) волн в образце. Сходящиеся в объеме плоскопараллельного объекта лучи, падающие под разными углами, формируют на оси линзы новый фокус. Прошедшие через объем материала волны отражаются от нижней границы пластинки, в т. ч. путем конверсии мод (**LT** –сигнала). Отраженные лучи возвращаются к передней поверхности объекта, частично отражаясь от нее, выходят в иммерсионную жидкость и принимаются акустической линзой. Пьезопреобразователь эффективно принимает лучи приходящие по нормали к его поверхности, соответственно, регистрация эхосигнала от дна образца возможна при таких положениях линзы, когда падающие на пластинку под углом θ лучи после взаимодействия выходят обратно в иммерсию под тем же углом. Как правило, сигнал от дна пластинки, сформированный продольными волнами, регистрируется в любом положении линзы за счет параксиальных лучей. Максимальная величина **L**, **T** и **LT** - сигнала достигается, когда параксиальный фокус преломленных в объекте лучей оказывается на его нижней границе. Для этого фокус линзы смещается относительно поверхности образца на величину Δz :

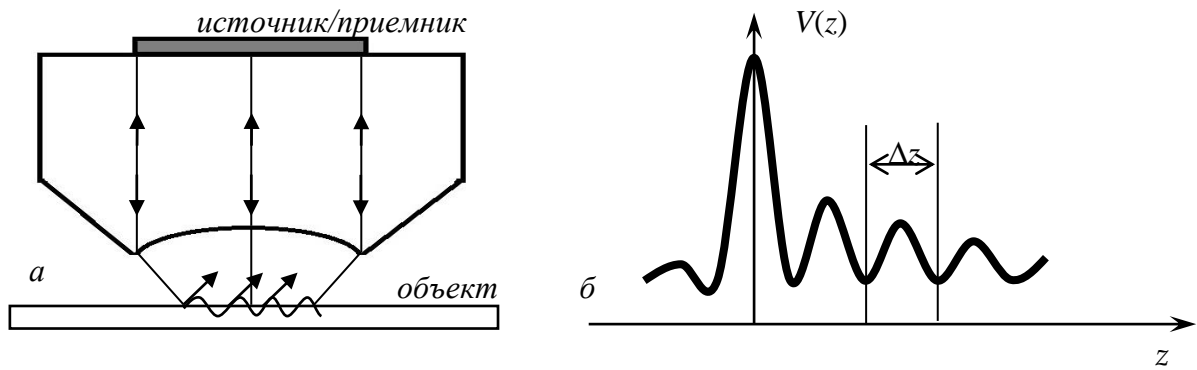


Рис. 1.5. а) Возбуждение поверхностных волн и б) формирование зависимости выходного сигнала V при смещении линзы с гармоническим возбуждением сигнала из фокального положения ($z = 0$) по направлению к объекту.

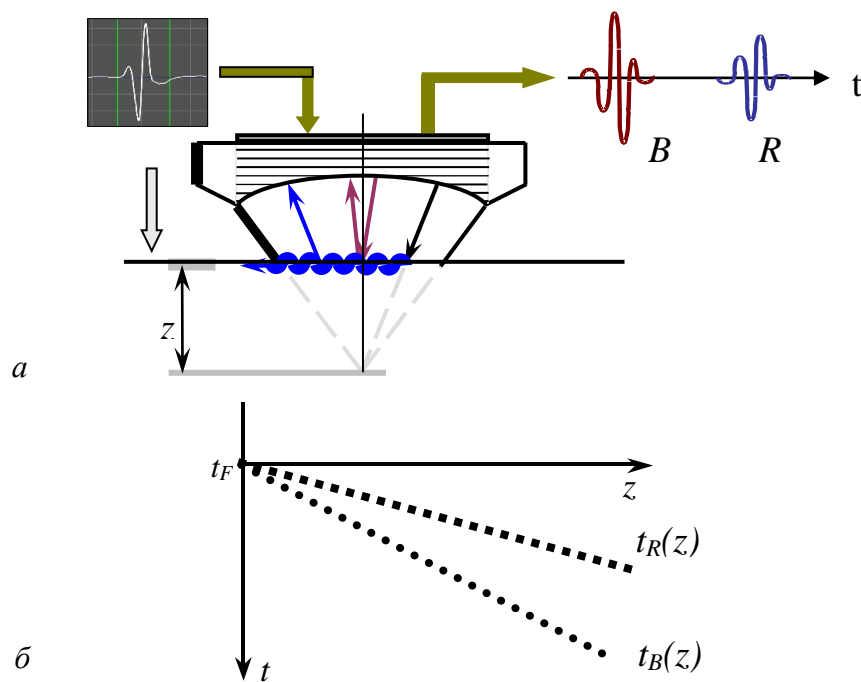


Рис. 1.6. Схематическое изображение (а) - формирования выходного сигнала широкоапертурной фокусирующей системы в импульсном режиме. (б) – зависимость времени прихода эхоимпульсов, обусловленных зеркальным отражением падающего пучка и возбуждением вытекающей рэлеевской волны, от смещения z акустической линзы. Наклон прямой $t_R(z)$ определяет значение рэлеевского угла θ_R и, соответственно, скорость поверхностных волн.

$$\Delta z_{L,T} = d \cdot \frac{c_{L,T}}{c}, \quad (1.10)$$

$$\Delta z_{LT} = \frac{d}{2} \cdot \frac{c_L}{c} + \frac{d}{2} \cdot \frac{c_T}{c}, \quad (1.11)$$

где d – толщина пластинки. В зависимости от упругих свойств и геометрических размеров объекта смещение линзы может значительно превышать толщину исследуемого объекта.

В результате взаимодействия импульсного зондирующего пучка с пластинкой выходной сигнал состоит из набора эхоимпульсов, обусловленных пробегом продольных и поперечных волн или их совместным распространением, которые характеризуются своим временем задержки (рис. 1.8). При известной толщине объекта d скорости объемных продольных c_L и поперечных c_T волн определяются из соотношения:

$$c_{L,T} = \frac{2d}{\tau_{L,T}}, \quad (1.12)$$

где τ_L и τ_T – время задержки между B сигналом, отраженным от поверхности, и сигналом продольных L или поперечных T волн от нижней границы, соответственно. В случае отсутствия T -сигнала из-за сильного затухания поперечных волн в материале скорость c_T может быть рассчитана по времени задержки τ_{LT}

$$\tau_{LT} = \frac{d}{c_T} + \frac{d}{c_L}. \quad (1.13)$$

1.2.4. Взаимодействие сходящегося ультразвукового пучка с границей раздела двух твердых тел

Особый интерес представляют ультразвуковые исследования соединений между материалами. Ультразвук эффективно взаимодействует с внутренними границами раздела даже при небольших различиях акустических импедансов контактирующих сред. Существенным преимуществом ультразвуковых методик является возможность выявлять на границе раздела двух твердых тел закрытые протяженные отслоения, берега которых находятся друг от друга на расстояниях, сравнимых с межатомными. Даже для деформаций $\varepsilon \sim 10^{-6}$, при которых для многих материалов становятся существенными нелинейные эффекты, амплитуда колебательного движения в упругой волне:

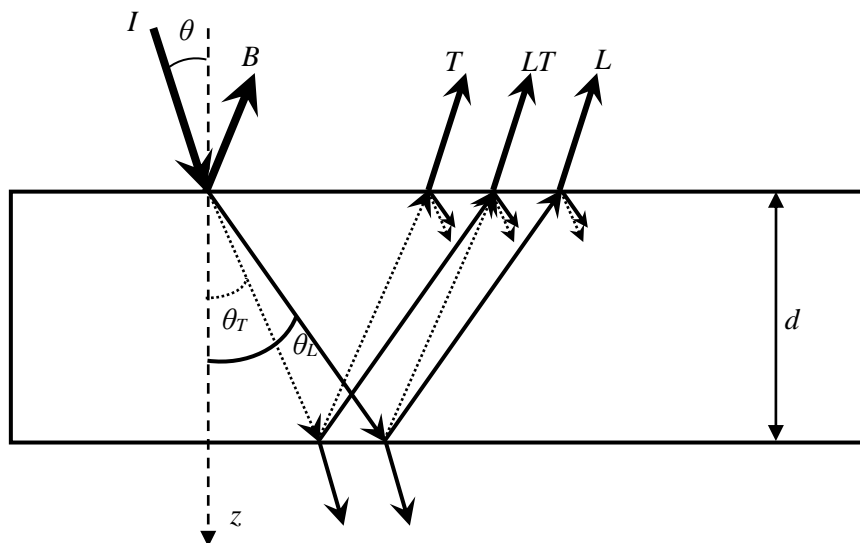


Рис. 1.7. Отражение зондирующего пучка от плоскопараллельного объекта: I – падающее излучение; B – импульс, отраженный от поверхности; L – импульс, сформированный прохождением продольных волн; T – импульс поперечных волн; LT импульс, сформированный смешанным распространением мод.

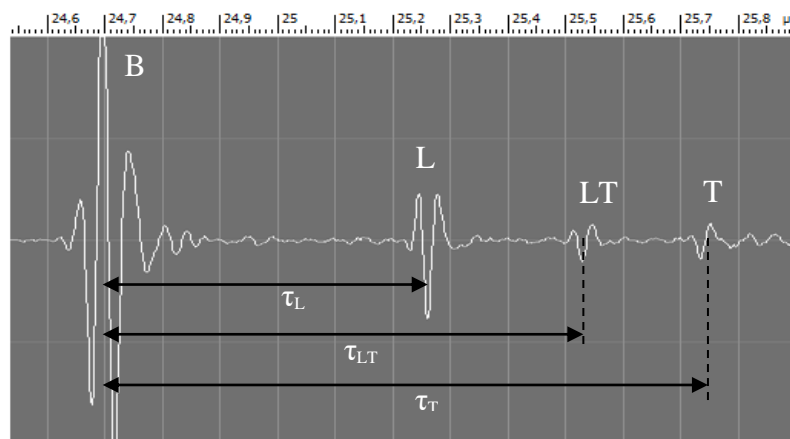


Рис. 1.8. Осциллограмма выходного сигнала, полученного при взаимодействии фокусированного ультразвукового импульса с плоскопараллельной керамической пластинкой. τ_L , τ_T и τ_{LT} – времена задержек между сигналом от поверхности B и сигналами от нижней поверхности продольных L и поперечных T волн, а также LT эхо, полученное конверсией мод.

$$U = \varepsilon / k = \frac{\varepsilon}{\omega / c} \quad (1.14)$$

(где ω – частота ультразвука, c – скорость звука в материале) на частоте 100 МГц составляет сотые доли ангстрема. Это означает, что смещение атомов на одном берегу дефекта не вызывает атомного движения на его другом берегу, соответствующий участок поверхности оказывается абсолютным отражателем ультразвука. Исключение составляют края отслоений, которые являются эффективным источником дифрагированных (краевых) волн [21, 50].

В задачу неразрушающего контроля соединений входит выявление и локализация дефектов адгезии на границе между материалами. Потеря адгезии может происходить в виде полной потери контакта на ограниченном участке границы (отслоения, газовые и воздушные пузыри), либо в форме частичного контакта (kissing contact), когда в зоне соединения возникают множественные микро- и наноразмерные области отсутствия контакта, чередующиеся с участками нормальной адгезии того же масштаба. Стандартная техника ультразвукового контроля, использующая преобразователи низкой частоты (до 20 МГц), позволяет выявлять в зоне соединения материалов области потерянной адгезии размерами от нескольких миллиметров и более. С таким же разрешением выполняется локализация и оконтуривание дефектных областей. Большими возможностями обладают системы ультразвуковой визуализации высокого разрешения, использующие высокочастотные фокусированные зондирующие пучки. Малый размер фокального пятна в зоне контакта позволяет локализовать дефекты адгезии размером до нескольких десятков микрон.

Взаимодействие акустического излучения с несовершенными внутренними границами раздела является предметом многочисленных теоретических и экспериментальных исследований. Оно включает как линейные, так и нелинейные эффекты.

Нелинейные эффекты обусловлены специфически сильной нелинейностью несовершенной границы раздела – гауссовой нелинейностью, связанной с изменением площади реального контакта под действием деформаций в падающей волне, или контактной нелинейностью, возникающей при соприкосновении (или ударе) берегов отслоений в областях нарушенного контакта при движении берегов в поле падающего излучения. Нелинейность в волновом поле проявляется в форме образования гармоник и субгармоник [51-53]. Обычная нелинейность среды (т.н. материальная нелинейность) проявляется путем накопления амплитуды соответствующей гармоники на достаточно большом ее пути распространения в слабо нелинейной среде. На границах раздела

работает другой механизм формирования гармоник. Здесь не может быть эффекта накопления, не может быть выполнения условий синхронизма. Здесь возникновение гармоник связано со сравнимой величиной линейных и нелинейных вкладов в деформации и напряжения, вызываемых на границе раздела падающим зондирующим излучением. Контактная нелинейность является пороговой – она возникает только при значениях амплитуд колебаний, превосходящих некоторое пороговое значение (например, расстояние между берегами отслоения). Пороговое значение существенно зависит от частоты используемого ультразвука – оно легко достижимо для ультразвука с частотой десятки или сотни кГц, но принципиально не может реализоваться на частотах, начиная с десятков МГц и выше. Соответственно, нелинейные методы оценки дефектности границ раздела оказываются эффективными только для низкочастотного ультразвука и только для выявления крупномасштабных зон частичного контакта с разрешением от нескольких миллиметров.

Линейные эффекты, используемые для характеристики границ раздела, связаны с зависимостью отражения и прохождения зондирующего акустического излучения от характера дефектности в области соединения материалов. Множественные мелкомасштабные дефекты, реализуемые в виде протяженных зон частичного контакта, отображаются в виде зависимости коэффициентов отражения и прохождения от степени дефектности зоны частичного контакта [29, 54-56]. Более крупные дефекты - включения поры, контуры границ расслоений между сопрягаемыми материалами; являются источниками дифрагированного излучения, которое вносит отдельный вклад в структуру вторичного поля. Основное внимание в имеющихся публикациях уделяется ультразвуковой характеристике зон частичного контакта по величине и частотной зависимости коэффициентов отражения и прохождения. Для теоретического анализа и интерпретации экспериментальных результатов используется т.н. квазистатическая модель нарушенной границы соединения, предложенная Баиком и Томпсоном [54]. За счет концентрации напряжений микроучастки с нормальным контактом испытывают дополнительные деформации, которые, в сочетании со свободным перемещением берегов расслоений на участках потерянной адгезии, обеспечивают увеличение амплитуды смещений в отраженной волне. В рамках модели частичный контакт рассматривается как промежуточный слой с эффективной упругостью и массой. Присутствие такого слоя меняет величины коэффициента отражения и прохождения и приводит к появлению у них частотной зависимости [29, 55, 56]. Однако такая зависимость, как и в случае нелинейных эффектов, характерна только для низкочастотного ультразвука [55, 56].

Применение высокочастотного фокусированного излучения приводит к тому, что значение коэффициента отражения на границе контакта, в первую очередь, определяется долей площади с нормальной адгезией внутри фокального пятна. Обширные участки с потерей адгезии являются идеальными отражателями ультразвука (коэффициент отражения $R = -1$). В области с идеальной адгезией возникает как отраженное, так и прошедшее излучение. Величины вторичных сигналов определяются соотношением между упругими импедансами контактирующих сред и описываются обычными коэффициентами отражения-преломления на границе этих сред. На участках частичного контакта падающий зондирующий ультразвук также порождает отраженное и прошедшее излучение, только в этом случае величина этих сигналов определяется не столько упругими характеристиками соприкасающихся сред, сколько структурой и характеристиками зоны соприкосновения, долей суммарной площади микро- и наноучастков с потерей адгезии внутри фокального пятна. Измерение амплитуды отраженного или прошедшего сигналов позволяет оценить эту долю для участка частичного контакта на поверхности соединения, через который проходит зондирующий ультразвуковой пучок.

Применение системы акустической визуализации с импульсным возбуждением ультразвука позволяет исследовать соединение материалов с промежуточным клеевым или буферным слоем, оценивать качество адгезии промежуточного слоя к каждой из двух контактирующих сред по отдельности. В этом случае при взаимодействии ультразвукового зондирующего пучка с зоной контакта наблюдается отражение от двух близкорасположенных границ. Структура отраженного сигнала в зоне контакта будет зависеть от длины волны λ звука и толщины адгезионного слоя h . Эксперименты показывают, что в рабочем диапазоне 50-100 МГц импульсы длительностью 40 нс позволяют разделить эхосигналы от тонких промежуточных слоев в несколько десятков микрон.

1.3. Режимы акустической визуализации

В акустической микроскопии изображения формируются за счет пошагового механического сканирования объекта и сохранения в каждой его точке амплитуды и фазы принимаемого сигнала (отраженного, прошедшего или рассеянного). Растровый метод визуализации, впервые предложенный в работе Лемонса и Квейта [12], предполагает применение различных способов контрастирования точек на получаемом изображении – амплитудного [13, 57], фазового [58] или амплитудно-фазового [59].

Высокая чувствительность акустического контраста к вариациям плотности, вязкости или локальным упругим свойствам делает методы акустической микроскопии уникальным инструментом для исследования микроструктуры большинства современных материалов.

Долгое время акустические изображения формировались фокусированными пучками с длинными гармоническими ультразвуковыми импульсами, которые позволяли получать двумерные акустические изображения (С-сканы) поверхности или микроструктуры тонких объектов ($\sim 10\lambda$). На рис. 1.9 представлено акустическое изображение гистологического среза тонкой кишки мыши толщиной 5 мкм. Изображение было получено трансмиссионным акустическим микроскопом на рабочей частоте 1 ГГц. Градация серого цвета на изображении соответствует вариациям локальных значений вязкоупругих свойств тканей [11].

Импульсные методы возбуждения открыли новые возможности для ультразвуковой техники. Разделение коротких импульсов по времени задержки дало возможность послойного отображения внутренней структуры, в том числе, оптически непрозрачных материалов. Современная компьютерная техника позволяет сохранять 4-х мерный массив данных – координаты (ху), время задержки и амплитуду эхосигнала в каждой точке. Выделяя сигнал, принятый с определенной глубины, и представляя его амплитуду в виде градации серого цвета, формируется акустическое изображение (С-скан). Отображая слой за слоем структуру объекта, реализуется квазитомографический режим акустической микроскопии. В материаловедении такой режим получил широкое применение для наблюдения объемной структуры мелкопористых или слоистых материалов [23, 27, 60]. На рис. 1.10 представлены послойные акустические изображения керамики ZrO_2 толщиной ~ 1.7 мм. В объеме плотной керамики присутствуют поры размером от нескольких сотен нанометров до нескольких десятков микрон. В режиме на отражение дефекты объемной микроструктуры соизмеримые с длиной волны зондирующего пучка отображаются в виде ярких точек и линий. Глубина расположения пор и микротрещин в материале может быть определено по времени задержки между сигналом от поверхности и сигналом от внутреннего дефекта.

Еще одним видом акустических изображений является В-скан (В-brightness) (одномерные акустические изображения). В-сканы представляют собой квази-вертикальный срез объекта, полученный путем развертки эхограмм при одномерном движении излучателя/приемника. Набор эхосигналов в каждой точке и эволюция этих

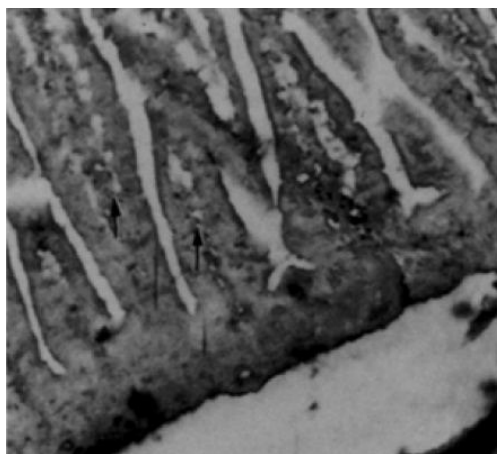


Рис. 1.9. Акустическое изображение микроструктуры гистологического среза толщиной 5 мкм тонкой кишки мыши. Изображение получено трансмиссионным акустическим микроскопом на частоте 1ГГц. Градация серого цвета соответствует вариациям локальных значений вязкоупругих свойств тканей (разной упаковке коллагена) [11].

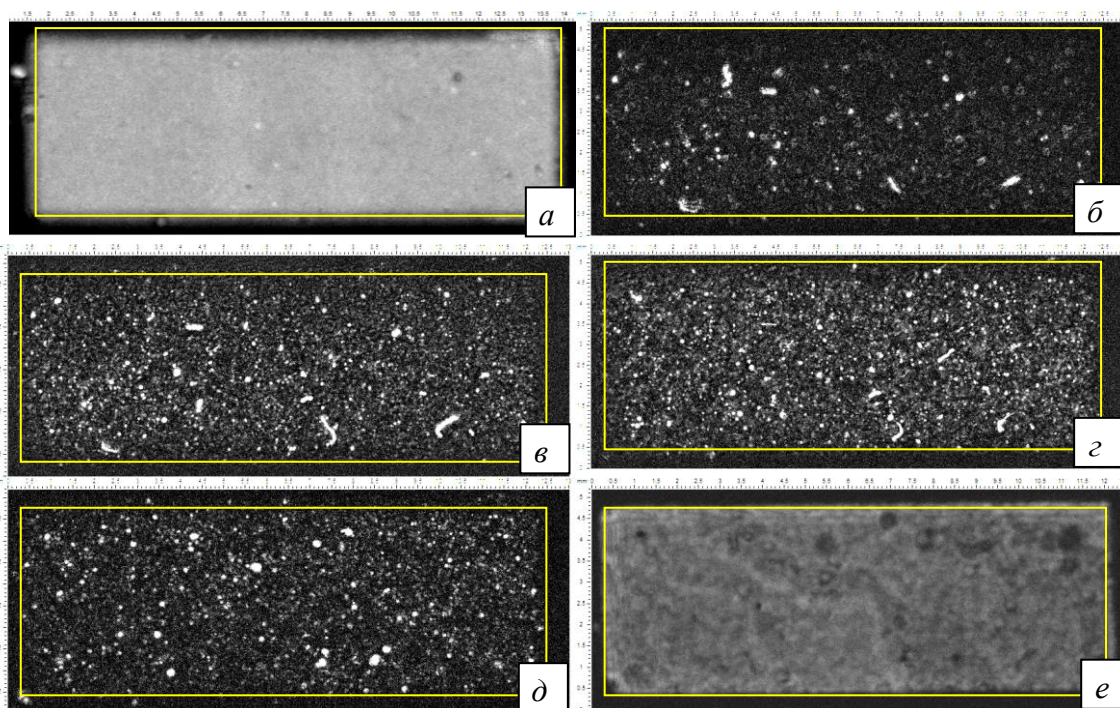


Рис. 1.10. Послойные акустические изображения объемной микроструктуры керамики ZrO_2 . а) поверхность образца; б) - д) внутренняя микроструктура образца; е) нижняя граница образца. Изображения получены при последовательном смещении изображаемого слоя на 350 мкм от поверхности до дна образца, толщина отображаемого слоя 140 мкм. Импульсный акустический микроскоп (режим на отражение) рабочая частота 100 МГц, поле сканирования 14х6 мм [60].

сигналов при движении излучателя формирует линии и точки, отображающие границы раздела и малоразмерные элементы структуры в поперечном сечении образца, проходящем через линию сканирования. Подобный вид акустических изображений широко применяется в медицинской ультразвуковой диагностике [61]. Наибольший интерес В-сканы представляют для визуализации распределения локальных упругих свойств по объему материала [26, 62]. На рис. 1.11 представлен В-скан плоскопараллельной пластинки сплава Co-Cr. Сигнал, сформированный отражением продольных волн от нижней границы, имеет искривленную форму – прерывание линии свидетельствует наличие дефектов внутренней структуры образца, а разное время задержки сигнала соответствует участкам с разными величинами скорости звука в материале.

Существуют методики обработки данных, позволяющие формировать вертикальные акустические изображения, при динамическом изменении положения фокуса ультразвукового пучка В/D-сканы (brightness/depth) [63]. Изменение фокуса линзы на фиксированное значение по направлению к поверхности объекта вдоль постоянной линии сканирования позволяет шаг за шагом получать В-сканы с разным положением фокальной зоны в объеме образца. Таким образом, в фокусе отображаются элементы структуры по всей глубине образца, формируется срез объекта с вертикальной разверткой по реальному латеральному размеру (в миллиметрах). Такой режим построения акустических изображений легко реализуется при электронном сканировании, что широко используется в медицинских УЗИ аппаратах и ультразвуковых системах с излучателем в виде фазированной решетки [4, 5, 64]. В высокочастотной импульсной акустической микроскопии В/D-режим визуализации широко используется при исследовании глаз, кожи, и других мягких тканей человека и животных благодаря близким значениям скоростей распространения звуковых волн в тканях и иммерсии (воде) [63, 65]. На рис. 1.12 представлены *in-vivo* В/D-сканы кожного покрова щеки с плоскоклеточной карциномой на частотах 20 и 100 МГц.

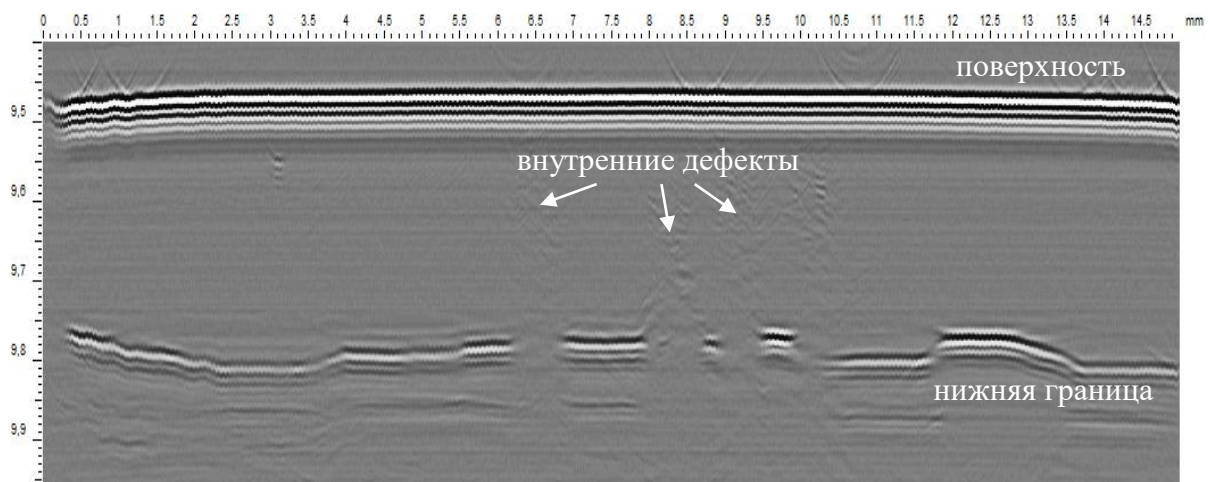


Рис. 1.11. В-скан плоскопараллельной пластинки сплава Co-Cr [62]. Ступенчатое отображение нижней границы соответствует неоднородности величин скорости звука на разных участках в материале. Импульсный акустический микроскоп (режим на отражение), рабочая частота 100 МГц. Белые и черные линии на изображении связаны с формой отраженного сигнала.

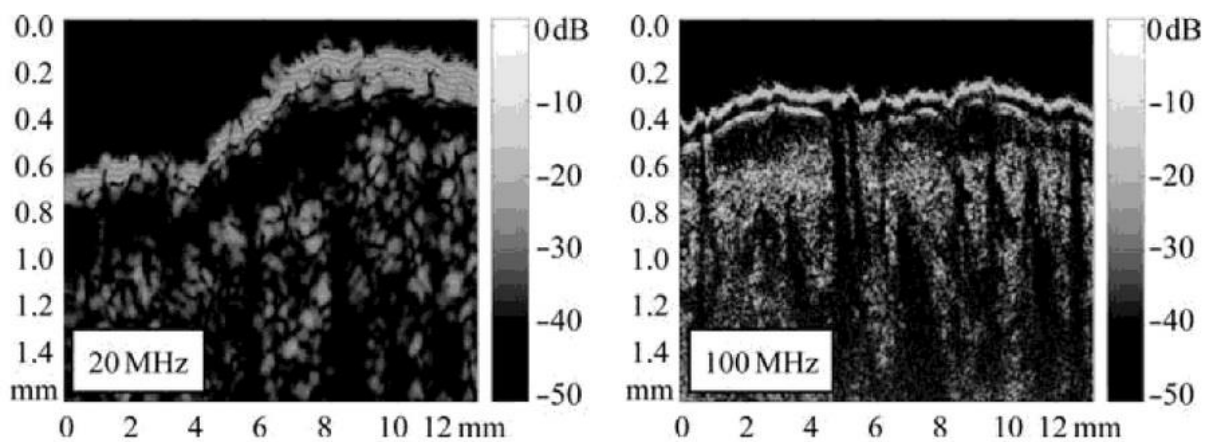


Рис. 1.12. Акустические изображения (В/D-сканы) *in-vivo* кожного покрова щеки с плоскоклеточной карциномой на частотах 20 МГц (слева) и 100 МГц (справа) [65].

ГЛАВА 2. ПЛОТНЫЕ КЕРАМИКИ КАК МАТЕРИАЛ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ: СТРУКТУРА, УПРУГИЕ СВОЙСТВА И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. Структура и упругие характеристики керамических материалов

Керамика формируется, как правило, в два этапа. На этапе компактизации под действием достаточно высокой температуры из порошка образуется твердотельный образец (компакт) с заметной долей пористости (~ 50%) и небольшим запасом прочности. На следующем этапе компакт подвергают длительному воздействию очень высокой температуры (обжиг) или температуры и давлению совместно (горячее прессование). В результате воздействия происходит уменьшение и закрытие пор, рост кристаллических зерен и уплотнение материала. В соответствие с технологией получения основным типом дефектов в керамике является остаточная пористость. Конечно, имеют значение также обычные дефекты кристаллической микроструктуры в зернах – включения, дислокации, двойникование; или на межзеренных границах – межзеренные включения, граничные трещины и т.п.; но доминантным видом дефектов остаются нарушения сплошности – поры. В высококачественных современных керамиках объемная доля пор минимальна, их средние размеры существенно меньше размеров зерен, тем не менее, их размер, плотность и распределение пор по объему керамики остаются важными характеристиками качества керамического материала. Какое-то представление о порах в материале получают из измерения реальной плотности керамики и сравнения с теоретически возможной плотностью бездефектной керамики. Однако, реальное распределение пор, их возможное влияние на локальные механические, в частности, упругие свойства керамики остается интригующей проблемой для материаловедения. В настоящее время наноразмерная пористость современных керамик является предметом многочисленных исследований и публикаций [66-72].

Область применения керамических материалов обширна. Особый интерес представляют керамики, применяемые в медицинском протезировании: ранее используемые металлические конструкции постепенно вытесняются легкими керамиками, обладающими биоинертностью и хорошей биосовместимостью. Наиболее востребована на сегодняшний день керамика на основе диоксида циркония (ZrO_2). Применение ZrO_2 не ограничено только медицинскими нуждами, в зависимости от

структуры кристаллической решетки и допирующих элементов циркониевая керамика используется в авиационной и космической промышленности [67], электронике [72, 73] и ювелирном деле [72, 74], из нее изготавливаются подшипники, изоляторы, тигли для плавки драгметаллов [72] и т.д.

Диоксид циркония может быть стабилизирован в трех модификациях кристаллической решетки – кубической (ZrO_2 -C, Fm3m), тетрагональной (ZrO_2 -T, P4₂/nmc) и моноклинной (ZrO_2 -M, P2₁/c) и соответственно имеет два фазовых перехода С-Т и Т-М, при температуре 2370 и 1170 °С. Фазовыми стабилизаторами служат другие оксидные добавки – 20% CaO сохраняет ZrO_2 в кубической фазе, а добавление оксидов иттрия и иттербия при синтезе прекурсоров стабилизирует диоксид циркония в тетрагональной модификации [75]. Как видно из фазовой диаграммы ZrO_2 - Y_2O_3 [76], представленной на рис. 2.1, диоксид циркония без добавления стабилизаторов при охлаждении с температуры спекания до комнатной температуры переходит из тетрагональной в моноклинную фазу. Частично стабилизированный диоксид циркония (partially stabilized zirconia – PSZ) может быть получен путем введения достаточно большого количества стабилизатора (Y_2O_3) при этом в структуре образуются мелкодисперсные частички моноклинной фазы или метастабильной тетрагональной. Еще одна стабилизированная фаза – тетрагональный поликристаллический диоксид циркония (tetragonal zirconia polycrystals - TZP), получаемая при добавлении 2-3% Y_2O_3 , дальнейший переход в моноклинную фазу уже невозможен. Стабилизируя необходимую фазу и тем самым получая определенную микроструктуру керамики, улучшаются механические и прочностные свойства. На рис. 2.2 представлены изображения типичной микроструктуры ZrO_2 , стабилизированного в PSZ [76], Yb -TZP [77] и кубической (c- ZrO_2) [78] фазах.

Получение стабильной тетрагональной фазы с плотной структурой и привлекательными механическими и упругими свойствами долгое время оставалось проблематичным из-за фазового перехода из тетрагональной в моноклинную кристаллическую решетку при температуре ~1000 °С. В 1977 году группой ученых из научно-исследовательской лаборатории им. Вестингауса (Питтсбург, США) возглавляемой Т.К. Гупта, удалось стабилизировать t- ZrO_2 при температуре ниже температуры фазового перехода [79]. В дальнейшем многие группы изготавливали и исследовали TZP керамику [80-85], уделяя особый интерес определению компонент матрицы упругости (C_{ij}):

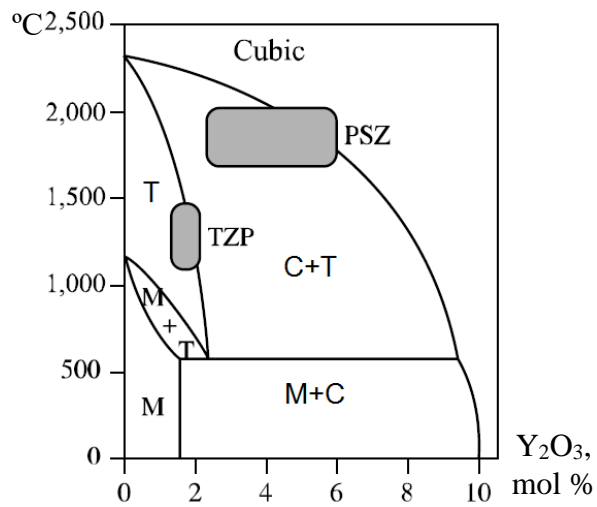


Рис. 2.1. Фазовая диаграмма ZrO_2 - Y_2O_3 , M – моноклинная, T – тетрагональная, C – кубическая фазы. TZP (tetragonal zirconia polycrystals) – тетрагональный поликристаллический диоксид циркония; PSZ (partially stabilized zirconia) – частично стабилизированный диоксид циркония [76].

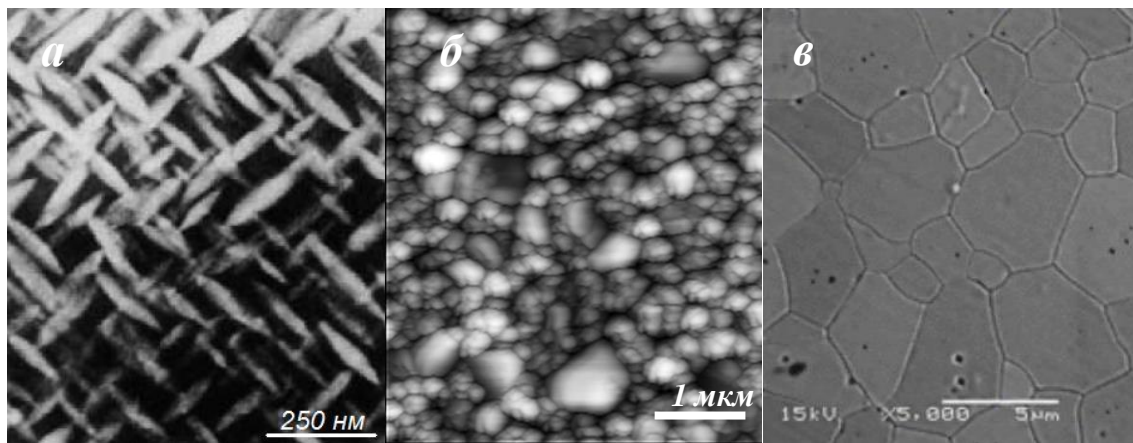


Рис. 2.2. Изображения микроструктуры диоксида циркония, стабилизированного в фазах: а) частично стабилизированный диоксид циркония (PSZ) [76]; б) тетрагональный поликристаллический диоксид циркония (Yb - TZP) [77]; в) кубический диоксид циркония [78].

$$[C_{ij}] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & -C_{14} & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ C_{14} & -C_{14} & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & C_{14} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{14} & C_{66} \end{bmatrix}. \quad (2.1)$$

Значения упругих модулей для ZrO_2 моноклинной [86], кубической [87] и тетрагональной [88] сингонии представлены в таблице 2.1. Для изотропных материалов, т.е. для керамик на основе ZrO_2 , стабилизированных в тетрагональной и кубической фазе, значения компонент матрицы тензора упругости отличаются от значений соответствующих анизотропных монокристаллов.

Для изотропных материалов, т.е. для керамик на основе ZrO_2 , стабилизированных в тетрагональной и кубической фазе, значения компонент матрицы тензора упругости, отличаются от значений модулей соответствующих анизотропных монокристаллов. Для Y-TZP керамики значение модуля $C_{44} = 75$ ГПа [60], что почти в 1.3 раза выше, чем для монокристалла (таблица 2.1). Значения модуля $C_{11} \sim 300$ ГПа ниже, чем в кристалле, что связано с разной ориентацией зерен в объеме керамики, а C_{12} заметно выше и равен 150 ГПа. Значения модулей C_{11} , C_{12} , отвечают за деформацию, приложенную вдоль направления $[100]$, и соответственно влияют на скорость распространения продольных звуковых волн $C_L^{[100]}$. Для керамики модули C_{12} и C_{44} известны как упругие модули Ламе, как правило, изотропные материалы описываются этими двумя модулями упругости. Зная их значения, могут быть найдены другие упругие модули: сдвиговый и объемный (всестороннего сжатия) модули, модуль Юнга и коэффициент Пуассона.

Таблица 2.1

Значения компонент матрицы упругости C_{ij} для моноклинной, кубической и тетрагональной модификации ZrO_2 [86-88].

	Модули упругости C_{ij} , ГПа												
	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{15}	C_{23}	C_{25}	C_{35}	C_{46}
m- ZrO_2	361	408	258	99.9	81.2	126	142	55	-21.3	196	31.2	-18.2	-22.7
c- ZrO_2	401			56			96						
t- ZrO_2	327		264	59		64	100	62					

Значимой характеристикой при определении механических и упругих свойств являются плотность и пористость керамики, соответственно, её микро и наноструктура.

Современные плотные керамики с характерным размером зерен 0,5-5 мкм, безусловно, включают многочисленные топологические дефекты, обусловленные различиями в геометрии соседних зерен. Поскольку размеры межзеренных границ составляют десятки нанометров, естественно, что масштаб межзеренных пор оказываются в нанометровом диапазоне. Считается, что именно нанопористость определяет упругие и прочностные характеристики керамик. Однако в объеме керамических материалов присутствуют также поры и включения с размерами от нескольких единиц до десятков и, даже, сотен микрон, т.е. с характерными размерами, существенно превосходящими размеры, как зерен, так и межзеренных промежутков [89, 90].

Формирование внутренней микроструктуры керамики происходит на протяжении всего времени производства материала. Существует три основные ступени при изготовлении керамики: приготовление порошка, формовка и спекание. Основное воздействие на микроструктуру оказывает длительный нагрев во время обжига, не редко сопровождающийся высокими давлениями, однако, приготовление порошка, его дисперсность и однородность существенно влияют на технологический процесс (температуру, давление и длительность их воздействия) и, соответственно, на конечный размер зерен керамики. Наноразмерные частицы керамического порошка обладают большей поверхностной энергией, по сравнению с микроразмерным порошком, последующий обжиг мелкодисперсных частиц происходит при меньшей температуре, что приводит к уменьшению размера конечных зерен и уменьшению их спонтанной агломерации [91]. В то же время, низкая температура требует длительного времени спекания, соответственно рост и объединение зерен и образование закрытых пор неизбежно. С.А. Брач был одним из первых, кто описал корреляцию между размером конечного зерна материала и пористостью во время его спекания [89, 92, 93]:

$$G = 0.6 \cdot \frac{G_0}{\sqrt{\varepsilon}}, \quad (2.2)$$

где G - конечный размер зерна, G_0 - исходный размер порошка, ε – пористость материала. Стоит отметить, что формула (2.2) может быть применена только для плотных материалов, для которых изменение пористости происходит медленно. При приближении значения пористости материала к нулю рост размера зерна продолжается, когда дальнейшее уплотнение материала уже невозможно. Для материалов с низким значением плотности зависимость между размером зерна и пористостью имеет линейный характер [89, 94]:

$$G = G_T - C \cdot \varepsilon, \quad (2.3)$$

где G_T – экстраполированный конечный размер зерна при нулевой пористости, C – константа, обусловленная свойствами материала. Такой линейный характер сохраняется только при пористости материала ниже 5%, при дальнейшем уплотнении материала, во время спекания, зависимость размера зерна от пористости описывается формулой (2.2).

Процесс спекания керамики и соответственно формирование микроструктуры обусловлено четырьмя процессами:

- объединение керамических частиц,
- уплотнение керамики (уменьшение пористости),
- рост зерен,
- физико-химические реакции (при использовании многофазных порошков).

Температура при спекании керамики, выбирается таким образом, что её отношение к собственной температуре плавления ($T/T_{пл}$) находилась в диапазоне $0,5 < T/T_{пл} < 0,95$. Показателем выбора правильной температуры в такой ситуации является начало процесса объединения частиц порошка, т.е. образования перетяжки между частицами (рис. 2.3). Скорость объединения частиц зависит от ряда факторов, один из которых обычно является доминирующим [95]. Как правило, поверхностная диффузия, влияющая на рост зерен, и диффузия на межзеренных границах, влияющая на уплотнение материала, являются наиболее распространенными факторами объединения и роста частиц при спекании. Помимо этих двух механизмов также выделяют объемную диффузию, вязкое течение и диффузию из газовой фазы, т.е. испарение и конденсацию. На рис. 2.3 показана схема соединения трех сферических частиц и возможные виды диффузии при спекании.

До спекания материала начальная пористость керамической заготовки может составлять до 40% от общего объема. Все поры представляют собой систему цепочек полостей, соединяющихся между собой. По мере сближения частиц во время спекания происходит значительная усадка материала, общая пористость уменьшается за счет уменьшения открытых пор. Объем закрытых пор практически не изменяется. Две рядом стоящие поры в объеме материала, как правило, сливаются в одну за счет уменьшения свободной поверхностной энергии и увеличения плотности; усадки при этом нет. Под действием температуры и давления мелкие поры имеют тенденцию залечивания за счет больших пор – крупная пора растет за счет более легкого выхода вакансий и дислокаций на поверхность с большим радиусом кривизны. Соответственно общее количество пор в объеме при отсутствии открытой пористости материала практически не меняется, размер пор слегка увеличивается, рост зерен продолжается.



Рис. 2.3. Объединение трех сферических частиц под действием разных видов диффузии.

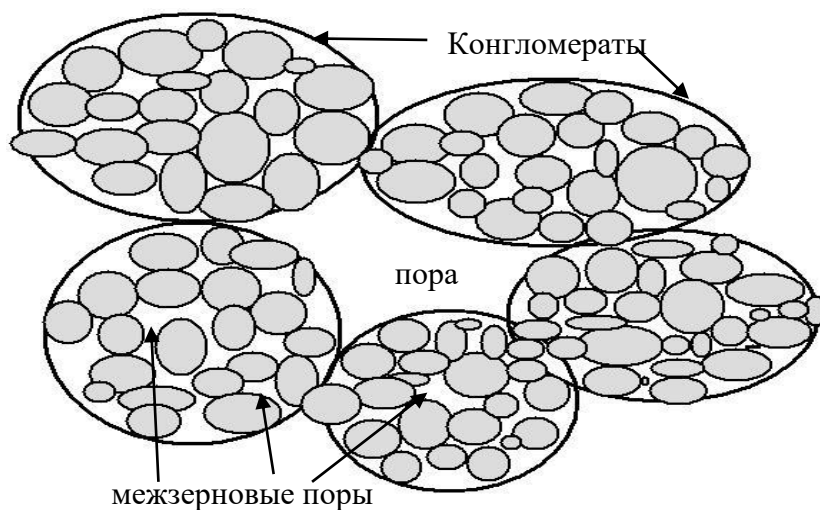


Рис. 2.4. Схематическая агломерация зерен при спекании, образование крупной полости между конгломератами и разномасштабных пор внутри конгломерата.

На рис. 2.4 схематически представлена агломерация керамических зерен и образование пор размером сравнимым или превышающим размер отдельных зерен. Присутствие крупных пор в объеме, не означает, что должно происходить существенное уменьшение прочностных или упругих свойств материала [96]. В механике хорошо известны облегченные макроскопические конструкции, в современном материаловедении значительное внимание уделяется цеолитным и кластерным структурам, реализующим такие облегченные конструкции на нано и микроуровне [66].

2.2. Механизмы адгезии на границе соединения с керамической поверхностью

Во многих областях применения керамических материалов, таких как элементы электроники и инженерных коммуникаций или медицинское протезирование, керамики зачастую покрываются или соединяются с различными материалами – металлами, полимерами, композитными и стеклокерамическими материалами и т.д. Соответственно прочность изделия, в первую очередь, будет определяться адгезией на границе соединения между материалами. Для описания адгезии контактирующих материалов с начала XX века было выдвинуто большое количество теорий и гипотез. Одной из ранних была механическая теория Мак-Бена [97], описывающая процесс адгезии как затекание и последующее заклинивание одного материала в поверхностные поры или углубления другого (рис. 2.5а). В подтверждение этой теории были проведены исследования по склеиванию древесины, резины и текстиля, металла и полимера [97, 98] и других материалов. Важными составляющими для механической адгезии являются пористость субстрата и хорошее смачивание поверхности субстрата адгезивом. Основной недостаток механической теории – это отсутствие обоснования зависимости степени адгезии от химической природы используемых материалов.

Самой распространенной является адсорбционная теория адгезии, рассматривающая межмолекулярное взаимодействие между материалами (рис. 2.5б), большую часть которого составляют силы Ван-дер-Ваальса. Основы адсорбционной теории были предложены Дебройном [99] и Мак-Лареном [100], однако свое широкое распространение теория получила в 60-х годах прошлого века в работах Кембала [101], Ставермана [102] и Уэйка [103], Хансберга [104]. Адсорбционный механизм адгезии делят на две стадии. Приближение молекул адгезива к молекулам субстрата, расположенным на его поверхности, за счет теплового (Броуновского) движения одних

по направлению к другим; и, собственно, сорбция. Для начала второй стадии расстояние между молекулами должно быть ~ 4 нм. Такого расстояния достаточно для сил межмолекулярного взаимодействия – диполь-дипольного, дисперсионного, индукционного притяжения. Сильные межмолекулярные взаимодействия с образованием ионных и ковалентных связей на границе контакта предполагают еще один тип соединения, характеризующийся химическим механизмом адгезии (рис. 2.5г) [105, 106]. В результате химической реакции между адгезивом и подложкой образуется тонкий промежуточный слой.

Диффузионная теория Воюцкого [107] стала базой для описания адгезии и аутогезии высокополимеров – диффузия макромолекул одного полимера в другой создает постепенный переход между материалами. В металлах и керамиках диффузия протекает через вакансии, по границам зерен. Также механизм диффузии является одним из основных процессов при спекании керамических материалов [95]. На рис. 2.5в схематично представлен механизм адгезии.

В основе электрической теории адгезии, предложенной Дерягиным [108], лежит представление о двухслойном электрическом слое между поверхностями материалов. Данная теория предполагает электростатическое притяжение твердых пленок к субстрату, соответственно на границе пленка-подложка образуются разнозаряженные поверхности, а система адгезив-подложка представляет собой микроконденсатор (рис. 2.5д).

Как правило, соединение между материалами сопровождается сочетанием нескольких механизмов адгезии. Формирование контакта между керамикой и металлической подложкой [109] происходит за счет химического и механического взаимодействия. В большинстве случаев керамическая и металлическая поверхности практически бездефектны, соответственно механическое взаимодействие в зоне контакта, как и диффузионное, минимально. Доминирующим является химический механизм адгезии – оксидный слой на поверхности металла создает прочную химическую связь с керамикой. На рис. 2.6 представлен пример соединения нитрида кремния и ниобия. Как результат между поверхностями Si_3N_4 и Nb образовался тонкий промежуточный слой Nb_5Si_3 [110]. Механизм формирования контакта между двумя керамическими материалами более сложный, он включает в себя нанесение дополнительного связующего слоя – керамического [111], металлического [112], стеклянного [113] или материала на основе графита [114]. Металлический буфер

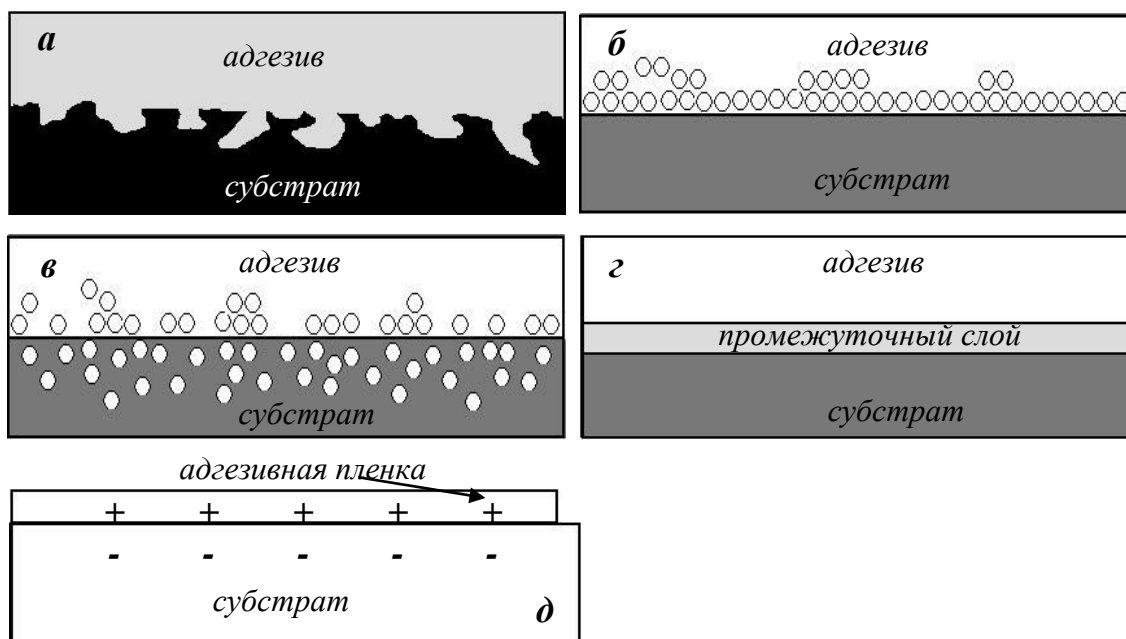


Рис. 2.5. Схематичное представление теорий адгезии: а) механическая адгезия; б) адсорбционная адгезия – показано распределение частиц адгезива по поверхности субстрата; в) диффузионная адгезия – проникновение (диффундирование) частиц адгезива в объем субстрата; г) химическая адгезия с образованием промежуточного слоя в результате химической реакции; д) электрическая теория – распределение разно заряженных частиц на поверхности подложки и в адгезивной пленке.

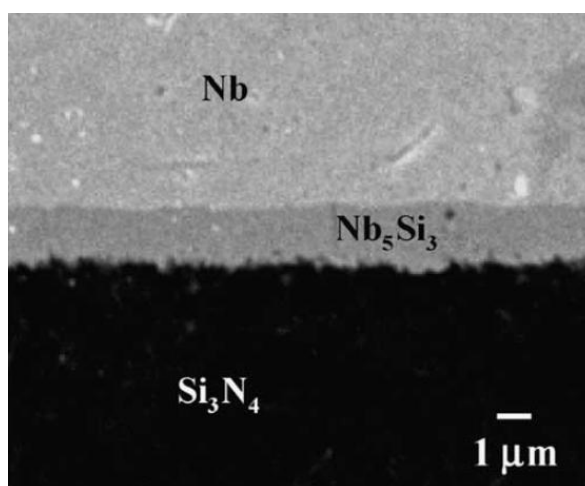


Рис. 2.6. Оптическое изображение сечения зоны контакта Si_3N_4/Nb , полученного методом горячего прессования при температуре $1200\text{ }^\circ\text{C}$ и 120 мин. [110].

применяется при соединении оксидной и неоксидной керамики, образуя на границах с керамиками химические соединения. Соединение низкотемпературной керамики или стеклокерамического материала с подложкой происходит с образованием жидкой фазы в зоне контакта, соответственно преобладающим будет механический и адсорбционный механизмы соединения между керамиками [115].

Независимо от природы формирования границы между материалами надежность соединения характеризуется, в первую очередь, дефектами адгезии в зоне контакта. Свою роль в характеристиках прочности играют дополнительные структурные элементы на границах раздела - поверхностные включения, промежуточные слои и пленки [116, 117]. Механизмы их влияния на прочность сцепления разнообразны; во многих случаях поверхностная структура является источником адгезионных дефектов [116]. Потеря адгезии может происходить в виде полной потери контакта на ограниченном участке границы (отслоения, газовые и воздушные пузыри), либо в форме частичного контакта, когда в зоне дефекта возникают множественные микро и наноразмерные участки отсутствия контакта, разделенные участками того же масштаба с нормальной адгезией.

Проблема сцепления керамики ZrO_2 с материалами актуальна в медицинском протезировании при создании металлокерамических и цельнокерамических протезов. Процесс их изготовления включает в себя фабрикации керамического или металлического остова, и нанесение на него облицовочного материала. В стоматологии нанесение покрытия не только придает импланту эстетичный вид, но и предотвращает повреждения ротовой полости краями металлической или керамической конструкции. В итоге протез представляет собой двуслойную конструкцию. И остов, и облицовка, формируются из достаточно прочных материалов - их прочность в разы превышает механические свойства зубов [118]. Слабым местом этой конструкции является зона контакта - разрушение протеза обычно связано со сколом или отслоением облицовочного материала от металлического или керамического основания. Поэтому оценка качества изделия связана, прежде всего, с оценкой прочности контакта.

2.3. Методы исследования керамических материалов и их соединений

Изучение внутренней структуры современных керамик, исследование их прочностных и упругих свойств в зависимости от наличия пористой микроструктуры и степени ее выраженности представляет собой научную проблему как с

фундаментальной, так и с прикладной точки зрения. Однако большинство методов, применяемых для получения информации о структуре материала – оптическая, электронная [119], атомносиловая [120] микроскопии, методы рентгеновской визуализации [121, 122] и т.д. – могут восстанавливать изображения только поверхности образцов или недостаточно информативны при исследовании интегральной объемной структуры. Методы электронной микроскопии (SEM) и атомносиловой микроскопии (AFM) дают возможность визуализировать отдельные зерна керамики и межзерновые поры, но они требуют определенной подготовки образцов – травления, полировки, ровных сколов или тонких срезов. Объемная микроструктура, распределение и визуализация пор и включений, расположенных между конгломератами, вышеперечисленными методами невозможна, что стало одной из основных причин отсутствия данных о связи крупномасштабной пористости керамик с ее механическими и упругими свойствами. Только с развитием техники ультразвуковой микроскопии стали легкодоступны визуализация объемной мезоструктуры современных керамик с разрешением до нескольких микрон и измерение их локальных упругих свойств с тем же пространственным разрешением. Имея данные по скоростям звука, могут быть рассчитаны упругие модули материала – сдвиговый и объемный модули, модуль Юнга и коэффициент Пуассона.

Пространственная структура на границе соединения между материалами исследуется различными методами. Часть методик связана с измерением потока физической величины при прохождении его через границу раздела - измерение электрического сопротивления на границе или теплового потока через границу. Эти данные дают интегральные характеристики зоны контакта, позволяющие судить об обширности областей отсутствия контакта. Получаемой из таких измерений информации, как правило, оказывается недостаточно: требуется локализация областей с нарушенной адгезией и данные о характере дефектов в этих областях. Для получения этих данных требуется использование визуализационных методик – оптической и электронной микроскопии, рентгенографии и рентгеновской томографии, термографии [123] и методов ультразвуковой визуализации. Прямое исследование структуры границ раздела в области соединения материалов сталкивается с естественной трудностью – граница, как правило, недоступна для большинства стандартных методов структурных исследований. Исключение составляют ультразвуковые методы высокого разрешения и рентгеновская микротомография, причем импульсная акустическая микроскопия в этом случае имеет заведомые преимущества – с ее помощью могут отображаться т.н. закрытые трещины и отслоения. Малый размер фокального пятна в зоне контакта

позволяет локализовать дефекты адгезии размером до нескольких десятков микрон. Закрытые трещины и отслоения представляют собой протяженные (микроны, десятки и сотни микрон, а иногда миллиметры) дефекты сплошности с шириной раскрытия, сравнимой с атомными размерами (5-10 Å и выше). Через такие разрывы сфокусированный высокочастотный ультразвук пройти не может – что делает их хорошими отражателями, такие дефекты легко визуализируются методами акустической микроскопии. В то же время наличие подобных разрывов имеет пренебрежимо малое значение для поглощения рентгеновского излучения – величины, определяющей контраст в рентгеновской томографии.

Высокая чувствительность ультразвука к изменениям акустических импедансов в объеме и на границах материалов, а также принимая во внимание, что ультразвуковая микроскопия является методом неразрушающего контроля, не требует специальной подготовки образцов делают методы и подходы высокочастотной ультразвуковой диагностики актуальными и востребованными для исследования плотных керамик.

ГЛАВА 3. ОЦЕНКА ВОЗМОЖНЫХ РАЗМЕРОВ ВКЛЮЧЕНИЙ, ОТОБРАЖАЕМЫХ В УЛЬТРАМИКРОСКОПИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ ИМПУЛЬСНОГО АКУСТИЧЕСКОГО МИКРОСКОПА ПРИ ОБЪЕМНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ МАТЕРИАЛОВ

Акустическая визуализация со сверхразрешением, при котором достигается отображение частиц размером меньше длины волны зондирующего излучения, на сегодняшний день остается востребованной и актуальной задачей. В оптике такой подход применяется в микроскопии темного поля [124, 125]. Источник света, ограниченный диафрагмой малого сечения, подводится к поверхности объекта на расстояние меньше длины волны используемого светового излучения, что позволяет разрешать элементы структуры поверхности существенно меньше λ . В акустической микроскопии для визуализации элементов внутренней микроструктуры со сверхразрешением применяется режим «ультрамикроскопии», позволяющий принимать рассеянное на малых включениях ультразвуковое излучение. Рассеяние и прием ультразвукового излучения на малоразмерных элементах, расположенных в объеме иммерсии рассматривался в работах [141-143]. В данной главе представлены результаты теоретического анализа рассеяния на малоразмерных частицах расположенных в объеме твердого тела.

Акустическая визуализация внутренней структуры предполагает использование коротких высокочастотных фокусированных ультразвуковых пучков с малоугловой апертурой $\theta_m \sim 8-11^\circ$, что обусловлено несколькими причинами. Линзы с меньшим углом раскрытия характеризуются длинной фокусной перетяжкой: $L_F \sim 100 \cdot \lambda$. Также, из-за большой разницы скоростей звука в иммерсии и твердом теле критические углы, при которых возникает полное отражение от поверхности объекта, достигаются при малых углах падения лучей зондирующего пучка; применение широкой апертуры приведет к потере части ультразвуковой энергии при визуализации внутренней структуры. Другой причиной являются aberrации, возникающие в пучке при преломлении на границе иммерсия – твердое тело. Величина aberrаций возрастает с увеличением угла падения лучей зондирующего пучка.

Латеральное разрешение ультразвуковой системы визуализации определяется характеристиками фокальной области пучка – диаметром фокального пятна d_F и длиной фокальной перетяжки l_F , которые могут быть найдены по формулам (2.1) и (2.2) соответственно. Для пучков с угловой апертурой $\theta_m \sim 8-11^\circ$ диаметр фокального пятна

составляет $3\div 5\lambda$, где λ – длина волны в иммерсии, соответствующая частоте зондирующего излучения. Значение диаметра d_F определяет размер пикселя при построении акустического изображения (С-скана), но не является минимально возможным размером элемента внутренней структуры (поры, малоразмерной частицы в композите), который может быть зафиксирован акустическим объективом. Структурные элементы (частицы) размером меньшим длины волны зондирующего пучка являются точечными рассеивателями ультразвукового излучения. В результате взаимодействия зондирующего пучка с частицей принятое рассеянное излучение отображается в виде светящейся точки, размер которой соответствует диаметру фокального пятна, отображение реального геометрического размера и формы частицы не возможно. Размер и форма элемента будут влиять на эффективность рассеяния и, соответственно, на яркость отображаемой точки. Чувствительность ультразвуковой системы является критерием, определяющим минимально возможную амплитуду рассеянного излучения и, соответственно, минимальный размер элемента внутренней структуры, отображаемый на изображении.

Визуализация минимально возможного элемента внутренней структуры фокусированным ультразвуковым пучком сводится к задаче по нахождению значения выходного сигнала V_{sc} ультразвуковой системы после рассеяния на частице размером a падающего излучения и сравнение V_{sc} с чувствительностью системы. Поле внутри малоапертурного фокусированного пучка может рассматриваться как падающий фронт ограниченных плоских волн, а включения с характерным размером a существенно меньшим длины волны – как сферические частицы (рис. 3.1). Отклонения формы от сферичности, возможная анизотропия и наличие внутренней структуры у включений будут влиять на детали расчета, но, в целом, расчет для сферических элементов даст приемлемую оценку эффективности взаимодействия падающего зондирующего пучка с возможными включениями.

В толстых образцах рассеиватели, расположенные ближе ко дну, визуализируются при смещении фокуса зондирующего пучка вглубь образца. Однако, как свидетельствуют экспериментальные данные, закономерности визуализации на заметной глубине вполне объясняются оценками, которые выполняются для части образца, прилегающей к его передней поверхности. Естественно, качество изображений структуры падает с глубиной залегания отображаемого слоя. По мере распространения вглубь образца амплитуда прошедшего пучка уменьшается за счет расходимости пучка и рефракционных aberrаций. Соответственно, падает чувствительность - увеличивается

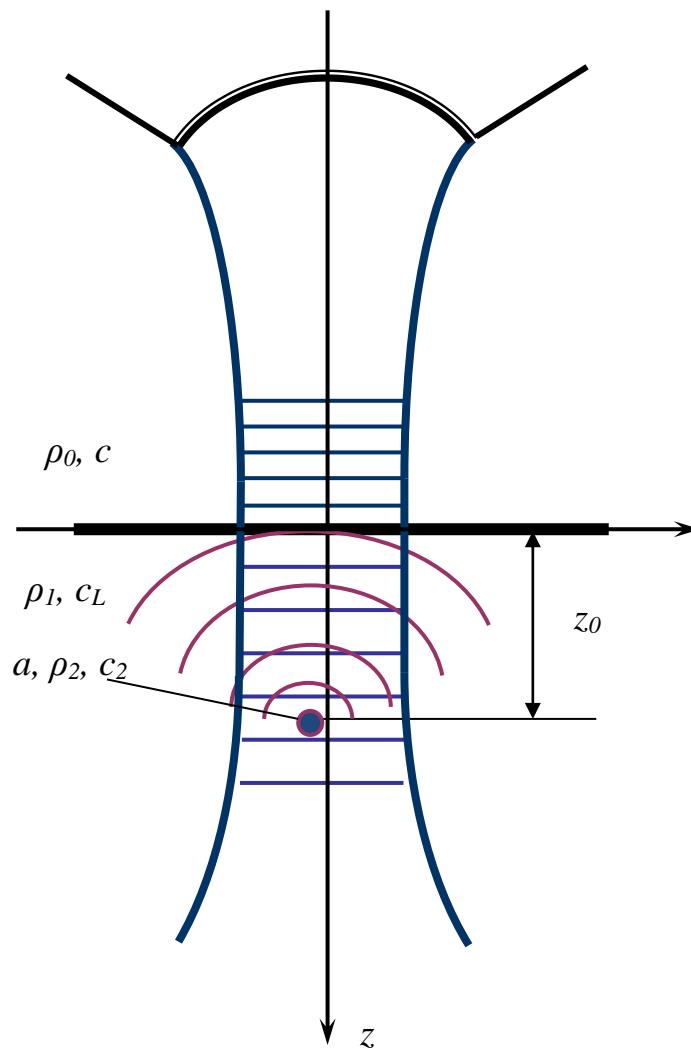


Рис. 3.1. Схематическое представление взаимодействия длиннофокусного фокусированного пучка с рассеивателем малого размера.

предельный размер деталей, которые еще могут отображаться на акустических изображениях. С другой стороны, за счет формирования краевых волн при дифракции зондирующего пучка на границах раздела на изображениях размываются линии, отображающие эти границы, и, естественно, ухудшается четкость изображений.

Рассмотрим случай, когда частица располагается близко к поверхности объекта внутри фокальной перетяжки ультразвукового пучка. Отраженный от поверхности образца импульс длительностью $\tau \sim (1.5 \div 2)/\omega$ (ω – частота ультразвукового излучения) имеет максимальную амплитуду сигнала внутри приповерхностного слоя толщиной

$$l = \frac{1}{2} \cdot c_L \cdot \tau \approx \frac{c_L}{c} \cdot \lambda. \quad (3.1)$$

Сигналы, отраженные от элементов внутренней структуры и обладающие малой амплитудой, оказываются неразличимы на фоне импульса от поверхности.

Представим падающий ультразвуковой пучок внутри фокальной области как фронт плоских гармонических волн давления:

$$p = p_0 \cdot e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}, \quad (3.2)$$

где $k = \omega/c$ – волновой вектор, c – скорость звука в иммерсии. Падающий пучок частично отразится на границе иммерсия-объект, частично проникнет в объем материала. Отраженное от поверхности излучение:

$$p_R = p_0 \cdot R \cdot e^{i(kz - \omega t)}, \quad (3.3)$$

пройдя в обратном направлении через иммерсию, принимается тем же акустическим объективом как расходящийся пучок. На эхограмме формируется сигнал V_B , пропорциональный амплитуде p_0 в фокальной области зондирующего пучка и коэффициенту отражения R на границе иммерсионной жидкости и образца:

$$V_B = B \cdot R \cdot p_0 \cdot e^{i(kz - \omega t)}. \quad (3.4)$$

Константа B характеризует эффективность ультразвуковой системы, определяется геометрическими параметрами излучателя и эффективностью пьезоэлектрического преобразователя.

Малая апертура акустической линзы $\theta_m \sim 11^\circ$ позволяет пренебречь угловыми составляющими, входящими в уравнения для нахождения коэффициентов отражения R и прохождения T , и рассматривать их при нормальном падении продольной волны на плоскую границу раздела иммерсии и образца:

$$R = \frac{\rho_1 \cdot c_L - \rho_0 \cdot c}{\rho_1 \cdot c_L + \rho_0 \cdot c}, \quad (3.5)$$

ρ_0, c – плотность и скорость звука в иммерсии, ρ_1, c_L – плотность и скорость продольных волн в объекте. Аналогичным образом, с помощью коэффициента прохождения T_1 по давлению:

$$T_1 = \frac{2 \cdot \rho_1 \cdot c_L}{\rho_1 \cdot c_L + \rho_0 \cdot c} \quad (3.6)$$

запишется выражение для пучка прошедших в образец продольных волн внутри фокальной перетяжки:

$$p_T = p_0 \cdot T_1 \cdot e^{i(k_L z - \omega t)}; \quad (3.7)$$

$k_L = \omega/c_L$ – волновой вектор продольной волны в образце после прохождения границы раздела иммерсия-объект. Прошедшее излучение за счет длинной фокальной перетяжки остается ограниченной плоской волной. При взаимодействии такого пучка со сферической частицей размером a существенно меньшим длины волны используемого ультразвука ($ka \ll 1$) формируется рассеянное излучение, которое может соответствовать монопольному или дипольному излучению рассеивателя. Рассеянное на частице излучение, распространяющееся в виде сферических волн, приходит обратно к поверхности объекта. В зависимости от глубины залегания z_0 частицы относительно поверхности объекта фокальное пятно d_F зондирующего пучка может попадать в разные зоны Френеля рассеянного излучения. Попадание d_F в первую зону Френеля обеспечивает синфазное колебание пятна, что позволит рассматривать падающее на границу с иммерсией рассеянное излучение как фронт ограниченной плоской волны ($kz_0 \gg 1$).

3.1. Расчет зон Френеля на плоской границе раздела с иммерсионной жидкостью от точечного рассеивателя в объеме объекта

Пусть точечный рассеиватель ($a \ll \lambda_L$), находящийся на оси зондирующего пучка, размещается на глубине z_0 от границы объекта с иммерсией (рис. 3.2). С увеличением глубины залегания рассеивателя различие между расстояниями от частицы до центра фокального пятна z_0 и до его края r_0 уменьшается. Для того, чтобы фокальное пятно целиком попадало в 1-ую зону Френеля, необходимо, чтобы разница

$(r_0 - z_0)$ не превосходила бы половины длины продольной ультразвуковой волны в образце:

$$\begin{aligned} (r_0 - z_0) &< \lambda_L / 2 \\ \sqrt{z_0^2 + r_F^2} - z_0 &< \frac{1}{2} \cdot \frac{c_L}{c} \lambda; \end{aligned} \quad (3.8)$$

где r_F – радиус фокального пятна; λ – длина волны в иммерсии на рабочей частоте ультразвукового излучения. Возводя обе части неравенства в квадрат, получаем

$$r_F^2 - \left(\frac{1}{2} \cdot \frac{c_L}{c} \lambda \right)^2 < \frac{c_L}{c} \lambda \cdot z_0. \quad (3.9)$$

С учетом (3.9) можно выразить минимальную глубину залегания z_{min} точечного рассеивателя, при которой фокальное пятно полностью входит в первую зону Френеля:

$$z_{min} = \left[\frac{0.37}{\sin^2 \theta_m} \cdot \frac{c}{c_L} - \frac{1}{4} \cdot \frac{c_L}{c} \right] \cdot \lambda. \quad (3.10)$$

Оценка минимальной глубины залегания рассеивателя была выполнена для фокусирующей акустической системы с частотой 100 МГц и половиной угла раскрытия $\theta_m \sim 11^\circ$, для образца из плотной керамики на основе ZrO_2 . Отношение скоростей распространения продольных ультразвуковых волн в образце и иммерсии (воде) $c_L/c \sim 4,5$. Тогда

$$z_{min} = \left[\frac{0.37}{0.2^2} \cdot \frac{1}{4.5} - \frac{1}{4} \cdot 4.5 \right] \cdot \lambda \approx \lambda. \quad (3.11)$$

Анализ показывает, что фокальное пятно на границе раздела попадает внутрь 1-ой зоны Френеля для рассеивателей на глубине, превосходящей величину длины зондирующего излучения в иммерсии. Зондирующий импульс шириной τ , отраженный от поверхности объекта, перекрывает приповерхностный слой толщиной l , определяющейся из формулы (3.1). В случае отражения от керамической поверхности минимально возможная глубина визуализации элементов внутренней структуры составляет $l = 4.5\lambda$. Соответственно излучение, рассеянное на частицах, расположенных на минимально возможной глубине визуализации l , и падающее обратно на границу образец-иммерсия, внутри фокальной перетяжки может рассматриваться в виде ограниченной плоской волны. В объеме иммерсии при выходе

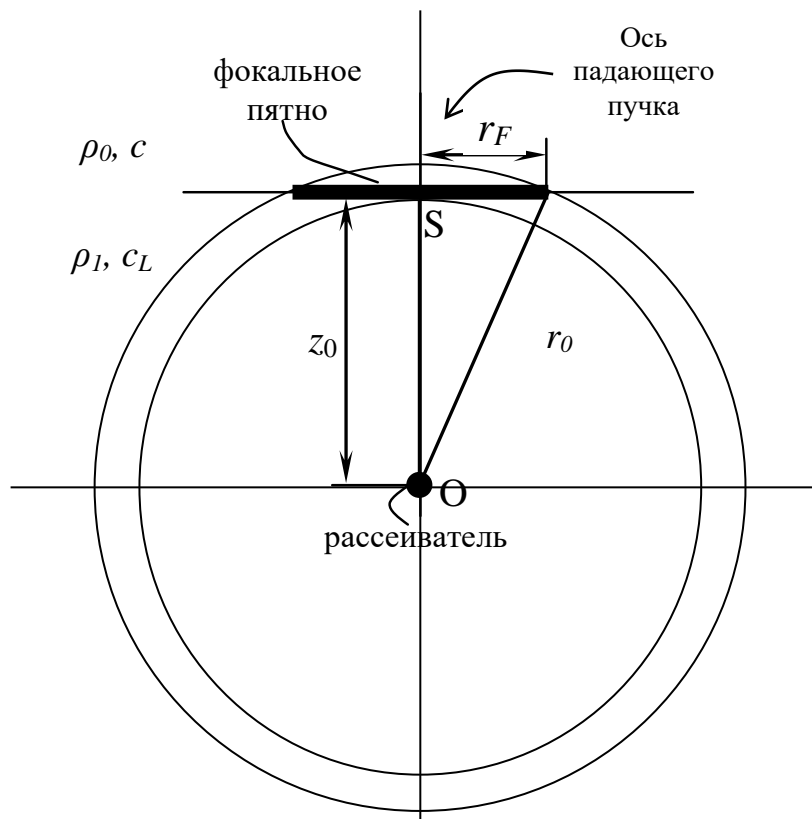


Рис. 3.2. Схематичное изображение точечного рассеивателя в объеме материала и расположение фокального пятна зондирующего фокусированного пучка внутри границы первой зоны Френеля.

из фокальной области ограниченная плоская волна трансформируется в расходящуюся сферическую волну, которая уходит в направлении приемной фокусирующей ультразвуковой системы из фокальной области этой системы.

Сигнал на приемнике V_{sc} , создаваемый рассеянным излучением выражается через амплитуду рассеянного излучения после прохождения им границы раздела с иммерсией и эффективностью B приемной фокусирующей системы:

$$V_{sc} = B \cdot T_2 \cdot p_{sc}. \quad (3.12)$$

Здесь

$$T_2 = \frac{2 \cdot \rho_0 \cdot c}{\rho_1 \cdot c_L + \rho_0 \cdot c} \quad (3.13)$$

– коэффициент прохождения по давлению при переходе продольной волны из образца в иммерсионную жидкость; p_{sc} – амплитуда рассеянного излучения, падающего на границу раздела с иммерсионной жидкостью из объема образца. Амплитуда рассеянного излучения будет находиться из граничных условий, определяемых упругими свойствами частиц.

3.2. Общая теория рассеяния ультразвука на сферическом отражателе

Полное поле излучения давления p вокруг сферического рассеивателя радиусом a ($a \ll \lambda$), может быть записана как сумма падающего внутри объекта излучения P_T и рассеянного излучения p_{sc} :

$$p = P_T + p_{sc}. \quad (3.14)$$

Используем сферическую систему координат с началом в центре сферы, падающая плоская волна давления, распространяющаяся вдоль направления z может быть записана как сумма сферических гармоник:

$$P_T = p_0 \cdot \exp(ik_L r \cdot \cos \theta) = p_0 \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot i^n \cdot j_n(k_L r) \cdot P_n(\cos \theta); \quad (3.15)$$

где r и θ – сферические координаты; $j_n(k_L r)$ – сферическая функция Бесселя n -ого порядка; $P_n(\cos \theta)$ – полиномы Лежандра. Временной множитель $e^{-i\omega t}$ будем опускать.

Рассеянное излучение p_{sc} может быть представлено как сумма расходящихся сферических волн, записанных через сферические функции Ханкеля первого рода $h_n^{(1)}(k_L r)$. Поскольку на сферу падает плоская волна вдоль направления $\theta = 0$ и поле не

зависит от угла φ , то ее угловая зависимость также запишется через полиномы Лежандра $P_n(\cos\theta)$. Тогда рассеянное излучение запишется:

$$P_{sc} = p_0 \sum_{n=0}^{\infty} A_n \cdot h_n^{(1)}(k_L r) \cdot P_n(\cos\theta), \quad (3.16)$$

где A_n – постоянные коэффициенты, определяющиеся из граничных условий на поверхности сферы. Таким образом, полное поле излучения в среде вокруг рассеивателя на расстоянии r от его центра запишется:

$$p = p_0 \sum_{n=0}^{\infty} \left[(2n+1) \cdot i^{-n} \cdot j_n(k_L r) + A_n \cdot h_n^{(1)}(k_L r) \right] \cdot P_n(\cos\theta). \quad (3.17)$$

Описание колебательного движения среды включает как поле механических напряжений (давления), так и распределение по объему среды колебательных смещений или скоростей. Принимая во внимание, что

$$\frac{p'}{v} = \frac{\rho_1 \cdot c_L}{1 - 1/ik_L r}, \quad (3.18)$$

где p' – первая производная; распределение радиальной скорости на поверхности сферы примет вид:

$$v_R = \frac{1 - 1/ik_L r}{\rho_1 \cdot c_L} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \left[(2n+1) \cdot i^{-n} \cdot j_n'(k_L r) + A_n \cdot h_n^{(1)'}(k_L r) \right] \cdot P_n(\cos\theta) \quad (3.19)$$

В общем случае малое включение является сжимаемым. Поэтому для нахождения амплитуд A_n рассеянных сферических гармоник необходимо принимать во внимание систему прямых и обратных волн в самой сферической мишени. Каждая такая волна представляет собой сферическую функцию (полином Лежандра), умноженную на сферическую функцию Ханкеля 1-го (для обратных, расходящихся волн) или 2-рода (для прямых, т.е. сходящихся волн). Коэффициенты при сферических гармониках, являющиеся амплитудами волн в мишени, вместе с амплитудами рассеянных сферических волн A_n находятся из граничных условий равенства механических смещений (или колебательных скоростей) и сил на поверхности сферы. Для оценок, однако, можно ограничиться рассмотрением двух предельных случаев – рассеянием на очень жесткой мишени (условие Неймана), для которой практически отсутствует движение границы сферы, и мягкой сферы, когда ее внутренность оказывает минимальное сопротивление движению границы сферы (условие Дирихле).

Для жесткой сферы на ее границе $r = a$ выполняются условия равенства нулю радиальной колебательной скорости (или радиальных смещений):

$$v_{r|r=a} = 0; \quad (3.20)$$

для мягкой сферы – условия равенства нулю упругих усилий (давления):

$$p_{|r=a} = 0. \quad (3.21)$$

Эти граничные условия позволяют определить амплитуды рассеянных волн, исходящих от сферического рассеивателя в окружающую среду. Давление и колебательная скорость среды на поверхности сферы принимают вид:

$$p_{|r=a} = p_0 \sum_{n=0}^{\infty} \left[(2n+1) i^{-n} \cdot j_n(k_L a) + A_n \cdot h_n^{(1)}(k_L a) \right] \cdot P_n(\cos \theta); \quad (3.22)$$

$$v_{r|r=a} = \frac{1 - 1/ik_L a}{\rho_1 \cdot c_L} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \left[(2n+1) i^{-n} \cdot j_n'(k_L a) + A_n \cdot h_n^{(1)'}(k_L a) \right] \cdot P_n(\cos \theta); \quad (3.23)$$

Полиномы Лежандра образуют полную систему, поэтому, чтобы условия (3.20) или (3.21) выполнялись, множители в этих суммах при сферических функциях разных степеней n при $r = a$ должны обращаться в нуль одновременно и независимо друг от друга. Соответственно, для жесткой сферы, когда справедливо условие (3.20) амплитуды сферических гармоник выражаются через отношение производных сферических функций Бесселя и Ханкеля:

$$A_n^{\text{жест}} = -(2n+1) i^{-n} \cdot \frac{j_n'(k_L a)}{h_n^{(1)'}(k_L a)}. \quad (3.24)$$

Для мягкой сферы выполняется условие (3.21), и амплитуды рассеянных сферических гармоник выражаются через отношение самих сферических функций Бесселя и Ханкеля:

$$A_n^{\text{мягк}} = -(2n+1) i^{-n} \cdot \frac{j_n(k_L a)}{h_n^{(1)}(k_L a)}. \quad (3.25)$$

3.2.1. Сферические функции Бесселя

Функции Бесселя являются решениями линейного дифференциального уравнения второго порядка с переменными коэффициентами α :

$$x^2 \frac{d^2 y}{dx^2} + x \frac{dy}{dx} + (x^2 + \alpha^2)y = 0. \quad (3.26)$$

Функция Бесселя первого рода $J_\alpha(x)$ является решением уравнения (3.26), конечной в точке $x = 0$ при целых или неотрицательных α . Для случая, когда α – дробное число, Функции Бесселя формируют множество решений и при разложении в степенной ряд примут вид:

$$J_\alpha(x) = \sum_{m=0}^{\infty} \frac{(-1)^m}{m! \Gamma(m + \alpha + 1)} \cdot \left(\frac{x}{2}\right)^{2m + \alpha}; \quad (3.27)$$

здесь Γ – гамма функция Эйлера для нецелых значений факториала:

$$\Gamma\left(\frac{1}{2} + \gamma\right) = \frac{(2\gamma - 1)!!}{2^\gamma} \sqrt{\pi}; \quad (3.28)$$

Функции Бесселя второго рода, или функции Неймана $Y_\alpha(x)$, связаны с функцией $J_\alpha(x)$ через отношение [126]:

$$Y_\alpha(x) = \frac{J_\alpha(x) \cos(\alpha\pi) - J_{-\alpha}(x)}{\sin(\alpha\pi)}; \quad (3.29)$$

Линейная комбинация функций Бесселя первого и второго родов являет собой полное решение уравнения Бесселя.

Функция Ханкеля, $H_\alpha(x)$ – линейные комбинации функций Бесселя первого и второго рода, $H_\alpha(x)$ могут быть выражены через $J_\alpha(x)$:

$$H_\alpha^{(1)}(x) = \frac{J_{-\alpha}(x) - e^{-i\pi\alpha} J_\alpha(x)}{\sin(\alpha\pi)}; \quad (3.30)$$

$$H_\alpha^{(2)}(x) = \frac{J_{-\alpha}(x) - e^{i\pi\alpha} J_\alpha(x)}{\sin(\alpha\pi)}; \quad (3.31)$$

где $H_\alpha^{(1)}(x)$ и $H_\alpha^{(2)}(x)$ – функции Ханкеля первого и второго рода. Функции Неймана и Ханкеля являются решениями уравнения (3.26), бесконечными в точках $x = 0$.

Сферические функции Бесселя первого рода $j_n(x)$, Неймана $y_n(x)$ и Ханкеля $h_n(x)$ выражаются через соответствующие функции (3.27), (3.28), (3.30) и (3.31):

$$j_n(x) = \sqrt{\frac{\pi}{2 \cdot x}} \cdot J_{n+1/2}(x) \quad (3.32)$$

$$y_n(x) = \sqrt{\frac{\pi}{2 \cdot x}} \cdot Y_{n+1/2}(x) \quad (3.33)$$

$$h_n^{(1)}(x) = j_n(x) + i \cdot y_n(x) = \sqrt{\frac{\pi}{2 \cdot x}} \cdot H_{n+1/2}^{(1)}(x) \quad (3.34)$$

$$h_n^{(2)}(x) = j_n(x) - i \cdot y_n(x) = \sqrt{\frac{\pi}{2 \cdot x}} \cdot H_{n+1/2}^{(2)}(x) \quad (3.35)$$

Подставляя (3.27) в уравнение сферических функций Бесселя первого порядка при нецелых α ($\alpha = n+1/2$) получаем разложение $j_n(x)$ в степенной ряд:

$$\begin{aligned} j_n(x) &= x^n \sum_{m=0}^{\infty} \frac{(-1)^m}{m! \cdot (2(m+n)+1)!!} \cdot \left(\frac{x^2}{2}\right)^m \approx \\ &\approx \frac{x^n}{1 \cdot 3 \cdot 5 \cdot \dots \cdot (2n+1)} \cdot \left\{ 1 - \frac{x^2/2}{1! \cdot (2n+3)} + \frac{(x^2/2)^2}{2! \cdot (2n+3) \cdot (2n+5)} - \dots \right\} \end{aligned} \quad (3.36)$$

Аналогичной подстановкой получаем разложение сферических функций Неймана:

$$y_n(x) \approx -\frac{1 \cdot 3 \cdot 5 \cdot \dots \cdot (2n-1)}{x^{n+1}} \cdot \left\{ 1 - \frac{x^2/2}{1! \cdot (1-2n)} + \frac{(x^2/2)^2}{2! \cdot (1-2n) \cdot (3-2n)} - \dots \right\} \quad (3.37)$$

При рассеянии на малых частицах, когда $ka \ll 1$, основной вклад в рассеяние дают сферические гармоники $n=0$ и $n=1$ (сферически симметричное монополюсное и вытянутое вдоль оси дипольное излучение). Поэтому решения для уравнений Ханкеля первого рода будем находить подстановкой $j_n(x)$ и $y_n(x)$ в численной форме при заданных n .

Тогда, сферические функции Бесселя при малых значениях аргумента ($x \ll 1$) и их производные для низших значений порядков n (для монополюсного и дипольного излучения) запишутся:

сферическая функция Бесселя

$$j_0(x) = 1 - \frac{1}{6} \cdot x^2 + \frac{1}{120} \cdot x^4 \quad (3.38)$$

$$j_0'(x) = -\frac{1}{3} \cdot x + \frac{1}{30} \cdot x^3 \quad (3.39)$$

$$j_1(x) = \frac{1}{3} \cdot x - \frac{1}{30} \cdot x^3 + \frac{1}{840} \cdot x^5 \quad (3.40)$$

$$j_1'(x) = \frac{1}{3} - \frac{1}{10} \cdot x^2 + \frac{1}{168} \cdot x^4 \quad (3.41)$$

сферическая функция Неймана:

$$y_0(x) = -\frac{1}{x} \cdot \left[1 - \frac{1}{2}x^2 + \frac{1}{24} \cdot x^4 \right] \quad (3.42)$$

$$y_1(x) = -\frac{1}{x^2} \cdot \left[1 + \frac{1}{2}x^2 - \frac{1}{8} \cdot x^4 \right] \quad (3.43)$$

сферическая функция Ханкеля:

$$h_0(x) = \frac{1}{i \cdot x} \cdot \left[1 + ix - \frac{1}{2} \cdot x^2 \right] \quad (3.44)$$

$$h_0'(x) = -\frac{1}{i \cdot x^2} \cdot \left[1 + \frac{1}{2} \cdot x^2 \right] \quad (3.45)$$

$$h_1(x) = \frac{1}{i \cdot x^2} \cdot \left[1 + \frac{1}{2} \cdot x^2 + \frac{1}{3} \cdot ix^3 \right] \quad (3.46)$$

$$h_1'(x) = -\frac{2}{i \cdot x^3} \cdot \left[1 - \frac{1}{6} i \cdot x^3 \right] \quad (3.47)$$

Для случая, когда размер рассеивателя много меньше расстояния от частицы до точки обзора излучения, необходимо учитывать асимптотику сферических функций Ханкеля первого рода ($x \rightarrow \infty$):

$$h_n^{(1)}(x) \approx \frac{1}{i \cdot x} \cdot e^{i(x - \frac{\pi}{2} \cdot n)} = \frac{1}{i^{n+1} \cdot x} \cdot e^{ix} \quad (3.48)$$

3.2.2. Рассеяние на жесткой сфере

В случае жесткой частицы амплитуды парциальных сферических волн (3.24) получаются подстановкой разложений производных от функций Бесселя и Ханкеля 0-го и 1-го порядков по малому аргументу x . Используя разложения для функций $j_0'(x)$, $h_0^{(1)'}(x)$, $j_1'(x)$, $h_1^{(1)'}(x)$, приводимые в (3.39), (3.45), (3.41), (3.47) соответственно, и полагая в них $x = k_L a$, приходим к следующим выражениям для амплитуд сферических гармоник с номерами $n = 0$ и 1 для монопольной компоненты амплитуды рассеяния и для дипольной составляющей:

$$A_0^{\text{жест}} = -\frac{j_0'(k_L a)}{h_0^{(1)'}(k_L a)} = -\frac{-\frac{1}{3} \cdot (k_L a) \left(1 - \frac{1}{10} \cdot (k_L a)^2\right)}{-\frac{1}{i \cdot (k_L a)^2} \left(1 + \frac{1}{2} \cdot (k_L a)^2\right)} =$$

$$= \frac{1}{3i} \cdot (k_L a)^3 \cdot [1 - 0.6 \cdot (k_L a)^2 + \dots] \approx -i \frac{1}{3} (k_L a)^3 \quad (3.49)$$

$$A_1^{\text{жест}} = -3i \cdot \frac{j_1'(k_L a)}{h_1^{(1)'}(k_L a)} = -3i \cdot \frac{\frac{1}{3} - \frac{1}{10} \cdot (k_L a)^2}{-\frac{2}{i \cdot (k_L a)^3} \left(1 - \frac{1}{6} \cdot i \cdot (k_L a)^3\right)} =$$

$$= -\frac{1}{2} (k_L a)^3 \left[1 - 0.3 (k_L a)^2 + \frac{1}{6} (k_L a)^3 + \dots\right] \approx -\frac{1}{2} (k_L a)^3 \quad (3.50)$$

Амплитуды обеих компонент излучения, рассеянного на малой жесткой частице, имеют одинаковый порядок малости относительно амплитуды падающего излучения. Обе величины оказываются пропорциональными кубу отношения размера частицы a к длине волны ультразвукового излучения $\lambda_L = 2\pi/k_L$:

$$A_{0,1}^{\text{жест}} \propto (k_L a)^3. \quad (3.51)$$

Используя полученные значения амплитуд сферических гармоник рассеянного излучения и асимптотику для функций Ханкеля 0-го и 1-го порядка (3.48), рассеянное ультразвуковое поле в среде (3.16), окружающей частицу, представляется в виде:

$$p_{sc} = p_0 \cdot \left\{ A_0^{\text{жест}} \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{i \cdot k_L r} - A_1^{\text{жест}} \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{k_L r} \cdot \cos \theta \right\} =$$

$$= p_0 \left\{ \frac{1}{i} \cdot A_0^{\text{жест}} - A_1^{\text{жест}} \cdot \cos \theta \right\} \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{k_L r} = -p_0 \cdot \left\{ 1 - \frac{3}{2} \cos \theta \right\} \cdot \frac{(k_L a)^3}{3} \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{k_L r} = \quad (3.52)$$

$$= -p_0 \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{r} \cdot a \cdot \frac{1}{3} \cdot \left\{ 1 - \frac{3}{2} \cos \theta \right\} \cdot (k_L a)^2$$

Рассеиватель, расположенный в объеме материала на глубине $z_0 \leq 4.5\lambda$ внутри фокальной перетяжки, формирует симметрично падающему излучению ($\theta = \pi$) на границе иммерсия-объект обратное излучение рассеяния амплитудой $A^{\text{жест}}$:

$$A^{\text{жест}} \Big|_{\theta=\pi} = \frac{5}{6} \cdot (k_L a)^3; \quad (3.53)$$

тогда амплитуда рассеянной волны на границе раздела может быть принятой равной:

$$p_{sc}^0 = -p_0 \cdot \frac{e^{i2k_L z_0}}{z_0} \cdot \frac{5}{6} \cdot a \cdot (k_L a)^2. \quad (3.54)$$

Сигнал, образующийся в результате рассеяния прошедшего излучения твердой частицей, будет пропорциональным кубу размера частицы a :

$$V_{sc}^{жест} = -\frac{5}{6} \cdot B \cdot T_1 \cdot T_2 \cdot p_0 \cdot e^{i2k_L z_0} \cdot \left(\frac{a}{z_0}\right) \cdot (k_L a)^2. \quad (3.55)$$

Здесь компонента $e^{i2k_L z_0}$ соответствует фазовому сдвигу эхо-сигнала относительно сигнала, отраженного на передней поверхности.

Полное сечение рассеяния для жесткой частицы $\sigma^{жест}$ пропорционально степенному множителю $(ka)^4$ хорошо известному в оптике при Релеевском рассеянии света на малых частицах $ka \ll 1$:

$$\begin{aligned} \sigma^{жест} &= \frac{2\pi \int_0^\pi |A^{жест}|^2 \cdot \sin \theta d\theta}{k_L^2} = \frac{2\pi \int_0^\pi \left| (k_L a)^3 \cdot \left(-\frac{1}{3} + \frac{1}{2} \cos \theta \right) \right|^2 \cdot \sin \theta d\theta}{k_L^2} \\ &= \frac{2\pi \cdot \left[-\frac{2}{3} (k_L a)^6 \cdot \left(-\frac{1}{3} + \frac{1}{2} \cos \theta \right)^3 \right]_0^\pi}{k_L^2} = \frac{7}{9} \pi \cdot a^2 \cdot (k_L a)^4. \end{aligned} \quad (3.56)$$

3.2.3. Рассеяние на мягкой частице

Для рассеяния на мягкой частице амплитуды парциальных сферических волн выражаются через отношение самих функций Бесселя и Ханкеля 0-го и 1-го порядков $j_0(x)$, $h_0^{(1)}(x)$, $j_1(x)$, $h_1^{(1)}(x)$ уравнения (3.38), (3.44), (3.40), (3.46) соответственно. В случае малых частиц использование разложений этих функций по малому аргументу $k_L a$ дает следующие выражения для амплитуд сферических гармоник с номерами $n = 0$ и 1 для сферически симметричной компоненты рассеянного излучения и для его дипольной компоненты:

$$\begin{aligned} A_0^{мягк} &= -\frac{j_0(k_L a)}{h_0^{(1)}(k_L a)} = -\frac{1 - \frac{1}{6} \cdot (k_L a)^2}{\frac{1}{i(k_L a)} \left[1 + i(k_L a) - \frac{1}{2} \cdot (k_L a)^2 \right]} = \\ &= -i(k_L a) \left[1 - i(k_L a) + \frac{1}{3} \cdot (k_L a)^2 \right] \approx -i(k_L a) \end{aligned} \quad (3.57)$$

$$\begin{aligned}
A_1^{мягк} &= -3i \cdot \frac{j_1(k_L a)}{h_1^{(1)}(k_L a)} = -3i \cdot \frac{\frac{1}{3} \cdot (k_L a) \left(1 - \frac{1}{10} \cdot (k_L a)^2\right)}{\frac{1}{i \cdot (k_L a)^2} \left(1 + \frac{1}{2} \cdot (k_L a)^2\right)} = \\
&= (k_L a)^3 \left[1 - \frac{3}{5} (k_L a)^2 + \dots\right] \approx (k_L a)^3
\end{aligned} \tag{3.58}$$

Для мягких малых рассеивателей амплитуды рассеянных сферических волн с разной симметрией оказываются разных порядков – амплитуда изотропной (нулевой) сферической гармоники с $n = 0$ существенно больше амплитуды дипольной составляющей рассеянного излучения:

$$|A_0^{мягк} / A_1^{мягк}| \approx 1 / (ka)^2 \approx 1. \tag{3.59}$$

С учетом вклада 2-х первых сферических гармоник, рассеянное поле в среде вокруг мягкого рассеивателя ($k_L a \ll 1$) записывается в виде:

$$\begin{aligned}
p_{sc} &= p_0 \cdot \left[A_0^{мягк} \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{i \cdot k_L r} - A_1^{мягк} \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{k_L r} \cdot \cos \theta \right] = \\
&= p_0 \cdot \left[\frac{1}{i} \cdot (-i) - (k_L a)^2 \cdot \cos \theta \right] \cdot (k_L a) \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{k_L r} = \\
&= -p_0 \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{r} \cdot a \cdot \left[1 + (k_L a)^2 \cdot \cos \theta \right] \approx p_0 \cdot \frac{e^{i \cdot k_L r}}{r} \cdot a
\end{aligned} \tag{3.60}$$

Рассеянное на мягкой сфере излучение амплитудой $A^{мягк} = k_L a$ имеет полное сечение рассеяния

$$\sigma^{мягк} = \frac{2\pi \int_0^\pi |A^{мягк}|^2 \cdot \sin \theta d\theta}{k_L^2} = \frac{2\pi \int_0^\pi (k_L a)^2 \cdot (-\cos \theta) \Big|_0^\pi}{k_L^2} = 4\pi a^2. \tag{3.61}$$

Рассеянное на мягкой частице, расположенной на расстоянии z_0 от поверхности объекта, излучение приходит обратно на границу с иммерсионной жидкостью с амплитудой

$$p_{sc}^0 = -p_0 \cdot e^{i \cdot 2kz_0} \cdot \left(\frac{a}{z_0} \right). \tag{3.62}$$

Сигнал, формируемый при рассеянии зондирующего излучения малой мягкой частицей, будет пропорциональным 1-ой степени размера частицы:

$$V_{sc}^{мягк} = -B \cdot T_1 \cdot T_2 \cdot p_0 \cdot e^{i \cdot 2kz_0} \cdot \left(\frac{a}{z_0} \right). \tag{3.63}$$

Величина выходного сигнала при рассеянии на жесткой частице ниже сигнала, обусловленного рассеянием на мягкой частице такого же размера, из-за наличия в первом множителе $(k_{1a})^2$ при $k_{1a} \ll 1$.

3.3. Расчет чувствительности высокочастотной импульсной фокусированной системы при рассеянии на жестких и мягких частицах в керамике

Выражения (3.55) и (3.63) для расчета амплитуд эхо-сигналов принимаемых в результате рассеяния на твердых и мягких частицах, расположенных на глубине z_0 во время фокусировки зондирующего пучка на поверхности объекта, определяются размером отдельных частиц a . По мере смещения фокуса акустической линзы вглубь объекта возможности визуализации падают - амплитуда прошедшего пучка уменьшается, а предельный размер визуализируемых частиц увеличивается. Однако, как свидетельствуют экспериментальные данные (глава 4), закономерности визуализации на заметной глубине вполне объясняются теми оценками, которые делаются здесь для подповерхностных участков объекта.

Возможность отображения частицы в ультрамикроскопическом режиме определяется чувствительностью ультразвуковой системы. Как правило, под чувствительностью принимается отношение полезного сигнала к шуму. В экспериментах с импульсным акустическим микроскопом чувствительность β определяется из эхограмм как отношение средней величины шумов на эхограмме к величине референтного сигнала V_B , формируемого отражением от передней поверхности образца при совмещении этой поверхности с фокальной плоскостью ультразвуковой фокусирующей системы. Обычно при таких измерениях усиление принимаемого аналогового сигнала выбирается таким, чтобы амплитуда референтного сигнала соответствовала максимальному напряжению, отображаемому АЦП. Определяемая таким образом чувствительность систем импульсной акустической микроскопии, создаваемых в ИБХФ РАН, составляет порядка 40 дБ ($\beta \sim 10^{-2}$). Для наблюдения и регистрации микрорассеивателей в приповерхностном слое исследуемого образца необходимо, чтобы отношение эхо-сигнала рассеивателя V_{sc} к референтному сигналу V_B превосходило чувствительность приемной системы микроскопа:

$$\frac{V_{sc}}{V_B} > \beta \approx 10^{-2} \quad (3.64)$$

Данное требование определяет искомый минимальный размер рассеивателей, позволяющий наблюдать их на акустических изображениях. Эффективность взаимодействия упругой волны с рассеивателем зависит не только от его размера, но и от соотношения плотности, упругости рассеивателя и окружающей среды. Для оценок мы оставляем два предельных случая – абсолютно жестких и абсолютно мягких включений. Реальные ситуации качественно описываются либо этими предельными случаями, либо минимальным рассеянием при близких импедансах рассеивателя и окружающей среды.

Для мягкой частицы, подставляя значение (3.63) для эхосигнала $V_{sc}^{мягк}$ и выражение (3.4) для референтного сигнала V_B в неравенство (3.64), приходим к следующему неравенству:

$$\left| \frac{V_{sc}}{V_B} \right| \approx \frac{T_1 \cdot T_2}{R} \cdot \frac{a}{z_0} > 10^{-2}. \quad (3.65)$$

Чтобы зафиксировать на акустических изображениях приповерхностного слоя в керамике ($z_0 = 4.5\lambda$) наличие мягких включений, их размер a должен превосходить предельную величину $a_0^{мягк}$:

$$a > a_0^{мягк} = 10^{-2} \cdot \frac{R}{T_1 \cdot T_2} \cdot 4.5 \cdot \lambda. \quad (3.66)$$

Для плотных керамических материалов на основе ZrO_2 , плотность составляет $\rho_1 \sim 6 \text{ г/см}^3$, скорость распространения продольных звуковых волн в 4.5 раза выше, чем в иммерсионной жидкости (таблица 4.1). Соответственно множитель, обусловленный коэффициентами отражения (3.5) и прохождения (3.6), (3.13) на границе иммерсии с керамической поверхностью, $R/(T_1 \cdot T_2) \sim 6.88$, а минимальный размер мягкого рассеивателя в объеме керамического материала

$$a_0^{мягк} \approx 0.3 \cdot \lambda. \quad (3.67)$$

Из (3.67) следует, что применение излучателя с рабочей частотой 100 МГц с длиной волны в иммерсии 15 мкм позволяет визуализировать отдельные мягкие включения (например, поры) размером $a_0^{мягк} \sim 5 \text{ мкм}$.

Минимальный размер жесткого рассеивателя $a_0^{жест}$, который может быть визуализирован импульсным акустическим микроскопом, определяется из выражения для выходного эхо-сигнала $V_{sc}^{жест}$ (3.55). Отношение рассеянного сигнала к референтному сигналу от поверхности запишется:

$$\left| \frac{V_{sc}}{V_B} \right| \approx \frac{5}{6} \cdot \frac{T_1 \cdot T_2}{R} \cdot \frac{a}{z_0} \cdot (k_L a)^2 > 10^{-2}. \quad (3.68)$$

Тогда минимальный размер жесткого рассеивателя составит

$$\begin{aligned} a > a_0^{жест} &\approx \sqrt[3]{10^{-2} \cdot \frac{6}{5} \cdot \frac{1}{4\pi^2} \cdot \frac{R}{T_1 \cdot T_2} \cdot \lambda_L^2 \cdot z_0} = \\ &= \sqrt[3]{10^{-2} \cdot \frac{3}{10} \cdot \frac{1}{\pi^2} \cdot \frac{R}{T_1 \cdot T_2} \cdot \left(\frac{c_L}{c}\right)^3 \lambda^3}. \end{aligned} \quad (3.69)$$

Оценки показывают, что для керамики ZrO_2 размер минимального жесткого рассеивателя равен

$$a_0^{жест} \approx 0.58 \cdot \lambda. \quad (3.70)$$

При рабочей частоте зондирующего пучка 100 МГц визуализация твердых включений в объеме керамики на глубине $z_0 \sim 0,3$ мм от поверхности возможна при характерном размере рассеивателя не менее 9 мкм.

Проведенные в главе 3 расчеты чувствительности ультразвуковой системы при обнаружении точечных рассеивателей в объеме керамики позволяют проводить оценки размеров включений (акустически твердых и мягких) при построении акустических изображений. Показано, что рассеяние ультразвука на твердых частицах, схоже с Релеевским рассеянием в оптике и пропорционально степенному множителю $(ka)^4$, в то время как при рассеянии зондирующего излучения малой мягкой частицей, будет пропорциональным 1-ой степени размера частицы. Это связано с тем что, для мягких малых рассеивателей амплитуды рассеянных сферических волн с разной симметрией оказываются разных порядков – амплитуда изотропной (нулевой) сферической гармоники существенно больше амплитуды дипольной составляющей рассеянного излучения. Для случая рассеяния на малой жесткой частице амплитуды обеих компонент излучения имеют одинаковый порядок малости. Показано, что акустические линзы с рабочей частотой 100 МГц, которой соответствует длина волны в водной иммерсии, равная 15 мкм, позволяют визуализировать в приповерхностном слое керамики на глубине 0.1 мм отдельные мягкие включения (например, поры) размером до $a_0^{мягк} \sim 5$ мкм.

ГЛАВА 4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВНУТРЕННЕЙ СТРУКТУРЫ И УПРУГИХ СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

4.1. Описание экспериментальной установки, материалов и методики исследования.

Для проведения экспериментальных работ по изучению внутренней микроструктуры твердых материалов, измерению их локальных упругих характеристик; а также для исследования взаимодействия фокусированного ультразвукового пучка с внутренними границами соединения использовался сканирующий импульсный акустический микроскоп SIAM (рис. 4.1), разработанный в лаборатории акустической микроскопии ИБХФ РАН. Исследования проводились длиннофокусными линзами с рабочими частотами 50 и 100 МГц и угловой апертурой (половина угла раскрытия θ_m) 11° , ширина зондирующего импульса 80 и 40 нс соответственно. В качестве иммерсии использовалась дистиллированная вода. Фокусные расстояния в воде 13.5 мм и 5 мм позволяют сфокусироваться в объеме образцов на глубину до нескольких миллиметров и визуализировать элементы внутренней структуры материала. Оценки минимальных размеров возможных точечных элементов структуры, регистрируемых в объеме материала акустическим микроскопом SIAM, представлены в главе 3. В качестве экспериментальных объектов исследования использованы плотные керамики и границы их соединения.

4.1.1. Экспериментальная установка

Фокусированный ультразвуковой пучок, сформированный акустической линзой (1) и генерируемый в иммерсии, взаимодействует с границами и элементами внутренней структуры образца (рис. 4.1). Отраженное излучение принимается тем же объективом, усиливается, оцифровывается, усредняется (программное обеспечение позволяет устанавливать количество измерений в точке, от 2 до 16, в зависимости от задач, поставленных перед исследователем) и выводится на экран компьютера (5) в виде осциллограммы. Моторизованная система прецизионного механического сканирования (2) перемещает акустическую линзу над поверхностью исследуемого объекта с шагом 15 мкм. Электронная часть микроскопа синхронизирует координаты положения линзы и набор эхо-сигналов принимаемых в данной точке.

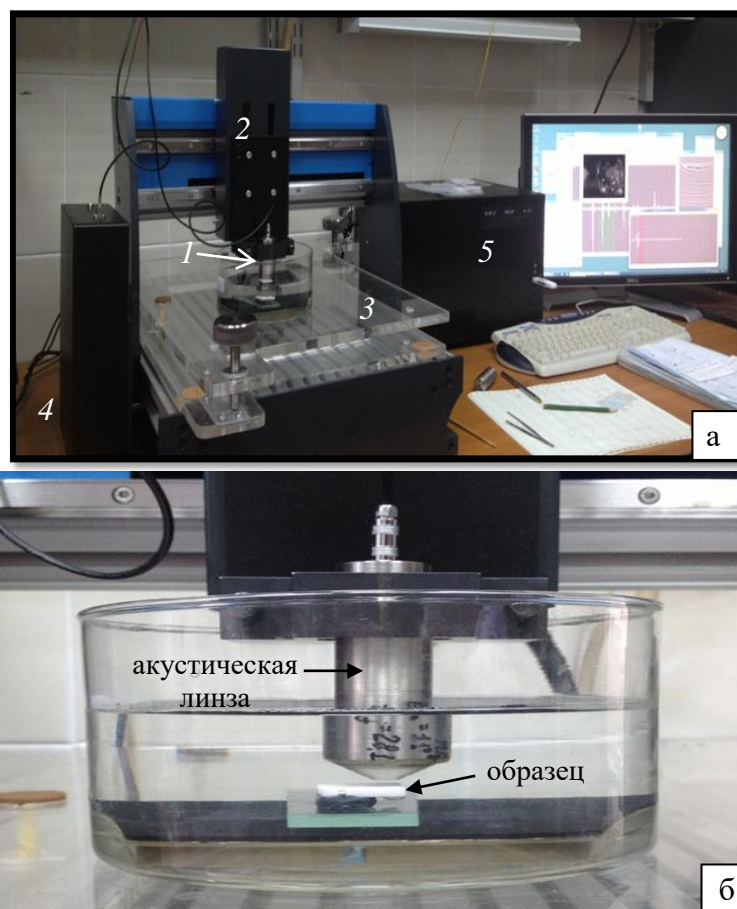


Рис. 4.1. Экспериментальная установка. а) Сканирующий импульсный акустический микроскоп SIAM: 1 – акустическая линза; 2 – сканирующая система с 3-х координатными шаговыми двигателями, драйвера для которых вмонтированы в нижнюю часть корпуса микроскопа; 3 – юстировочный столик для образцов; 4- аналоговый электронный блок; 5- управляющий компьютер со встроенной платой высокоскоростного АЦП и управляющей платой, синхронизирующей работу всех частей микроскопа. б) акустическая линза над поверхностью керамического образца, закрепленного на стеклянной подложке.

Перемещаясь от точки к точке, в памяти компьютера формируется база данных: одномерная для В-скана или двумерная для С-скана. Сохранение большого объема информации об образце – координаты точки, амплитуды отраженных эхосигналов и их временная развертка в данной точке, в дальнейшем позволяет отображать внутреннюю структуру образца в виде непрерывных, последовательных С-сканов от поверхности до дна объекта. Возможность регулировки толщины слоя, отображаемого на акустическом изображении, обеспечивается с помощью электронных ворот, позиционируемых на осциллограмме. Такой режим отображения можно назвать квази томографическим, который позволяет непрерывно просматривать значительную часть объема исследуемого образца. Отображение внутренней структуры на разной глубине в объеме толстых объектов (толщиной, превосходящей размер фокальной перетяжки в материале), требует перефокусирования акустической линзы по толщине образца.

4.1.2. Экспериментальные образцы

В качестве экспериментальных образцов было подготовлено несколько серий плоскопараллельных керамических пластинок (оксидные керамики на основе Zr и Al и стеклокерамика) толщиной $1.5 \div 2$ мм для изучения внутренней микроструктуры и упругих характеристик материалов. Также изготовлены двухслойные системы: керамика-стеклокерамика и металл-стеклокерамика для исследования области соединения между материалами. Материалы и их соединения, изучаемые в работе, имеют большой интерес в прикладном материаловедении.

Составные керамические образцы (соединение керамика-стеклокерамика) были изготовлены в виде основания размером $5 \times 15 \times 1.5$ мм с нанесенной на его поверхность стеклокерамической облицовкой. Остов изготовлен из сверхплотной керамики на основе диоксида циркония, стабилизированного в тетрагональной модификации путём введения оксидов иттрия и иттербия при синтезе прекурсоров. Синтез осуществлялся золь-гель способом при одновременном осаждении компонентов. Для полученных керамических монофазных материалов ($ZrO_2 \leq 95\%$, $Y_2O_3 = 5\%$, $HfO_2 \leq 3\%$, $Al_2O_3 \leq 1\%$, $SiO_2 \leq 1\%$) [127]. На поверхность подложки была нанесена облицовка толщиной ~ 1 мм, изготовленная из нано-фторапатитовой стеклокерамики (ситал), в состав которой входят $SiO_2 > 60\%$ добавки Al_2O_3 , ZnO_2 , Na_2O , K_2O , ZrO , CaO , P_2O_5 , фториды и пигменты [128]. Облицовочный материал наносили согласно технологии фирмы производителя стеклокерамического материала. Для улучшения сцепления двух керамических материалов на керамический остов, был нанесен клеевой слой из материала схожего по составу с облицовкой [128].

Образцы соединения металл-керамика были выполнены из металлической пластинки Co-Cr размером 3x10x2 мм и равномерно нанесенной стеклокерамической облицовкой толщиной ~1 мм. В качестве металлической подложки использовался литой сплав ASTM F75 [129] – сплав на основе кобальта с 30 % содержанием хрома и 5.5 % молибдена. Облицовка изготовлена из того же материала, что и в образцах керамика-стеклокерамика.

4.1.3. Методика исследования

Изучение локальных упругих характеристик материалов проводилось на плоскопараллельных пластинках акустической линзой с рабочей частотой 50 МГц. Смещение линзы из фокального положения в сторону поверхности образца на величину Δz позволяет сфокусировать на дне пластинки пучки, обусловленные прохождением продольных L и поперечных T волн (1.10), а также путем конверсии мод LT (1.11). Линза с фокальным расстоянием 13.5 мм позволяет сфокусировать пучки всех типов мод на нижней границе исследуемых керамик толщиной 2 мм. Поочередно получая максимальные T , LT и L эхо-сигналы, определяются времена их задержки по отношению к В-сигналу – эхо-сигналу, отраженному от передней поверхности образца. Временная дискретизация эхограмм, получаемых на акустическом микроскопе SIAM, составляет 2 нс. Это означает, что ошибка позиционирования каждого эхо-сигнала равна половине шкалы дискретизации - 1 нс и соответственно ошибка при определении времени задержки для расчета скоростей звука в материале 2 нс. По временным задержкам между эхо-сигналами от передней и задней поверхности, с учетом толщины образца, измеренной микрометром с точностью 0.005 мм, по формулам (1.12) и (1.13) определялись скорости распространения продольных и поперечных звуковых волн.

Изучение внутренней микроструктуры образцов проводилось акустической линзой с рабочей частотой 100 МГц, позволяющей сфокусироваться на глубине до 1.2 мм от поверхности керамики. Результаты исследования представлены в виде В- и С-сканов. Акустические изображения формируются за счет градации яркости пикселя в зависимости от величины принимаемого эхо-сигнала. Источниками эхо-сигналов, регистрируемых в объеме керамики, являются малые элементы внутренней микроструктуры – рассеиватели, регистрируемые акустической системой на фоне шумовых сигналов. Рассеиватель отображается в виде малого светлого пятна, размер которого задается диаметром фокального пятна зондирующего пучка. Как правило, на акустических изображениях представлены мягкие рассеиватели – поры и воздушные включения.

4.2. Измерение упругих характеристик плотных керамик

Исследование упругих свойств проводилось на нескольких сериях образцов:

- пластинки циркониевой керамики и стеклокерамики – материалы, на основе которых были изготовлены двухслойные образцы для изучения области соединения керамика-стеклокерамика и стеклокерамика-металл;
- керамика ZrO_2 с различной степенью пористости от 0.2 до 2.5%;
- образцы корундовой керамики с изменяющимся средним размером зерна от 0.1 мкм до 20 мкм.
- образцы ZrO_2 с различной кристаллической модификацией.

Для каждого образца была получена осциллограмма со стандартным набором эхосигналов для изотропного материала – B , L , LT , T сигналы. На рис. 4.2 представлена эхограмма циркониевой пластинки, полученная акустической линзой 50 МГц.

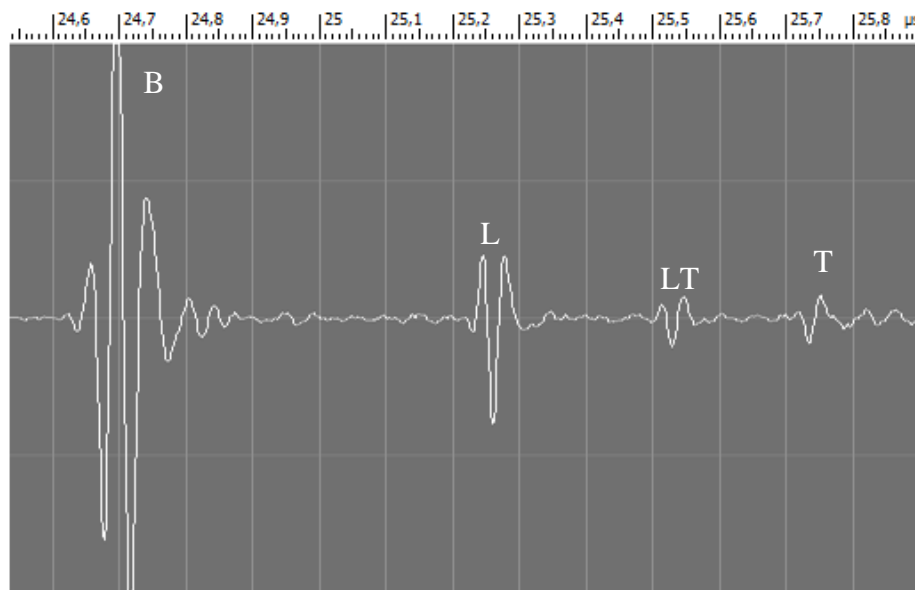


Рис. 4.2. Эхограмма пластинки ZrO_2 толщиной 2 мм. B – сигнал от поверхности, L и T -сигналы от нижней поверхности, обусловленные прохождением продольных поперечных волн, LT – сигнал от дна, полученный конверсией мод.

По данным о скоростях продольных c_L и поперечных c_T звуковых волн, рассчитанных с помощью формул (1.12) и (1.13), исходя из измеренных на эхограмме времен задержки, и данных о плотности ρ материалов, полученных методом гидростатического взвешивания на весах KERN Alt 220 (точность измерения 0.001 г/см^3), рассчитывались

локальные значения объемного K и сдвигового G модулей упругости материала, модуля Юнга E и коэффициента Пуассона μ [130]:

$$G = c_T^2 \cdot \rho \quad (4.1)$$

$$K = c_L^2 \cdot \rho - \frac{4}{3} \cdot c_T^2 \cdot \rho \quad (4.2)$$

$$E = \frac{9 \cdot K \cdot G}{3 \cdot K + G} \quad (4.3)$$

$$\mu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (4.4)$$

Также были рассчитаны значения модулей матрицы тензора упругости с 12-ю ненулевыми компонентами для изотропного материала, из которых две независимые – C_{11} и C_{44} :

$$C_{11} = C_{22} = C_{33} = c_L^2 \cdot \rho \quad (4.5)$$

$$C_{44} = C_{55} = C_{66} = c_T^2 \cdot \rho \quad (4.6)$$

Для определения оставшихся компонент используется соотношение:

$$C_{12} = C_{23} = C_{31} = C_{11} - 2 \cdot C_{44} \quad (4.7)$$

Результаты измерений для первой серии образцов представлены в таблице 4.1, значения скоростей звука и плотности использовались в главе 3 при теоретических расчетах минимального размера рассеивателя в объеме керамики; а также в параграфе 5.1 для оценки разрешающей способности акустического микроскопа при визуализации области соединения между материалами.

Из полученных данных видно, что диоксид циркония, выступающий в роли остова в связке керамика-стеклокерамика, обладает большей по сравнению со стеклокерамикой прочностью, чему свидетельствуют высокие значения объемного модуля и модуля Юнга – 190 и 201 ГПа против 42 и 70 ГПа для керамики и стеклокерамики соответственно.

Таблица 4.1

Значения упругих характеристик керамики ZrO_2 и стеклокерамического материала (ситалл). Погрешность при расчете скоростей распространения звуковых волн составила не более 5% , при расчете упругих характеристик ~5%.

Характеристика	Материал	Значение	
Скорость продольных волн c_L , км/с	Керамика	6.98	
	Ситал	5.75	
Скорость поперечных волн c_T , км/с	Керамика	3.52	
	Ситал	3.43	
Плотность ρ , г/см ³	Керамика	6.13	
	Ситал	2.45	
Упругие модули C_{ij} , ГПа	Керамика	C_{11}	291.0
		C_{12}	139.1
		C_{44}	76.0
	Ситал	C_{11}	81.0
		C_{12}	23.4
		C_{44}	28.8
Модуль всестороннего сжатия K , ГПа	Керамика	190.0	
	Ситал	42.7	
Модуль Юнга E , ГПа	Керамика	201.1	
	Ситал	70.6	
Коэффициент Пуассона μ	Керамика	0.32	
	Ситал	0.22	

Вторая серия образцов была изготовлена для изучения влияния степени пористости керамики на величину распространения ультразвуковых волн. В работах [131-133] было показано, что количество пустот в материале и их размер относительно длины звуковой волны зондирующего излучения влияет на скорость продольных и поперечных звуковых волн в объеме объекта. В нашем случае размер пор в объеме ZrO_2 меньше длины волны (при $f = 50$ МГц, $\lambda \sim 130$ мкм в керамике), но, тем не менее, изменение роста степени пористости материала от 0.2 до 2.5% приводит к снижению величины скорости продольных звуковых волн в керамике (таблица 4.2). В данном случае методика измерения скорости звука позволяет сравнивать относительное изменение значений скорости от образца к образцу с погрешностью менее 1% (ошибка измерения времени задержки 2 нс при $t \sim 550$ нс и толщины образца 0.005 мм при $d \sim 2$ мм), внутри общей ошибки метода к реальной скорости звука в материале. Результаты показывают, что вариации упругих модулей в большей степени связаны с изменением плотности соответствующего образца.

Вопрос изменения упругих характеристик материала, в частности скоростей распространения звуковых волн, в зависимости от пористости керамических материалов неоднократно поднимался в теоретических и экспериментальных работах [131-137]. В работах [134, 136, 137] показано, что при малой степени пористости такая зависимость имеет нелинейный характер. Предполагается, что первопричина зависимости лежит в непосредственной связи пористости ε и среднего размера зерна G в керамике:

$$\varepsilon \propto \frac{1}{G^2}, \quad (4.8)$$

при степени пористости менее 5% [92]. Увеличение размера зерен приводит к уплотнению материала, уменьшению количества межзеренных границ и уменьшению энергии свободной поверхности зерен на единицу объема. Основное рассеяние, отражение и затухание ультразвуковых волн связано с взаимодействием с межзеренными границами и порами, значительное уменьшение их количества отразится на скорости объемных звуковых волн. В таблице 4.3 приведены результаты экспериментальных измерений скоростей звука. Показано что рост зерен при спекании приводит к уплотнению керамики за счет спада внутренней пористости, а также значительному увеличению скоростей продольных и поперечных волн. Измерение точных значений скоростей звука в керамиках необходимо для решения актуальных задач по распространению тепловых фононов в керамиках [138, 139]. Диффузия

Таблица 4.2

Значения упругих характеристик – скорости звука и модули упругости, керамики ZrO_2 в зависимости от степени пористости образца. Погрешность при расчете скоростей распространения звуковых волн составила не более 5%, относительная ошибка измерения скоростей менее 1%; погрешность при расчете упругих характеристик ~5%.

№	Порист., %	ρ , г/см ³	c_L , км/с	c_T , км/с	G , ГПа	K , ГПа	E , ГПа	μ
1	0.2	6.1428	6.989	3.520	76.1	198.8	202.5	0.33
2	0.6	6.1379	6.942	3.510	75.6	195.2	200.9	0.33
3	1.1	6.1124	6.949	3.526	75.9	194.1	201.7	0.33
4	1.5	6.0766	6.918	3.493	74.1	192.2	197.18	0.33
5	2.5	5.9399	6.778	3.471	71.6	177.7	189.3	0.32

Таблица 4.3

Скорости распространения продольных и поперечных ультразвуковых волн в керамиках Al_2O_3 с разным размером зерна. Погрешность при расчете скоростей распространения звуковых волн составила не более 5%, относительная ошибка измерения скоростей менее 1%.

№	Размер зерна, нм	ρ , г/см ³	c_L , км/с	c_T , км/с
1	100	3.62	10.330	5.939
2	200	3.74	10.420	6.208
3	300	3.86	10.968	6.570
4	500	3.87	11.089	6.475
5	1 000	3.88	11.259	6.608
6	7 000	3.92	11.015	6.369
7	12 000	3.95	11.279	6.644
8	20 000	3.97	11.453	6.567

фононов тем выше, чем выше размер зерна – фононы рассеиваются только на межзеренных границах, а эффективный коэффициент диффузии фононов D линейно зависит от размера зерна и связан со скоростями звука в материале через известные соотношения [140]:

$$D = \frac{1}{3} \cdot \bar{c} \cdot l \quad (4.9)$$

$$\bar{c}^{-3} = \frac{1}{3} \cdot (c_L^{-3} + 2 \cdot c_T^{-3}) \quad (4.10)$$

где l – длина свободного пробега неравновесных фононов, связанная с размером зерна.

Немаловажным фактором, значительно влияющим на значения упругих характеристик, является тип кристаллической решетки, в которой стабилизированы керамические зерна. Керамика на основе ZrO_2 может быть изготовлена в трех основных модификациях – моноклинной (ZrO_2 -М) тетрагональной (ZrO_2 -Т) и кубической (ZrO_2 -С). В таблице 4.4 представлены результаты измерений циркониевой керамики, изготовленной для нужд электронной промышленности, с тремя модификациями кристаллической решетки. Полученные данные хорошо коррелируют со значениями упругих характеристик, полученных в работах [86-88].

Таблица 4.4

Значения упругих характеристик керамики, ZrO_2 стабилизированной в моноклинной (М), тетрагональной (Т) и кубической (С) модификации. Погрешность при расчете скоростей распространения звуковых волн составила не более 5% , при расчете упругих характеристик ~5%, относительная ошибка измерения скоростей звука менее 1%.

модификация	c_L , км/с	c_T , км/с	ρ , г/см ³	G , ГПа	K , ГПа	E , ГПа	μ
ZrO_2 -М	7.547	4.123	5.52	93.8	189.6	241.6	0.29
ZrO_2 -Т	7.091	3.658	5.82	77.9	189.1	205.4	0.32
ZrO_2 -С	7.269	3.848	5.78	85.6	191.6	223.5	0.31

В результате эксперимента показано, что значения упругих характеристик керамики варьируются в зависимости от множества факторов: пористости материала, размера зерна, типа кристаллической модификации зерен. Преимуществом импульсной акустической микроскопии является возможность прямого сопоставления получаемых значений локальных упругих характеристик и объемной микро и мезоструктуры

материала. Акустической визуализации элементов внутренней структуры – воздушные поры и включения, микротрещины, межзеренные границы, их размера, формы, агломерации и распределения по объему образца посвящен следующий параграф.

4.3. Акустическая визуализация внутренней микроструктуры оптически непрозрачных материалов

Особенности отображения малоразмерных элементов внутренней микроструктуры материалов были изучены с помощью В- и С- сканов, полученных акустической линзы с рабочей частотой 100 МГц. Образцами для исследования были плоскопараллельные пластинки циркониевой керамики и стеклокерамического материала.

4.3.1. Визуализация внутренней микроструктуры стеклокерамики

Результаты акустомикроскопического исследования облицовочной керамики представлены в виде С-сканов поверхности (рис. 4.3а), внутренней структуры (рис. 4.3б) и дна образца (рис. 4.3в), а также В-скана образца (рис. 4.3д). На эхограмме, полученной в центральной части образца (рис. 4.3г), отображены сигналы от поверхности B , дна образца L и дефекта внутренней структуры D . Высокая амплитуда D сигнала свидетельствует тому, что дефект расположен в фокальной области линзы. Время задержки между B и D сигналами ~ 270 нс, скорость распространения продольных волн в стеклокерамике $c_L = 5.75$ км/с, соответственно дефект находится на расстоянии ~ 780 мкм от поверхности образца. Положение электронных ворот на эхограмме соответствует акустическому изображению внутренней структуры (рис. 4.3б). Ширина ворот τ_{gate} 40 нс соответствует толщине отображаемого слоя ~ 110 мкм. Яркие точки на изображении внутренней структуры соответствуют малоразмерным элементам в объеме образца. Высокие амплитуды сигналов, отраженных на частицах, позволяют говорить, что такие включения являются мягкими рассеивателями – порами. Показано, что полученные экспериментальные результаты визуализации внутренней микроструктуры керамик хорошо сопоставимы с теоретическими оценками возможных размеров мягких рассеивателей, отображаемых на изображениях (гл. 3). Показано, что для данного образца характерна сильнопористая внутренняя структура, яркость и размер точек на изображении варьируется. Согласно выражению (3.66) и экспериментальным данным из таблицы 4.1 минимальный размер

регистрируемого мягкого рассеивателя a на глубине z_0 для стеклокерамического материала будет равен:

$$a \approx 10^{-2} \cdot \frac{R}{T_1 \cdot T_2} \cdot \frac{c_L}{c} \cdot \lambda \approx 10^{-2} \cdot \frac{0.869}{1.869 \cdot 0.197} \cdot \frac{5.8}{1.5} \cdot 15 \approx 1.5 \text{ мкм.} \quad (4.11)$$

Разумеется, при смещении фокуса из фокального положения линзы, когда фокус находится на поверхности образца, вглубь материала, минимально возможный размер регистрируемых рассеивателей будет увеличиваться. Большая часть энергии пучка отражается от передней поверхности, снижение амплитуды эхосигнала приводит к снижению чувствительности принимаемого системой рассеянного излучения. Однако даже на достаточно большом удалении от поверхности ($l \gg \lambda$) точечных элементов структуры, расположенных в фокальной области линзы, будет приниматься рассеянное излучение от частиц размером $a \sim \lambda$ (в объеме стеклокерамики $\lambda \sim 50$ мкм на 100 МГц). Наибольший размер дефектов, визуализированных на глубине 750 мкм (рис. 4.3б) составляет 300 мкм. Однако этот размер не является максимальным дефектом в объеме всего образца. Отображение дефектов внутренней структуры образца возможно при визуализации дна объекта – все крупные, акустически непрозрачные дефекты оставляют тени на изображении (темные области на изображении рис. 4.3в), размеры которых достигают 700 мкм.

На изображении поперечного сечения образца (рис. 4.3д) между линиями, отображающими поверхность и дно образца, наблюдаются сигналы, соответствующие дефектам внутренней структуры. Дефекты структуры расположенные на большом удалении от фокальной зоны линзы (например, около дна образца) не видны на изображении. Отчетливо видно, что форма рассеивателей на изображении, расположенных выше и ниже фокального положения линзы ($\tau \sim 8.50 \div 8.60$ мкс), различаются. Элементы структуры, расположенные вне фокальной области линзы, отображены в виде параболических линий – дефекты расположенные выше фокуса с загнутыми вверх ветвями параболы; дефекты ниже фокуса – с загнутыми вниз ветвями. [50]. Эффект связан с приемом излучения, возникающего в результате дифракции сходящегося пучка на точечных элементах структуры – порах, вершинах границ раздела, трещин или отслоений. Дифрагированное излучение уходит от мишени по разным направлениям. Приемником регистрируются лишь та компонента, которая распространяется вдоль падающих на мишень лучей, но только в обратном направлении. Такие лучи приходят на пьезопреобразователь по нормали к его поверхности и возбуждают эхоимпульс. Наклонные компоненты пучка, которые

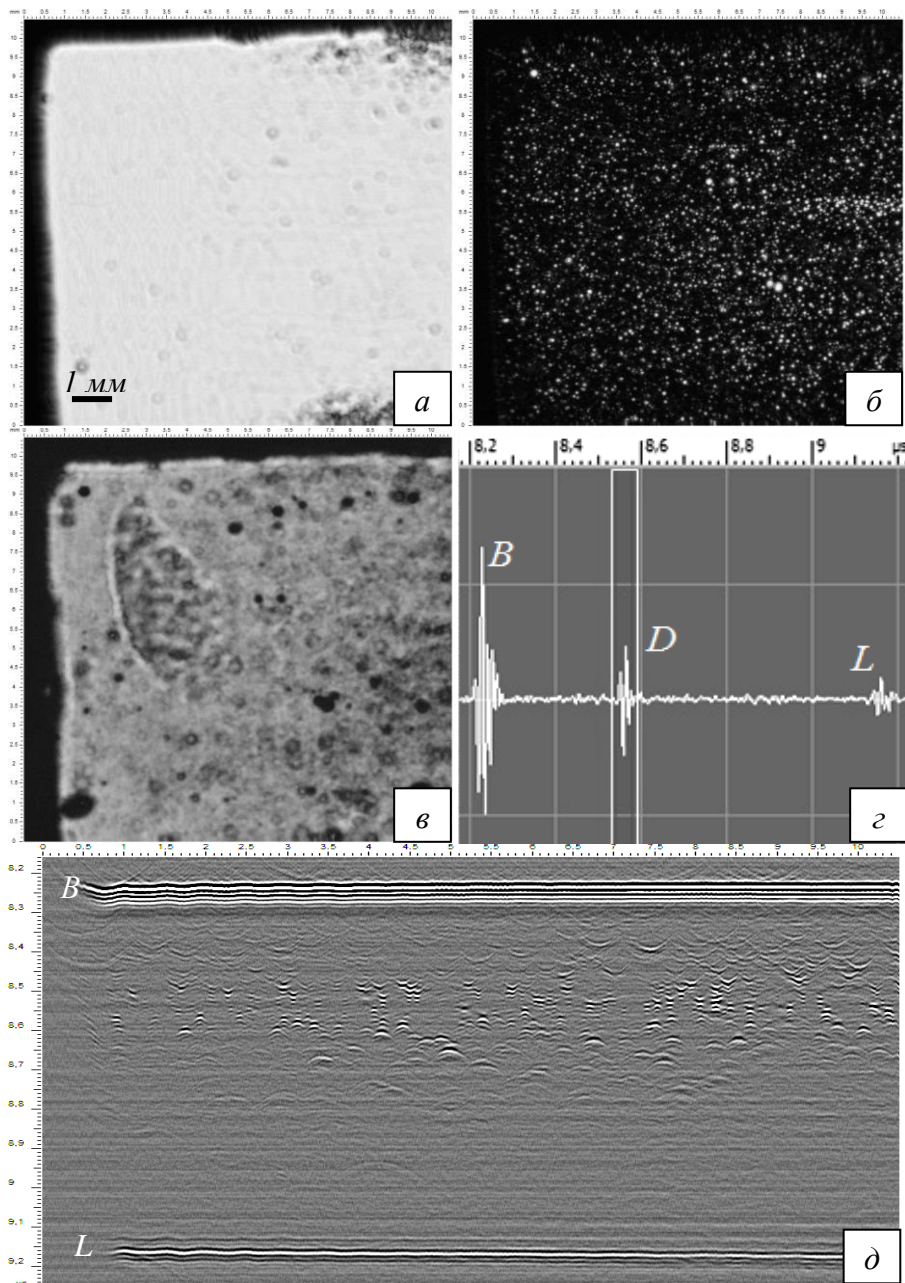


Рис. 4.3. Акустические изображения внутренней микроструктуры стеклокерамики. а) изображение поверхности; б) внутренняя микроструктура на глубине 780 мкм, толщина отображаемого слоя ~110 мкм; в) изображение дна образца; темные участки на светлом фоне соответствуют теням от крупных дефектов внутренней структуры; г) А-скан в центральной части образца, В- сигнал от поверхности образца, D-сигнал от внутреннего дефекта, L- сигнал от дна образца, положение электронных ворот соответствует изображению внутренней структуры образца; д) изображение поперечного сечения образца (В-скан), фокус линзы на глубине 750 мкм от поверхности. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 10.5x10.5 мм.

являются источниками дифрагированного излучения, заметно отличаются по времени распространения от параксиальных лучей. Различие увеличивается с ростом угла падения и смещения акустической линзы из фокального положения. Смещение регистрируемого эхо-сигнала при линейном перемещении линзы формирует на В-сканах параболические линии. Даже на мишенях расположенных в фокальной области за счет небольшого количества наклонных лучей, пересекающих ось пучка выше фокуса, формируются короткие ветви параболы. Ветви параболы направлены вверх, если параксиальный фокус находится ниже точки дифракции, и вниз, если фокус пучка выше точки дифракции. Размер параболы ограничен конечной апертурой зондирующего пучка. На С-сканах участие дифрагированных эхо-сигналов в формировании акустических изображений структур, лежащих в плоскости, сдвинутой вверх или вниз по отношению к фокусу пучка, приводит к размыванию контуров на акустических изображениях и потере четкости изображения.

4.3.2. Визуализация внутренней микроструктуры плотной циркониевой керамики

В объеме плотной керамики ZrO_2 акустомикроскопическими исследованиями выявлены точечные дефекты, размеры которых варьируются от нескольких десятков микрон до сотен микрон, распределение дефектов однородно по объему образца (рис. 4.4). Количество светлых точек маленького размера на изображении внутренней структуры слоя на глубине 100 мкм (рис. 4.4 б) и 500 мкм (рис. 4.4 в) от поверхности значительно отличается. Информативность и детализация изображения внутренней структуры тем выше, чем больше структурных элементов отражают или рассеивают ультразвуковой пучок с амплитудой выше уровня шумовых сигналов. В случае плотных циркониевых керамик длины фокальной перетяжки при фокусировке пучка вблизи поверхности образца (режим ультрамикроскопии) достаточно только для визуализации подповерхностной области на глубину не более 100 мкм. Регистрация сигналов происходит при рассеянии ультразвуковых волн на воздушных включениях размером ~ 5 мкм (оценки размеров мягких рассеивателей в п. 3.3). Смещение фокуса линзы вглубь образца для визуализации нижерасположенной объемной структуры сопровождается уменьшением чувствительности системы, снижением дельности изображения (рис. 4.4в; рис 4.5в) и увеличением диаметра фокального пятна. У образцов с высоким уровнем пористости $\sim 2.5\%$ на фоне однородной мелкопористой структуры наблюдаются макроскопические пустоты с латеральным размером до 1 мм

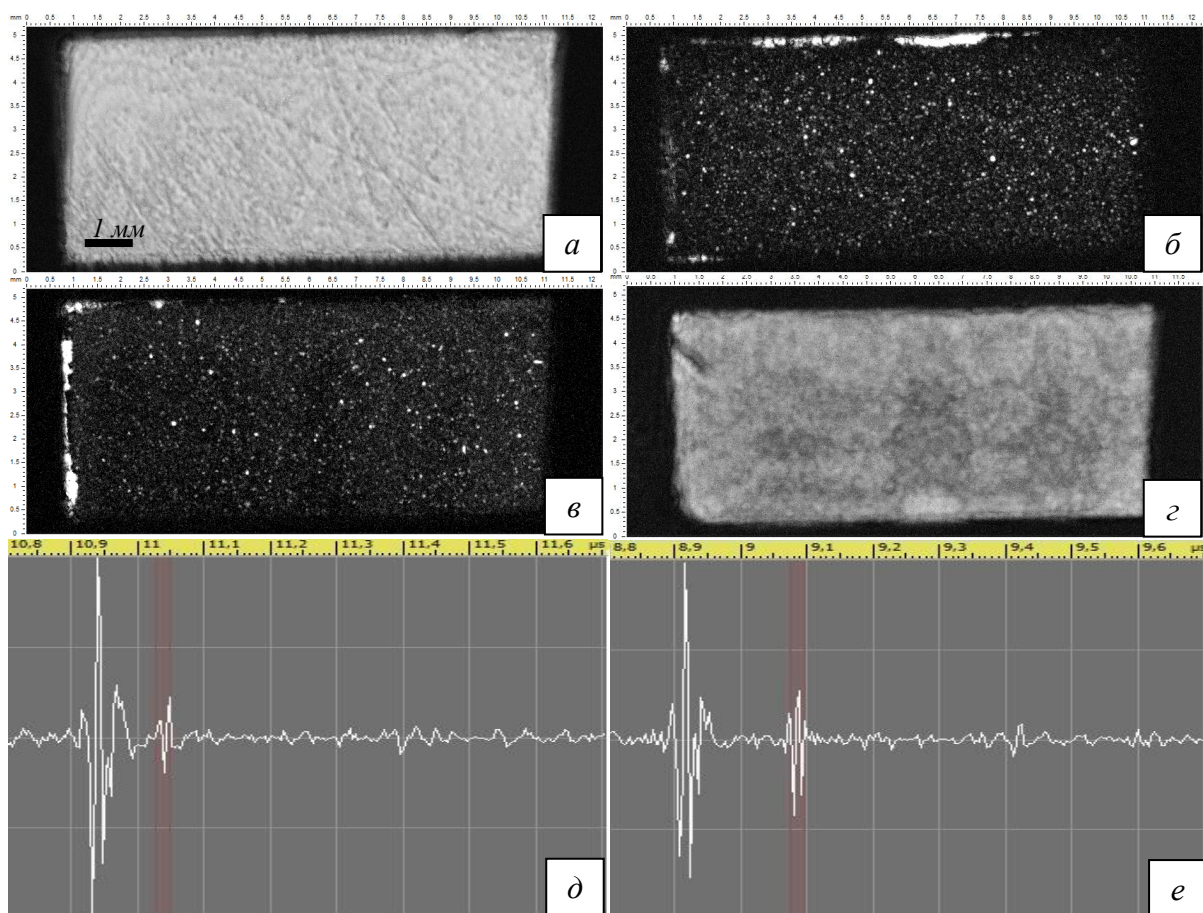


Рис. 4.4. Акустические изображения микроструктуры керамики на основе ZrO_2 с относительной пористостью 0.2 %. а) изображение поверхности; б) внутренняя микроструктура на глубине 100 мкм, толщина отображаемого слоя ~ 70 мкм; в) внутренняя микроструктура на глубине 500 мкм г) изображение дна образца; д) и е) эхограммы образца при фокусировке пучка на глубине 100 и 500 мкм от поверхности. Положение и ширина электронных (20 нс) на осциллограммах соответствуют выше представленным С-сканам внутренних микроструктур. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 12x5.5 мм.

(рис. 4.5). В подтверждение наличия внутренних микроскопических пор и пустот в объеме керамического материала был сделан шлиф образца на глубине ~ 600 мкм и проведены оптические исследования поверхности шлифа световым микроскопом Leica DM SM. Глубина шлифа была выбрана исходя из ранее полученных акустических изображений, на которых были визуализированы точечные и протяженные дефекты микроструктуры (рис. 4.5 в). Оптические изображения шлифа (рис. 4.6) сопоставлялись с полученными акустическими изображениями того же образца на глубине 600 мкм (рис. 4.5 в). Оптические изображения шлифа показали присутствие отдельных точечных и линейных дефектов размером от нескольких единиц до сотен микрон (рис. 4.6 б), визуализированы цепочки точечных дефектов малого размера (рис. 4.6 а). Такие цепочки, за счет малых (по сравнению с длиной ультразвуковой волны) расстояний между дефектами, на акустических изображениях могут отображаться в виде единого линейного дефекта. Одномерные включения размером до нескольких сотен микрон, с сечением, не превышающим $10\div 15$ мкм, остаются видимыми дефектами для фокусированного ультразвукового пучка даже на глубине ~ 0.6 мм.

Предложенные в главе 4 подходы и методики были использованы для измерения упругих характеристик и визуализации внутренней микроструктуры и границ соединения керамических материалов. Получены экспериментальные данные локальных значений скоростей распространения продольных и поперечных волн в керамиках, а также рассчитаны значения упругих модулей. Получены данные изменения величины упругих характеристик в керамике в зависимости от пористости, размера зерна и типа кристаллической модификации зерен. Показано, что измеренные данные хорошо сопоставимы с теоретическими моделями и экспериментальными результатами, представленными в литературе [88-86, 131-134, 136, 137]. Данные по скоростям звука были использованы для оценки чувствительности акустической системы при изучении микроструктуры керамических материалов (глава 3). Показано, что полученные экспериментальные результаты визуализации внутренней микроструктуры керамик хорошо сопоставимы с теоретическими оценками возможных размеров мягких рассеивателей, отображаемых на изображениях (гл. 3). Поры, расположенные вне фокальной области линзы, отображаются в виде параболических линий – дефекты расположенные выше фокуса с загнутыми вверх ветвями параболы; дефекты ниже фокуса – с загнутыми вниз ветвями. Эффект связан с приемом излучения, возникающего в результате дифракции сходящегося пучка на точечных элементах структуры – порах, вершинах границ раздела, трещин или отслоений.

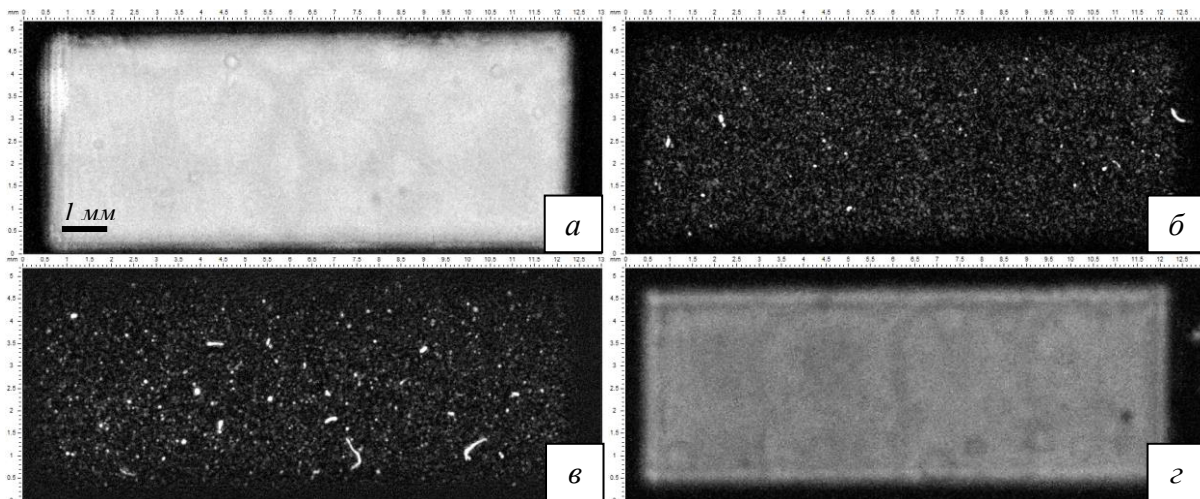


Рис. 4.5. Акустические изображения микроструктуры керамики на основе ZrO_2 с относительной пористостью 2.5 %. а) изображение поверхности; б) внутренняя микроструктура на глубине 100 мкм; в) внутренняя микроструктура на глубине 600 мкм г) изображение дна образца. Толщина отображаемого слоя в объеме образца ~ 70 мкм. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 13x5.5 мм.

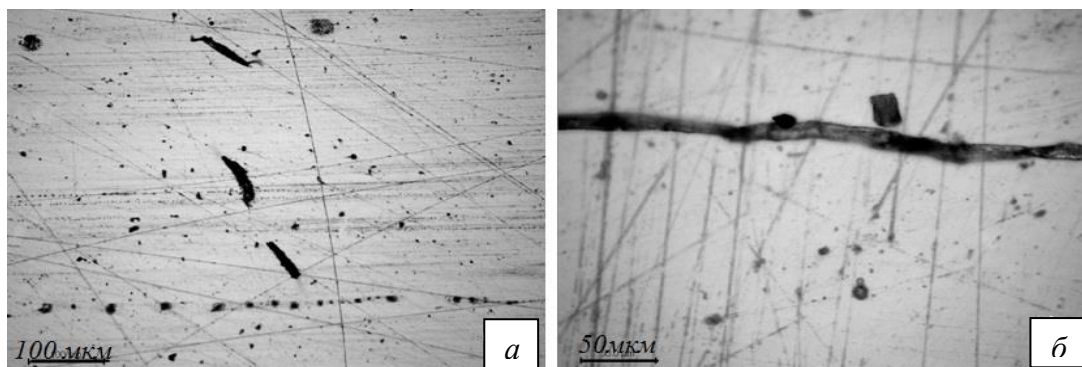


Рис. 4.6. Оптические изображения поверхности шлифа керамики ZrO_2 . а) 100X увеличении; б) 200X увеличении.

ГЛАВА 5. ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ФОКУСИРОВАННОГО УЛЬТРАЗВУКОВОГО ПУЧКА С ВНУТРЕННИМИ ГРАНИЦАМИ СОЕДИНЕНИЯ

Настоящая глава посвящена возможностям использования импульсной акустической микроскопии для изучения и неразрушающей оценки плоской границы соединения материалов в объеме образца. Применение высокочастотного фокусированного ультразвукового пучка показало высокую эффективность для изучения и визуализации мелкопористой внутренней структуры плотных керамик (глава 4); основным механизмом, обеспечивающим визуализацию, является прием излучения, рассеянного на порах, в т.ч. на порах, размер которых заметно меньше длины волны используемого ультразвукового излучения. Взаимодействие зондирующего излучения с областью соединения двух твердых тел в объеме образца имеет ряд особенностей. Основным отличием является присутствие опорного эхо-сигнала отраженного от идеальной границы соединения материалов, наличие дефектов адгезии на границе будет приводить к вариациям этого эхо-сигнала. Исключение составляет только граница двух частей идентичного материала – на ней дефекты адгезии отображаются так же как в однородном объеме, в частности малые дефекты могут отображаться в ультрамикроскопическом режиме. В общем случае ультрамикроскопический режим невозможен - чтобы быть отображенным, дефект на границе должен иметь размер, по крайней мере, сравнимый с длиной волны зондирующего ультразвука в материале.

Дополнительной возможностью является использование для визуализации границы раздела между средами не только пучка сходящихся продольных, но и поперечных волн, образующихся за счет конверсии мод при прохождении зондирующего пучка границы раздела иммерсии и образца. Пространственное разрешение, определяемое длиной волны для различных волновых мод (продольных L или поперечных T)

$$\lambda_{\alpha} = f/c_{\alpha}, \quad \alpha = L, T, \quad (5.1)$$

заведомо лучше для поперечных волн, обладающих меньшей скоростью распространения. С другой стороны, поперечные волны, возбуждаемые только за счет наклонных компонент пучка, характеризуются большими рефракционными aberrациями; зондирующий импульс поперечных волн обладают меньшей интенсивностью по сравнению с продольными волнами, значительный вклад в

амплитуду которых обеспечивается парааксиальной составляющей пучка. Различия в амплитудах отраженных L и T эхо-сигналов от границы соединения может сказаться на чувствительности акустической системы к нахождению точечных и протяженных дефектов адгезии, участков частичного, границ дополнительных клеевых или связующих слоев.

В данной главе будут рассмотрены возможные механизмы отображения различных дефектов в области соединения материалов. Рассматривается влияние дефектов на амплитуду и форму эхо-сигналов, принимаемых из области соединения, и особенности отображения структурных элементов границы на В- и С-сканах. Будут исследованы преимущества и недостатки применения фокусированных пучков продольных и поперечных звуковых мод (L и T сигналов) для построения акустических изображений зоны соединения.

Экспериментально особенности взаимодействия фокусированных пучков со структурными элементами границ соединения изучались на примере границы соединения стеклокерамики с керамической и металлической поверхностью. Стеклокерамика традиционно используется в качестве облицовки в стоматологическом протезировании; качество адгезии на границе облицовки с керамической или металлической базой во многом определяет качество и ресурс созданного протеза. Поэтому исследования методами импульсной акустической микроскопии микроструктуры получаемой в таких системах границы контакта имеют не только фундаментальное, но и практическое значение – они обосновывают эффективный неразрушающий метод оценки структуры и надежности контакта.

5.1. Методика эксперимента

Экспериментальная работа по изучению микроструктуры границы соединения проводилась на двухслойных образцах керамика-стеклокерамика и стеклокерамика-металл. Соединения тапа керамика-стеклокерамика изготовлены из керамического основания ZrO_2 толщиной 1 - 2 мм и стеклокерамической облицовки, нанесенной двумя способами: отверждение непосредственно на поверхности остова и отдельное изготовление стеклокерамической пластинки, и ее последующее соединение посредством клеевого слоя толщиной несколько десятков микрон. Исследования объемной микроструктуры стеклокерамики и керамического остова (п.4.3) показали высокий уровень пористости облицовки. Чтобы избежать артефактов на акустических изображениях границы соединения таких образцов, исследования проводились через объем керамического основания. Соединение стеклокерамика-металл выполнено путем

нанесения стеклокерамической облицовки на поверхность пластинки сплава Co-Cr и спекание до полного отверждения облицовки. Облицовочный материал наносили согласно технологии фирмы производителя стеклокерамического материала. Исследование данного типа соединения проводилось через объем облицовки из-за неоднородного распределения упругих характеристик сплава по его объему [62] и влияния этого эффекта на качественное отображение границы соединения материалов.

Для формирования ясного и четкого изображения границы соединения и выявления возможных дефектов адгезии необходимо через объем верхней керамической или стеклокерамической пластинки (для случая соединения типа стеклокерамика-металл) сфокусировать зондирующий пучок на границе раздела между материалами. Сильное преломление лучей на границе иммерсия-образец приводит к образованию каустики, смещению параксиального фокуса акустической линзы и образованию новой фокальной зоны в объеме керамики. Согласно закону Снеллиуса все лучи преломляются исходя из соотношения скоростей ультразвуковых волн в граничных материалах (1.3). Значения скоростей распространения ультразвуковых волн, найденные на плоскопараллельных образцах керамики (таблица 4.1.), использовались для определения величин критических углов (1.4) падающих волн на границу иммерсия-образец. Он составил 12.8° для продольных волн и 25° для поперечных волн. Такие значения критических углов превышают апертуру применяемых в работе акустических объективов ($\theta_m=11^\circ$), соответственно весь падающий пучок проникает вглубь образцов. Лучи, преломленные на границе иммерсия-объект, формируют в объеме образца сходящиеся пучки продольных и поперечных волн (рис. 5.1a). На оси линзы образуются точки схода конусов лучей падающих под разными углами (каустика). Лучи, с большими углами распространения, пересекают ось линзы выше фокуса линзы, образованного параксиальными лучами, выходят за пределы апертуры принимающей системы и не регистрируются ей. При фокусировке зондирующего пучка на границе соединения между материалами апертура пучка будет определять разрешение формируемых изображений и чувствительность ультразвуковой системы к дефектам адгезии.

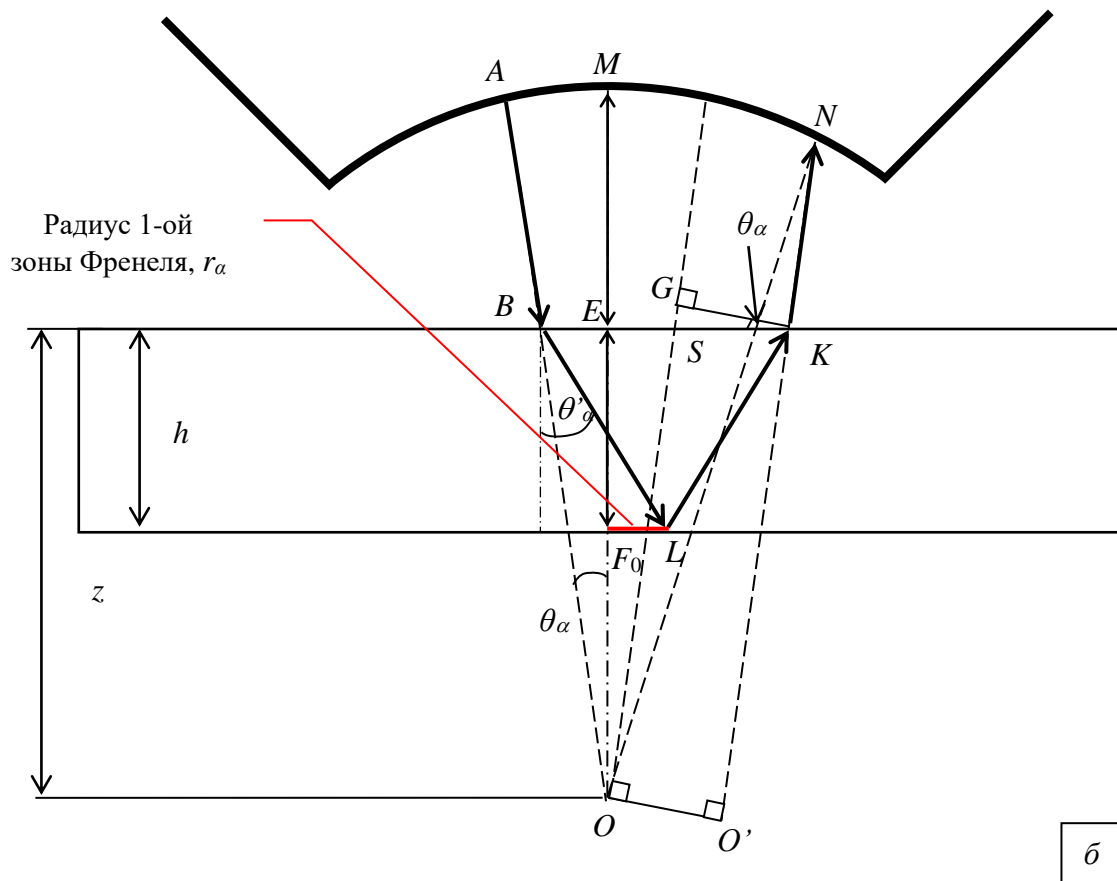
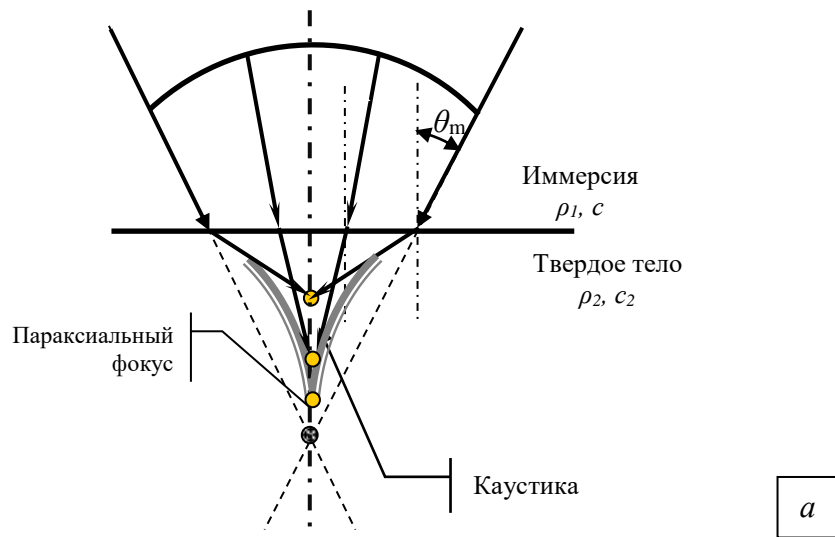


Рис. 5.1. а) Формирование фокусированного пучка в объеме объекта при прохождении границы иммерсия-образец; б) Формирование первой зоны Френеля на дне пластинки лучами, падающими под произвольным углом θ_α и приходящими на сферический излучатель со сдвигом фаз $\varphi = \pi$ относительно лучей нормальных к поверхности объекта.

5.2. Геометрия зондирующего пучка на границе соединения материала

Рассмотрим визуализацию структуры внутренней границы соединения 2-х материалов, расположенной на глубине h и параллельной поверхности образца (рис. 5.1б). Эхо от границы раздела обеспечивается лучами, входящими в состав прошедшего в объем материала пучка. После проникновения в образец, преломленные лучи отражаются от внутренней границы, вновь выходят в иммерсию и принимаются фокусирующей системой. Из-за различий в характере преломления на границе иммерсия-образец преломленные лучи, идущие под различными углами к оси пучка, будут отражаться в разных точках отображаемой плоскости, и придти на фокусирующий приемник с разными фазами. Опыт показывает, что максимальный эхосигнал от внутренней границы приходит на приемную систему, когда отображаемая плоскость совпадает с плоскостью параксиального фокуса в объеме образца. В этом случае основной вклад в формирование эхосигнала вносится лучами, прилегающими к оси пучка и приходящими на приемник со сдвигом фазы $\Phi(\theta)$, не превышающим величину π :

$$\Phi - \Phi_0 \leq \pi, \quad (5.2)$$

где $\Phi_0 = \Phi(\theta = 0)$ – фаза осевого луча, приходящего по нормали к границе раздела. Такие лучи в падающем пучке образуют конус с эффективной апертурой $\theta_{\text{эфф}}$: $\theta \leq \theta_{\text{эфф}}$, а их точки отражения на отображаемой плоскости формируют на ней круг радиуса r_α с центром в параксиальном фокусе F_0 . Остальные лучи падающего пучка, отражаемые вне этого пятна, будут иметь фазу, быстро меняющую знак в зависимости от угла наклона. Их участие в формировании регистрируемого эхосигнала будет минимальным из-за взаимной компенсации их вкладов.

Пятно радиуса r_α вблизи параксиального фокуса представляет собой 1-ую зону Френеля для излучения, отраженного от внутренней плоскости. Элементы объемной микроструктуры и внутренней границы соединения оказываются различимы, только если находятся друг от друга на расстоянии большем r_α . Соответственно, размер 1-ой зоны Френеля дает оценку пространственного разрешения акустической фокусирующей системы, связанного с рефракционными аберрациями.

Величины $\theta_{\text{эфф}}$ и r_α определяются условием (5.2) из геометрии хода лучей при их преломлении и отражении. Расчет времени прихода на приемник отраженных лучей в зависимости от угла их наклона θ позволит найти из соотношения (5.2) эффективную угловую апертуру и размер 1-ой зоны Френеля на отображаемой границе раздела, и,

соответственно, дать оценку пространственного разрешения при визуализации внутренних границ.

Рассмотрим сферический излучатель на рабочей частоте ω и с радиусом кривизны R (рис. 5.1б). Прием оптимального эхосигнала от границы, расположенной на глубине h достигается смещением акустического объектива из фокального положения (фокус на верхней границе образца) по направлению к поверхности образца на величину z :

$$z_{\alpha} = h \cdot \frac{c_{\alpha}}{c} \quad (5.3)$$

где c_{α} – скорость распространения звуковой моды α в объеме материала, c – скорость звука в иммерсии. Сдвиг фаз $\Delta\Phi = \Phi_0 - \Phi_{\theta}$ на фокусирующем приемнике (рис. 5.1б) между лучами, падающими и отраженными по нормали и под произвольным углом θ , определяется временной задержкой $\Delta t = t_1 - t_2$ прихода этих лучей на приемник; здесь индекс 1 относится к осевому лучу, индекс 2 – к лучу, идущему под углом θ к оси пучка. Нормальный луч распространяется по отрезку MEF_0 и обратно; наклонный луч идет по ломаной $ABLKN$ (рис. 5.1б). Согласно рис. 5.1б, времена t_1 и t_2 на прохождении нормальных и наклонных лучей запишутся в виде:

$$t_1 = 2 \frac{ME}{c} + \frac{2 \cdot h}{c_{\alpha}}; \quad (5.4)$$

$$t_2 = \frac{AB}{c} + 2 \frac{BL}{c_{\alpha}} + \frac{KN}{c}; \quad (5.5)$$

где

$$ME = R - z = R - h \frac{c_{\alpha}}{c}; \quad (5.6)$$

$$AB = R - z / \cos \theta = R - h \frac{c_{\alpha}}{c} \cdot 1 / \sqrt{1 - \sin^2 \theta}; \quad (5.7)$$

$$BL = h / \cos \theta'_{\alpha} = h / \sqrt{1 - \left(\frac{c_{\alpha}}{c}\right)^2 \sin^2 \theta_{\alpha}}. \quad (5.8)$$

Угол преломления θ'_{α} в образце определяется законом Снеллиуса на границе иммерсия-образец:

$$\frac{\sin \theta}{c} = \frac{\sin \theta'_{\alpha}}{c_{\alpha}} \quad (5.9)$$

Расстояние KN записывается как разность отрезков $O'N$ и $O'K$, но $O'K = OG = OS + SG$. В результате для отрезка KN получаем:

$$KN = O'N - O'K = O'N - OS - SG = \sqrt{R^2 - O'O^2} - OS - SG. \quad (5.10)$$

Длина отрезка OS определяется из треугольника OES через угол θ и катет OE равный смещению z . Отрезок $O'O$ равен GK : $O'O = GK$. Отрезки GK и SG определяются из прямоугольного треугольника SGK через угол θ и гипотенузу SK , длина которой представляет собой разницу длин отрезков BK и BS , являющихся основаниями равнобедренных треугольников BLK и BOS . Длины отрезков BK и BS выражаются через глубину h , смещение z и углы падения и преломления θ и θ'_α :

$$BS = 2 \cdot z \cdot \sin \theta \text{ и } BK = 2 \cdot h \cdot \sin \theta'_\alpha. \quad (5.11)$$

Используя эти соотношения, получим для длины отрезка KN следующее выражение:

$$KN = \sqrt{R^2 - \left[2h \frac{c_\alpha}{c} \sin \theta \left(\frac{\sqrt{1 - \sin^2 \theta}}{\sqrt{1 - \left(\frac{c_\alpha}{c}\right)^2 \sin^2 \theta - 1}} \right) \right]^2} - h \frac{c_\alpha}{c} \cdot \frac{1}{\sqrt{1 - \sin^2 \theta}} - 2h \frac{c_\alpha}{c} \sin^2 \theta \cdot \left(\frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{c_\alpha}{c}\right)^2 \sin^2 \theta - 1}} \cdot \frac{1}{\sqrt{1 - \sin^2 \theta}} \right). \quad (5.12)$$

Для объемной визуализации, как правило, используются длиннофокусные системы с небольшой угловой апертурой; в частности в данной работе применялись линзы с $\theta_m = 11^\circ$. Соответственно, при расчете времен распространения t_1 и t_2 использовались разложения по малым значениям $\sin^2 \theta$ и $(c_\alpha/c)^2 \cdot \sin^2 \theta$, и пренебрегались члены разложения старших порядков по ним

$$(1 - x)^{-1/2} = 1 + \frac{1}{2}x + \frac{3}{8}x^2 + \dots \quad (5.13)$$

где x принимает значения $\sin^2 \theta$ и $(c_\alpha/c)^2 \cdot \sin^2 \theta$. В результате такого расчета время задержки Δt луча в зондирующем пучке под углом θ относительно центрального луча в пучке $\theta=0$:

$$\Delta t(\theta) = t_1 - t_2(\theta) = \frac{1}{4} \frac{h}{c_\alpha} \cdot \left(\frac{c_\alpha}{c}\right)^4 \cdot \left(1 - \left(\frac{c}{c_\alpha}\right)^2\right) \cdot \sin^4 \theta, \quad (5.14)$$

оказывается пропорциональным 4-ой степени синуса угла падения θ .

В соответствие с условием (5.2), эффективная угловая апертура $\theta_{\phi\phi}$, ограничивающая конус лучей, образующих при отражении от внутренней плоскости 1-ую зону Френеля, удовлетворяет условию:

$$\omega \cdot \Delta(\theta_{\phi\phi}) = \omega \cdot [t_1 - t_2(\theta_{\phi\phi})] = \pi. \quad (5.15)$$

Из выражений (5.14) и (5.15) следует, что 1-ая зона Френеля при отображении микроструктуры внутренней плоскости на глубине h формируется конусом лучей с эффективной угловой апертурой

$$\theta_{\text{эфф}} = \arcsin \left(\sqrt[4]{\frac{2 \cdot \lambda_{\alpha}}{h} \cdot \frac{1}{1 - (c/c_{\alpha})^2} \cdot \frac{c}{c_{\alpha}}} \right), \quad (5.16)$$

где λ_{α} - длина продольной звуковой волны в образце на рабочей частоте зондирующего пучка. Для достаточно жестких образцов $c/c_{\alpha} \leq 1/3$ выражение для эффективной угловой апертуры принимает вид:

$$\theta_{\text{эфф}} \approx \arcsin \left(\sqrt[4]{\frac{2 \cdot \lambda_{\alpha}}{h} \cdot \frac{c}{c_{\alpha}}} \right) \quad (5.17)$$

Радиус r_{α} 1-ой зоны Френеля на внутренней границе раздела, когда она совпадает с плоскостью параксиального фокуса, выражается в виде

$$r_{\alpha} = h \cdot \operatorname{tg} \theta'_{\text{эфф}} - h \frac{c_{\alpha}}{c} \cdot \operatorname{tg} \theta_{\text{эфф}}, \quad (5.18)$$

Раскладывая выражение (5.18) в ряд по степеням не выше $\sin^4 \theta$, получим выражение для радиуса 1-ой зоны Френеля в виде

$$r_{\alpha} \approx \frac{1}{2} h \cdot \left(\frac{c_{\alpha}}{c} \right)^3 \sin^3 \theta_{\text{эфф}} = \sqrt[4]{\frac{1}{2} h \cdot \lambda_{\alpha}^3}. \quad (5.19)$$

Из проведенного анализа следуют важные выводы о принципах формирования изображений в объеме образца:

1. Оптимальным для визуализации структуры в плоскости на глубине h является смещение линзы на расстояние z , даваемое выражением (5.3), когда отображаемая граница совпадает с плоскостью параксиального фокуса;

2. Изображение в объеме на глубине h формируется конусом лучей с углом раствора (5.16) или (5.17). Эффективная апертура определяется отношением скоростей звуковых волн, характеризующим эффекты преломления при входе зондирующего пучка из иммерсии в образец, а также соотношением между длиной волны λ_{α} зондирующего ультразвука в образце и глубиной залегания h отображаемой границы. С увеличением глубины эффективная апертура уменьшается пропорционально $\sqrt[4]{h}$.

3. Латеральное пространственное разрешение при формировании изображения структуры на глубине h определяется размером 1-ой зоны Френеля $2 \cdot r_{\alpha}$ (формула 5.19). В отличие от стандартного релеевского разрешения, задаваемого длиной волны λ_{α} зондирующего излучения, разрешение при акустической визуализации в объеме

пропорционально дробной степени длины волны в материале и глубины визуализируемой границы в объеме образца

$$r_a \propto \lambda_a^{3/4} \cdot h^{1/4}. \quad (5.20)$$

Разрешение падает с ростом глубины, однако зависимость оказывается достаточно слабой, т.к. h входит в выражение для r_a под знаком корня 4-ой степени.

4. При малых глубинах залегания отражающей поверхности, сравнимых с длиной волны зондирующего ультразвука, эффекты рефракционных aberrаций оказываются пренебрежимо малыми. Латеральное разрешение в этом случае определяется дифракционными эффектами и описывается критерием Рэлея для зондирующего пучка в иммерсии.

В случае применения акустической линзы 100 МГц фокусировка продольных и поперечных волн ($c_L \sim 7$ км/с, $c_T \sim 3.5$ км/с табл. 4.1) на границе керамического соединения, расположенного на глубине $h=1$ мм, обеспечивается лучами внутри угловой апертуры 7.5° и 11° , формирующей 1-ую зону Френеля. Для поперечных волн угловая апертура фокусированного пучка ограничивается величиной апертуры линзы $\theta_m = 11^\circ$, несмотря на полученную из (5.15) величину 12.6° . Размеры радиусов первых зон Френеля составят $r_L \sim 114$ мкм для продольных волн и $r_T \sim 50$ мкм для поперечных волн. Диаметры этих зон будут определять разрешение изображений при акустической визуализации границы соединения керамических материалов.

5.3 Взаимодействие зондирующего пучка с различными структурными элементами границы соединения

В данном параграфе изучение механизмов взаимодействия, визуализации и интерпретации элементов микроструктуры границы соединения будет производиться только с пучками продольных звуковых волн, однако, нижеописанные механизмы также применимы и для пучков поперечных волн. К структурным элементам области соединения между материалами можно отнести:

- точечные дефекты адгезии и воздушные пузырьки вблизи границы контакта;
- отслоения между материалами, отличительной чертой которых является существенная протяженность вдоль поверхности контакта при толщине в несколько атомарных расстояний;
- клеевой или промежуточный слой между поверхностями соединяемых материалов, его однородность по толщине и объему на протяжении всей площади контакта;

- участки частичного контакта.

Результаты наблюдения структуры границы соединения будут представлены в виде эхограмм и акустических изображений В- и С-сканов, полученных с использованием прошедшего через объем керамики пучка продольных волн, параксиальный фокус которого располагается на границе раздела. Изображения включают области с различными градациями серого цвета, которые зависят от амплитуды сигнала принимаемого на данном участке. Важную роль при формировании амплитуды сигнала, играет сродство материалов. При соединении двух одинаковых материалов эхо-сигнала, отраженного на границе не будет. Соединение материалов с заведомо различающимися упругими характеристиками будет описываться конечной величиной эхо-сигнала V_L , который задается коэффициентом отражения R_L на границе:

$$V_L \propto B \cdot T_1 \cdot R_L \cdot T_2; \quad (5.21)$$

где константа B , характеризующая эффективность ультразвуковой системы, определяется геометрическими параметрами излучателя и эффективностью пьезоэлектрического преобразователя; T_1 и T_2 – коэффициенты прохождения пучка через границу иммерсия–твердое тело и обратно. Присутствие дефектов адгезии между материалами (воздушные поры, обширные отслоения и т.д.) приводит к росту коэффициента отражения. Согласно теоретическим оценкам проведенным в п.5.1 зондирующий пучок можно считать параксиальным, а коэффициенты отражения R и прохождения T продольных волн на границах могут быть записаны в упрощенной форме :

$$R_L = \frac{\rho_2 \cdot c_2 - \rho_1 \cdot c_1}{\rho_2 \cdot c_2 + \rho_1 \cdot c_1}; \quad (5.22)$$

$$T_{1,2} = \frac{2 \cdot \rho_{2,1} \cdot c_{2,1}}{\rho_{2,1} \cdot c_{2,1} + \rho_{1,2} \cdot c_{1,2}}, \quad (5.23)$$

где ρ_1, c_1 – плотность и скорость звука в верхнем материале, ρ_2, c_2 - плотность и скорость звука в нижнем материале. В области идеального контакта (рис. 5.2а) коэффициент отражения на границе керамика-стеклокерамика составит ~ -0.49 . Знак минус говорит о сдвиге фазы на π – эхосигнал от границы контакта оказывается перевернутым по сравнению с эхо-сигналом, отраженным на поверхности образца. Попадание зондирующего пучка на дефектную область размером, превосходящим площадь фокального пятна (рис. 5.2б), обеспечивает полное отражение ультразвукового излучения ($R = -1$), амплитуда эхо-сигнала максимальна, соответственно, на изображении такая область выглядит в виде яркого пятна. В

акустической микроскопии толщина дефекта в несколько межатомных расстояний является достаточной, чтобы ультразвук не проник в нижерасположенный объем образца. Под дефектом образуется область тени – визуализация структуры под ним невозможна.

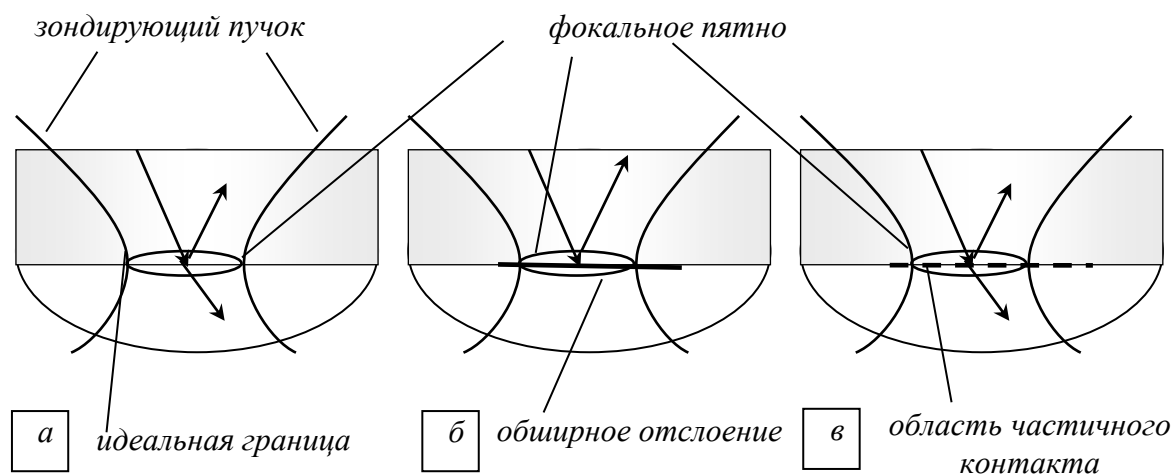


Рис. 5.2. Схематическое изображение взаимодействия зондирующего пучка, параксиальный фокус которого расположен на границе соединения. а) бездефектная область соединения – минимальные значения коэффициента отражения и амплитуды отраженного сигнала; б) полное отражение ультразвука на дефектном участке границы – максимальные значения коэффициента отражения и амплитуды отраженного сигнала; в) область частичного контакта - чередование дефектных и бездефектных нано и микро размерных областей внутри фокального пятна.

Другая ситуация возникает, когда межфазная граница представляет собой совокупность многочисленных нано и микроконтактов (рис. 5.2в), соседствующих с разделяющими их областями потери адгезии (частичный контакт). Для такой структуры контакта характерно возникновение отраженных эхосигналов промежуточной интенсивности: их амплитуда заметно меньше чем у эхосигналов, приходящих из области границы, на которой адгезия отсутствует, но существенно больше амплитуды эхосигналов, приходящих из областей с идеальной адгезией. Величина эхо-сигнала, приходящего из точек в области частичного контакта, зависит от соотношения зон хорошей и плохой адгезии внутри фокального пятна зондирующего пучка. С увеличением площади дефектной части границы происходит рост коэффициента отражения и амплитуды отраженного сигнала, соответственно такие участки на изображениях должны обладать средней яркостью.

5.3.1. Малоразмерные и протяженные дефекты границы соединения

Результаты изучения одних из основных элементов структуры границы соединения представлены на образцах, полученных при прямом спекании керамического остова со стеклокерамической облицовкой (рис. 5.3). На акустическом изображении присутствуют яркие области, соответствующие дефектам адгезии, на темном фоне. Представляется, что наиболее темные из них представляют собой области качественной адгезии, где коэффициент отражения R_L определяется отношением импедансов (5.19) циркониевой керамики и стеклокерамической облицовки. Для всех областей потери адгезии отчетливо видны их границы. Заметно, что контуры таких дефектов отображаются двояким образом. В одних случаях (рис. 5.3б) контур представляет скачкообразный переход от светлой области к серой без выделения линии границы. В других случаях (рис. 5.3в) граница дефекта отображается в виде темной линии конечной ширины, причем для некоторых зон потери адгезии часть границы отображается в виде скачкообразного перехода, а часть в виде указанной линии.

Скачкообразное изменение градации яркости имеет простое объяснение – как показывает движение эхограмм в точках, расположенных по разным сторонам такой границы дефекта, скачком меняется уровень отраженного эхо-сигнала за счет резкого изменения коэффициента отражения (рис. 5.4). Существенно более сложную картину демонстрируют эхограммы, полученные вблизи темного контура зоны потери адгезии. На эхограммах видно, что в узкой зоне происходит расщепление отраженного эхо-сигнала на два близкорасположенных сигнала (рис. 5.5). Их интерференция приводит к сложной структуре результирующего сигнала и значительному уменьшению амплитуды по сравнению с прилегающими участками с обеих сторон от контура дефектной зоны. Падение амплитуды приводит к появлению темного контура на границе области потери адгезии. Изменение характера взаимодействия зондирующего пучка с такой областью наблюдается на В-сканах (рис. 5.3г), получаемых при сканировании таких участков адгезии. На изображении виден сдвиг линий сканирования вниз (т.е. в сторону увеличения времени задержки), видны изломы этих линий и параболические усы, образующиеся за счет участия в формировании эхо-сигнала боковых лучей, идущих под заметными углами к оси зондирующего пучка.

Полное или частичное оконтуривание зон потери адгезии связано, по всей вероятности, с наличием слабоискривленных участков границы соединения и участием наклонных лучей угловой апертуры зондирующего пучка в формировании эхосигналов,

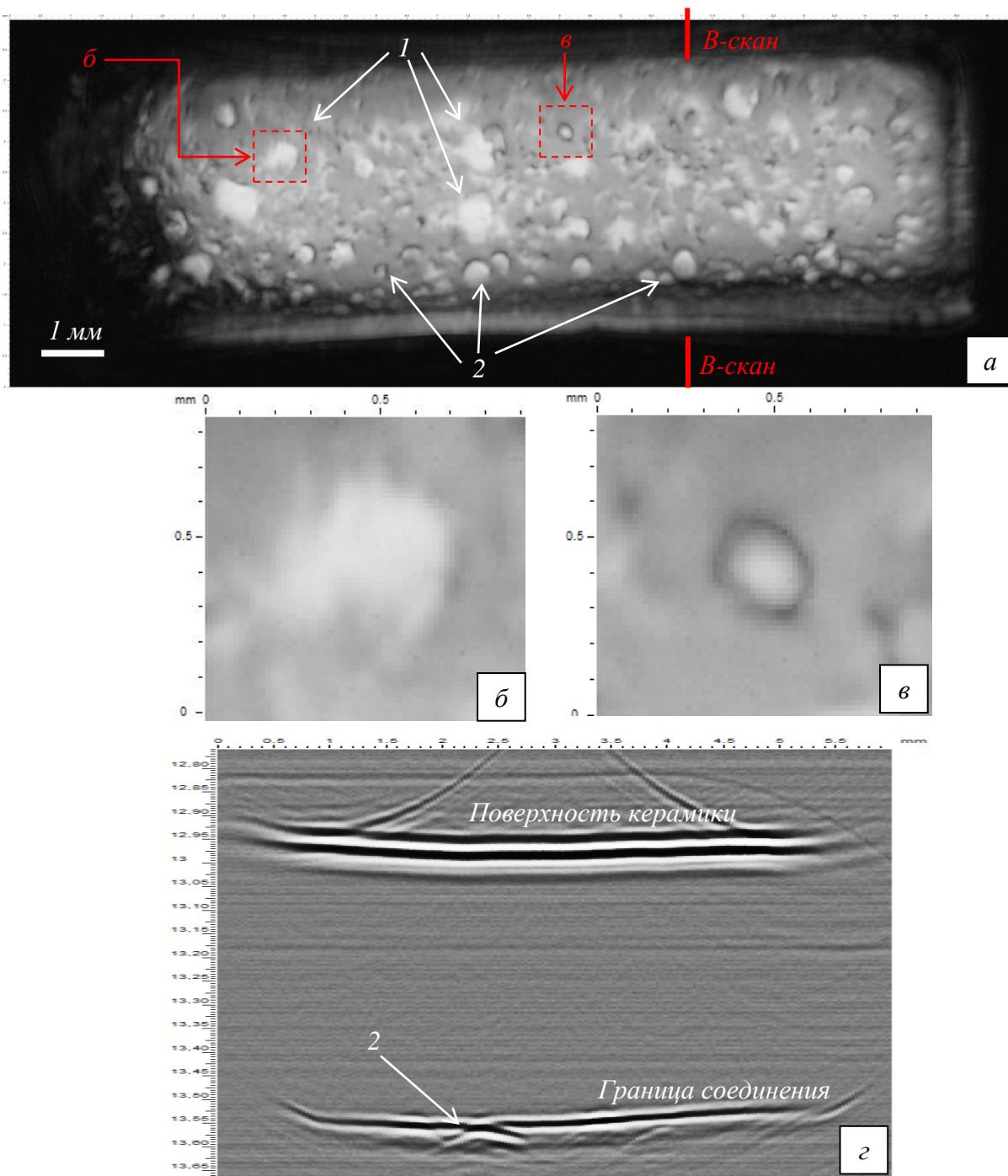


Рис. 5.3. Акустические изображения области соединения керамической подложки ZrO_2 и стеклокерамического материала при фокусировке продольных волн через объем ZrO_2 толщиной 2мм. а) С-скан области соединения материалов, 1- дефекты адгезии, 2- оконтуренные участки потери адгезии; б) и в) отдельные изображения областей с потерей адгезии без оконтуривания и с темным оконтуриванием соответственно; г) вертикальный В-скан границы соединения. Положение В-скана отмечено на рисунке а). Рабочая частота линзы 50 МГц. Поле сканирования 13х6 мм.

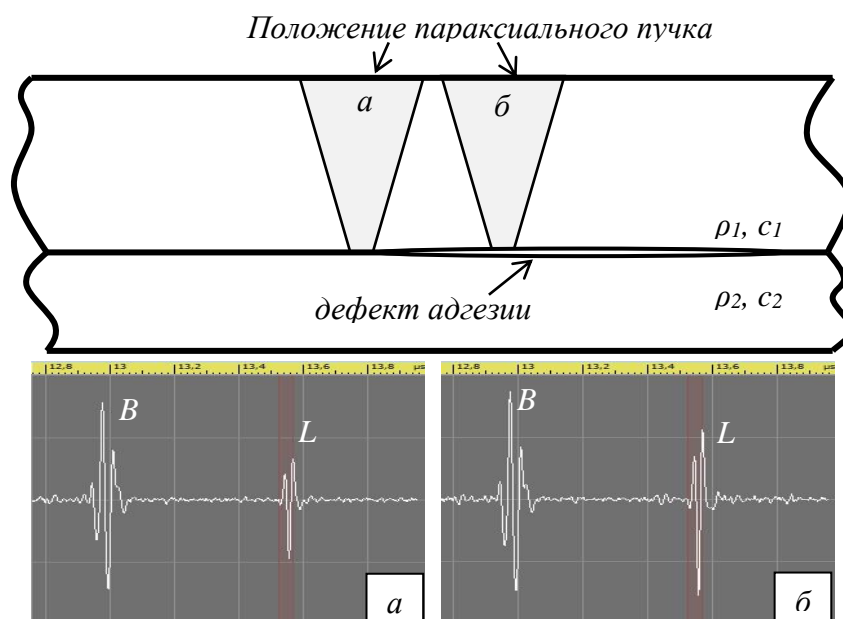


Рис. 5.4. Скачкообразное изменение амплитуды L -сигнала при переходе зондирующего пучка из области хорошего контакта (а) в зону потери адгезии (б). B – эхосигнал, отраженный от верхней поверхности образца, L – эхосигнал продольных волн, сфокусированных на границе соединения. Увеличение амплитуды L -сигнала за счет роста коэффициента отражения с величины R_L до $R=-1$.

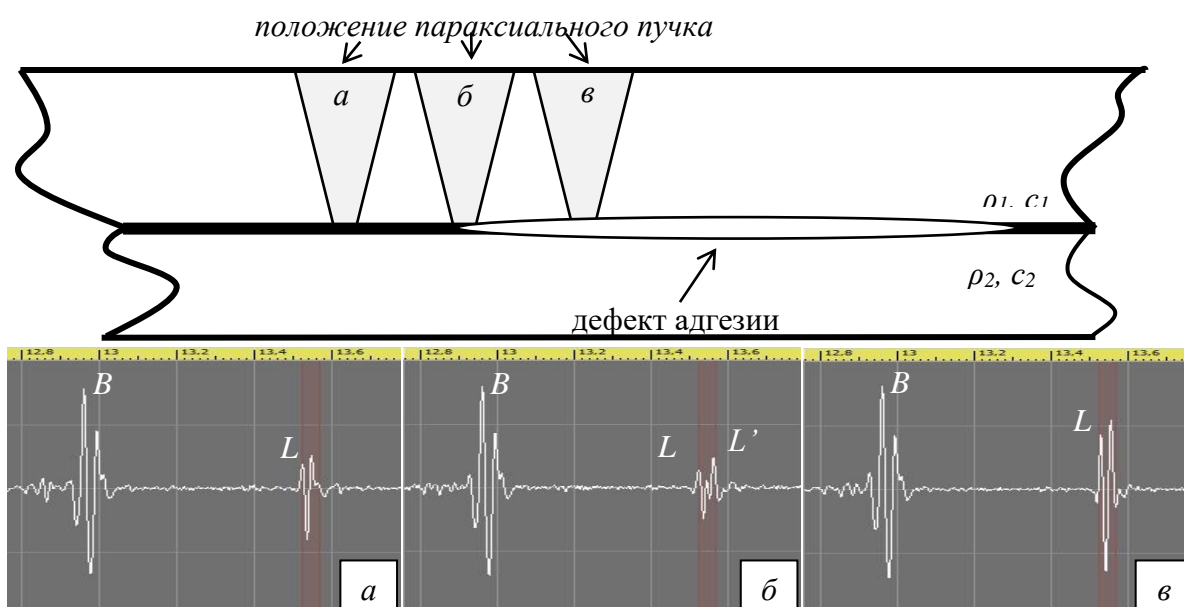


Рис. 5.5. Расщепление эхо-сигнала, отраженного вблизи контура дефектной зоны на границе соединения. а) граница хорошего контакта; б) контур дефекта; в) участок потери адгезии. д. B - эхосигнал, отраженный от верхней поверхности образца, L – эхосигнал продольных волн, отраженных на границе соединения. L' – эхосигнал наклонных лучей, смещенный за счет разницы времени задержки параксиальных и наклонных лучей пучка.

отраженных от таких участков. Принципиального значения наличие или отсутствие оконтуривания областей с потерей адгезии для неразрушающей характеристики границ соединения не имеет.

5.3.2. Особенности формирования эхо-сигнала, отраженного на границе соединения с соединительным (клеевым) слоем

Особенности взаимодействия зондирующего пучка с границей соединения, полученной при использовании дополнительного тонкого связующего слоя, изучались на нескольких группах образцов: соединения керамика-стеклокерамика, полученные при использовании буферного стеклокерамического слоя и его отверждении при спекании, клеевые соединения керамика-стеклокерамика, а также соединения металлической пластинки со стеклокерамической облицовки, полученные при спекании облицовки на поверхности металла, в результате которого протекает химическое взаимодействие материалов и образование соединительного слоя. Прочность границы соединения будет определяться как адгезией промежуточного слоя к поверхностям материалов, так и прочностью самого слоя. Соответственно любая неоднородность слоя будет влиять на форму и амплитуду эхосигналов, отраженных на границе соединения. На рис. 5.6 представлен схематический рисунок и соответствующее ему изображение поперечного сечения границы соединения, полученной при использовании буферного стеклокерамического слоя. Отраженный сигнал будет формироваться за счет взаимодействия зондирующего пучка с двумя близкорасположенными (верхней и нижней) границами буферного слоя. В этом случае структура отраженного сигнала будет зависеть от соотношения длины волны λ и толщины слоя h .

Если толщина буфера равномерна и её значение меньше длины волны λ , то сигнал от нижней границы соединительного слоя совпадет с сигналом от верхнего контакта. При одинаковых граничных условиях (отсутствие дефектов вблизи границ слоя) амплитуда сигнала, отраженного на границе буфера с керамикой ZrO_2 , имеет наибольшее значение (сродство буфера со стеклокерамикой выше, чем с ZrO_2). Именно этот сигнал отображается на осциллограмме (рис. 5.6а), а его амплитуда будет определяющей при отображении яркости точки на С-скане.

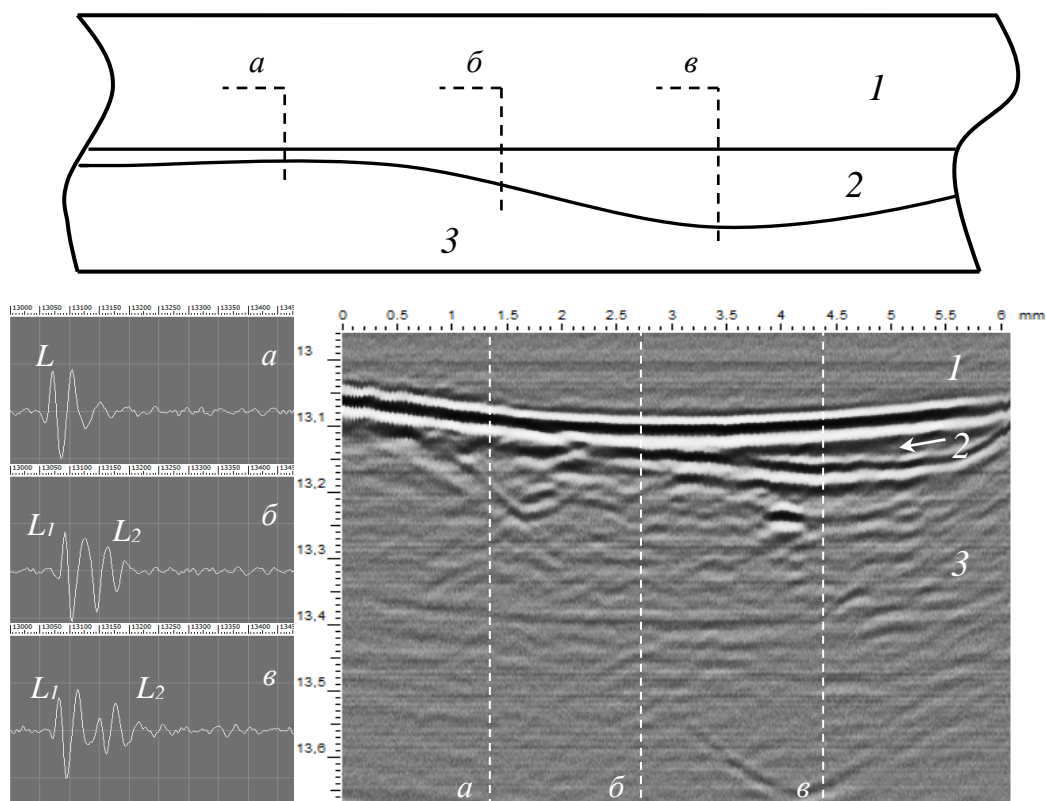


Рис. 5.6. Схематический рисунок и соответствующий ему В-скан неоднородного распределения связующего слоя в области соединения двух керамических материалов. 1- керамика ZrO_2 , 2- связующий слой, 3- стеклокерамика. а) осциллограмма, соответствующая тонкому слою связующего ($h < \lambda$); б) участок соединения с толщиной буферного слоя $h \sim \lambda$; в) толщина буферного слоя h больше длины волны, $h > (2 \div 3)\lambda$. По мере увеличения толщины связующего материала, сигналы, соответствующие верхней L_1 и нижней L_2 поверхности слоя, разделяются по времени задержки и формируют на В-скане отдельные линии границащих материалов. Рабочая частота линзы 50 МГц.

В случае если толщина слоя соизмерима с λ , то зондирующий пучок отразится на двух границах соединительного слоя. Эхо-сигналы, приходящие на приемник от верхней L_1 и нижней L_2 границы слоя, будут иметь между собой небольшую временную задержку. В результате интерференции получится широкий эхосигнал сложной формы (рис. 5.6б).

Если толщина буферного слоя h больше длины волны ($h > (2 \div 3)\lambda$), то эхосигналы, отраженные на верхней L_1 и нижней L_2 границе буфера, будут разделены по времени задержки (рис. 5.6в). Имея разделенные по времени сигналы и зная скорость распространения звуковых волн в слое, может производиться контроль его

толщины, а на В-скане по линиям, ограничивающим соединительный слой, можно говорить о его равномерном распределении по площади соединения.

Неравномерная толщина тонкого соединительного слоя может привести к наложению по времени задержки эхо-сигналов, отраженных на ниже лежащих слоях, с эхо-сигналами верхней пластинки. Слабое затухание продольных и поперечных волн в плотных керамиках позволяет регистрировать высокие амплитуды отраженных эхо-сигналов как чистых мод – L и T сигналы, так их конверсии – LT -сигнал. Совокупность этих факторов приводит к тому, что при визуализации границы соединения эхо-сигналы могут перекрывать друг друга, усложняя интерпретацию изображений. Возможны случаи, когда LT -сигнал для верхней керамической пластинки по времени задержки совпадает с L_2 -сигналом, обусловленным распространением продольных волн через объем клеевого слоя. При низкой амплитуде L_2 сигнала высокая амплитуда LT -сигнала перекроет любые структурные особенности нижней границы клеевого слоя. Визуализация этой границы будет невозможна. В случае неравномерной толщины промежуточного слоя может произойти изменение очередности эхосигналов LT и L_2 (рис. 5.7а) – время задержки LT -сигнала остается неизменным, L_2 -сигнал меняет положение за счет изменения толщины слоя (рис. 5.7б).

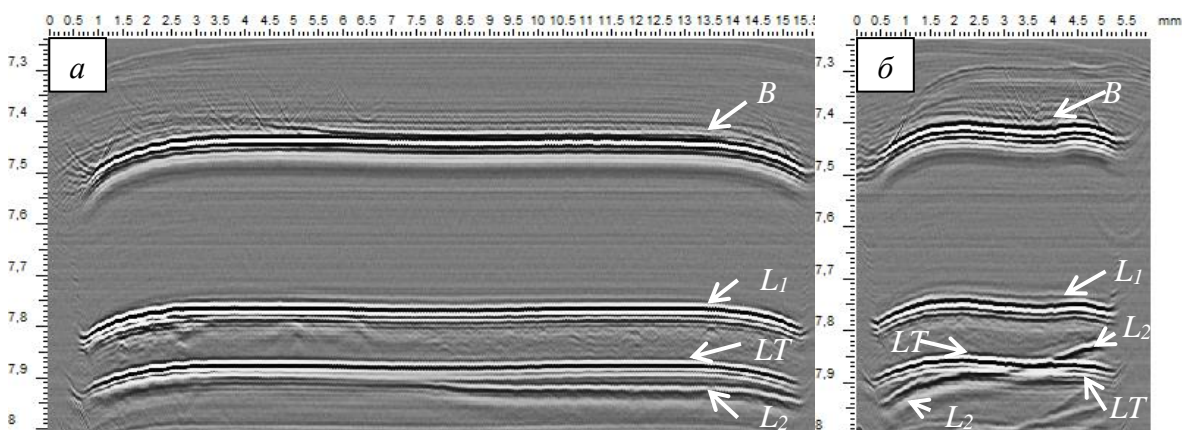


Рис. 5.7. В-сканы клеевого соединения керамики со стеклокерамической облицовкой. Показано наложение LT сигнала верхней керамической пластинки на L_2 сигнал, обусловленного прохождением продольных волн через объем клеевого слоя. Рабочая частота линзы 100 МГц.

Для уменьшения влияния LT -сигнала при построении акустических изображений возможно применение нескольких методик. Одним из способов ухода от LT -сигнала является дефокусирование пучка продольных волн относительно области соединения материалов, что ухудшит разрешение акустических изображений, но

уменьшит амплитуду LT –сигнала; другим вариантом является применение фокусированных пучков поперечных волн для формирования акустических изображений. Последнее имеет ряд достоинств и недостатков, обсуждение этого метода вынесено в отдельный параграф.

Соединительный или клеевой слой выбирается из соображений равенства адгезионных свойств к обоим материалам. Однако даже при идеальном подборе клеевого материала в области соединения могут образоваться дефекты адгезии. Не смачивание клеем одной из керамических пластинок ведет к образованию дефектов соединения и увеличению амплитуды эхосигнала, соответствующего одной из границ клеевого слоя (рис. 5.8б,в). Дефекты адгезии, расположенные на разных сторонах относительно клеевого слоя, имеют разное время задержки и отображаются на С-сканах поочередно. Даже при небольшой толщине слоя ~ 70 мкм фокусированный ультразвуковой пучок с рабочей частотой 100 МГц позволяет регистрировать отдельно стоящие сигналы L_1 и L_2 от близко расположенных границ, что позволяет строить акустические изображения каждой из границ поочередно (рис. 5.8г,д). Отслоения нижней пластинки не видны при визуализации границы дна верхней керамики с клеевым слоем (рис. 5.8г), они проявляются только, когда отображается нижняя граница клеевого слоя. При смещении электронных ворот на сигнал L_2 (рис. 5.8в) дефекты адгезии, расположенные на вышележащей границе, отображаются в виде темных областей (рис. 5.8д). Это связано с теневыми эффектами при работе акустического микроскопа в режиме на отражении. Отслоения, через которые не проник ультразвуковой пучок, формируют в объеме образца акустическую тень. Элементы структуры, расположенные ниже дефекта, толщина которого может составлять всего несколько ангстрем при латеральном размере больше диаметра фокуса d_f , и лежащие в пределах его тени, на акустических изображениях не отображаются.

Теневые методики акустической визуализации хорошо подходят для определения дефектной объемной структуры клеевого слоя (рис. 5.9), когда малая толщина клеевого слоя затрудняет получение отдельного двумерного изображения его внутренней структуры. В таком случае при отображении нижней границы клеевого слоя на акустическом изображении визуализируются тени от крупных включений (пузырьков воздуха) в объеме тонкого промежуточного слоя (рис. 5.9г). Отсутствие отслоений и воздушных пузырьков на изображении верхней границы исключает появление теней на последующих нижележащих С-сканах. Дефекты объемной

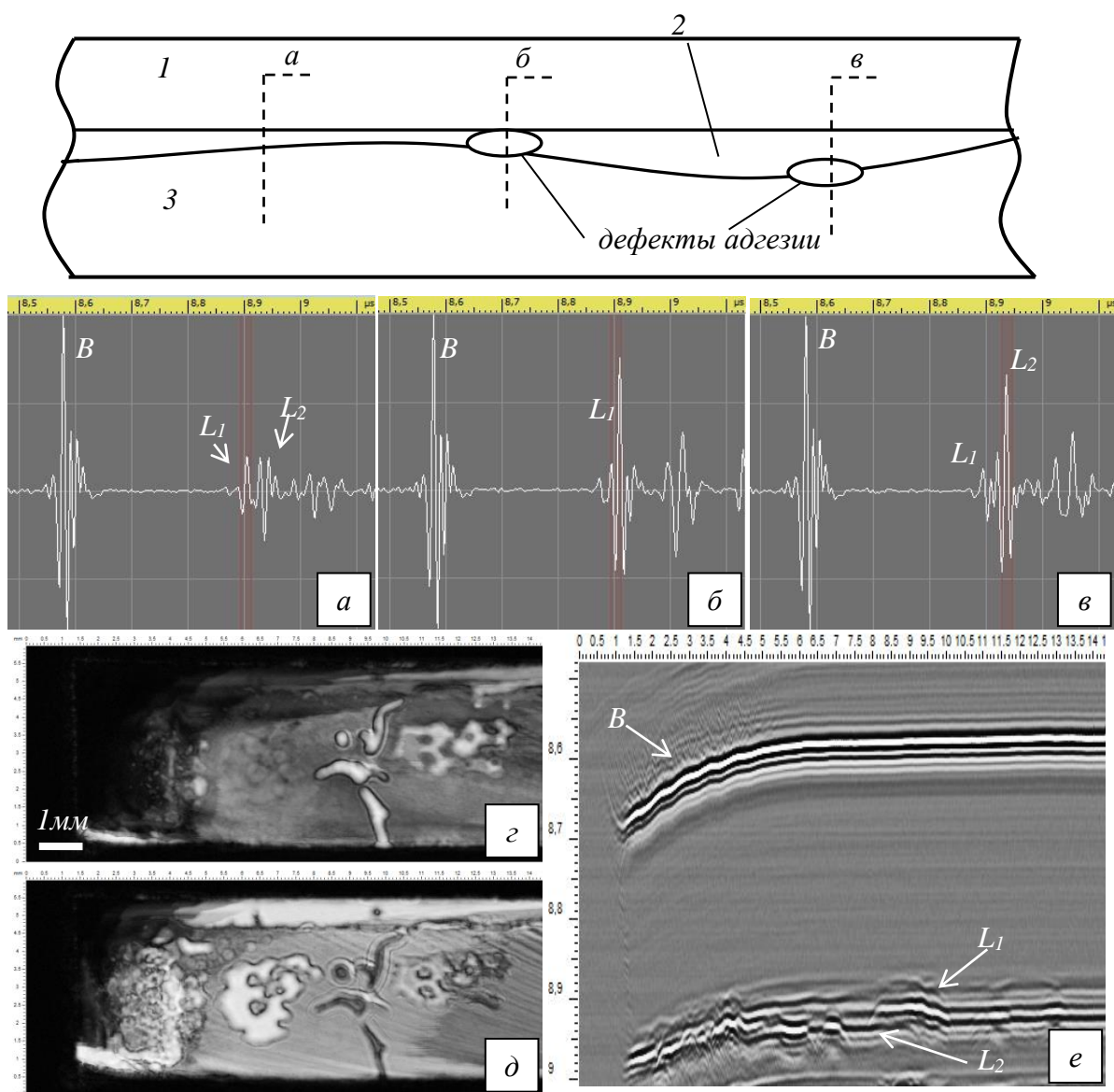


Рис. 5.8. Схематический рисунок дефектов адгезии внутри области клеевого соединения и их акустическая визуализация. Показаны эхограммы на участке с бездефектным соединением керамик (а) и с областью потери адгезии на верхней (б) и на нижней (в) границе клеевого слоя. Максимальные амплитуды эхосигналов L_1 или L_2 достигаются при наличии дефектов адгезии на одной из границ слоя. В – эхосигнал, отраженный на поверхности образца, L_1 и L_2 – эхосигналы от верхней и нижней границы клеевого слоя. г) С-скан верхней границы клеевого слоя, д) С-скан нижней границы клеевого слоя. Дефекты адгезии к верхней границе отображаются в виде теней. е) В-скан образца. Близкое расположение сигналов L_1 и L_2 (<50 нс) затрудняет отдельное отображение линий на В-скане. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 14х6 мм.

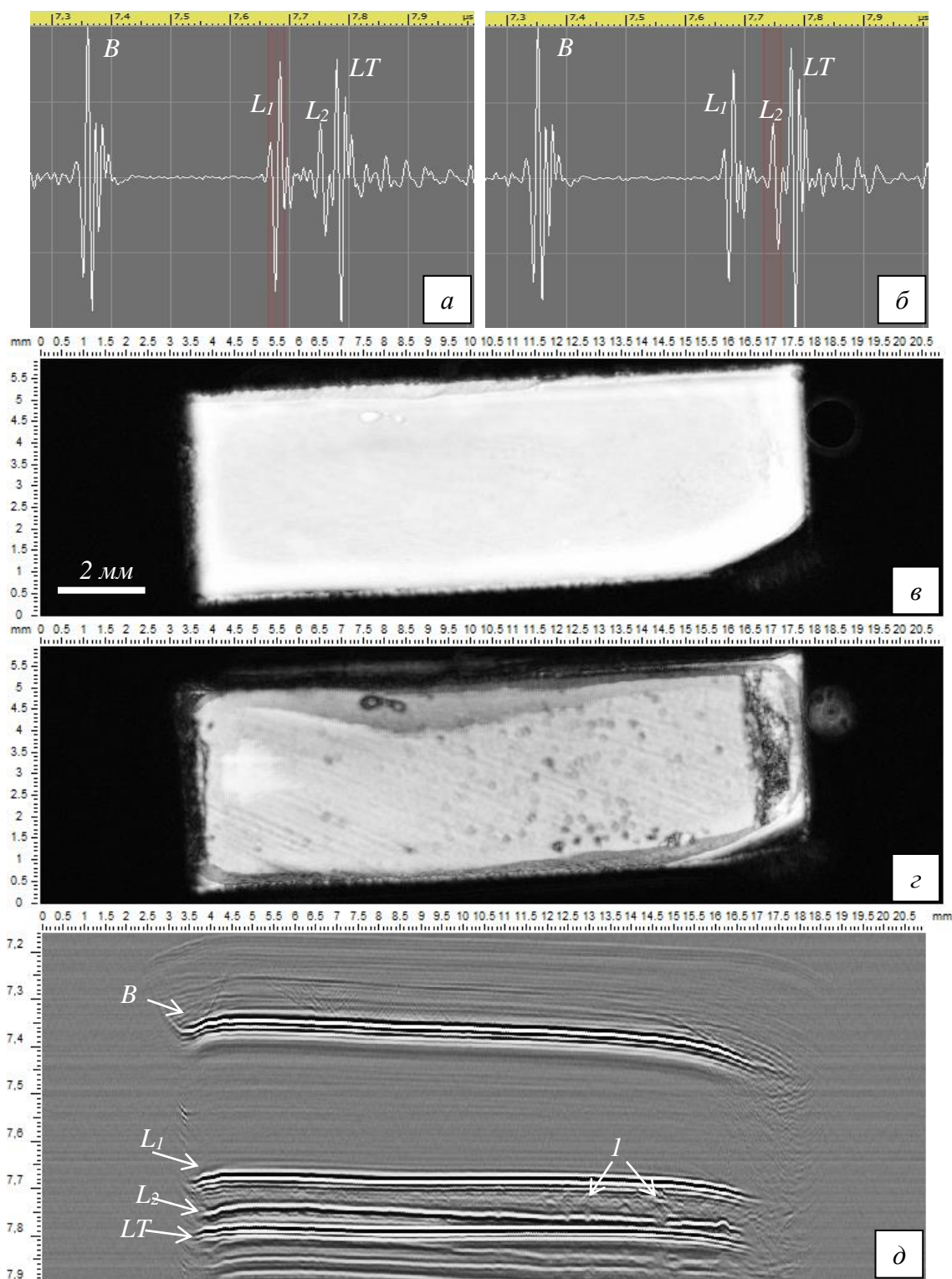


Рис. 5.9. Акустические изображения соединения керамика-стеклокерамика с дефектным клеевым слоем. а), б) эхограммы образца и положения электронных ворот при отображении верхней и нижней границы клеевого слоя; в) С-скан верхней границы клеевого слоя с керамикой; г) С-скан нижней границы клеевого слоя со стеклокерамикой. Видны многочисленные тени от дефектов объемной структуры клеевого слоя. д) В-скан образца. Между сигналами L_1 и L_2 видны отражения (1) от внутренних дефектов соединительного слоя. Рабочая частота линзы 100 МГц.

структуры клеевого слоя на В-скане (рис. 5.9д) отображены в виде точечных отражателей между линиями, сформированными сигналами L_1 и L_2 . Наблюдается тенденция образования внутренних дефектов с увеличением толщины клеевого слоя.

Еще одним примером использования теневой методики является визуализация структуры тонких соединительных слоев с мелкозернистой (пористой или зернистой) структурой. Например, при формировании промежуточного слоя в области соединения стеклокерамика-металл (рис. 5.10). В этом случае за счет химического взаимодействия стеклокерамической и металлической поверхностей образуется соединительный слой с пористой структурой. Такое внутреннее строение связано с мелкозернистой структурой самой керамики – слабое отличие акустических импедансов на границе стеклокерамики с соединительным слоем формирует низкую амплитуду отраженного сигнала L_1 . С-скан границы (рис. 5.10г) показывает наличие в промежуточном слое воздушных пор (1), тени от которых видны на изображении границы с металлической поверхностью (рис. 5.10д). Зернистая структура слоя прослеживается в виде локального, точечного изменения амплитуды сигнала и соответственно яркости точек на изображении. Вся площадь соединения с металлом выглядит, как шероховатая поверхность, на фоне которой видны обширные области отслоения (2). На В-скане прослеживаются линии, формирующие границы стеклокерамики, промежуточного слоя и металлической пластинки. Зигзагообразная линия от дна металлического основания говорит о распределении упругих свойств по объему металла [62]. При исследовании области соединения стеклокерамика-металл через объем металлической пластинки структура сплава будет негативно сказываться на визуализации зоны контакта. Одновременное и равномерное отображение всей зоны контакта при резких скачках скоростей звука от зерна к зерну ($\Delta\tau \sim 150$ нс при ширине электронных ворот $20 \div 40$ нс) будет невозможно. Помимо этого различие акустических импедансов от одного участка (зерна металла) к другому повлечет к затруднению интерпретации областей хорошей и плохой адгезии по всей площади соединения, а широкие межзеренные границы и внутренние дефекты металлической пластинки [62] создадут обширные тени на изображениях. Из вышесказанного следует, что акустическая визуализация такого рода соединений возможна только через объем стеклокерамического материала.

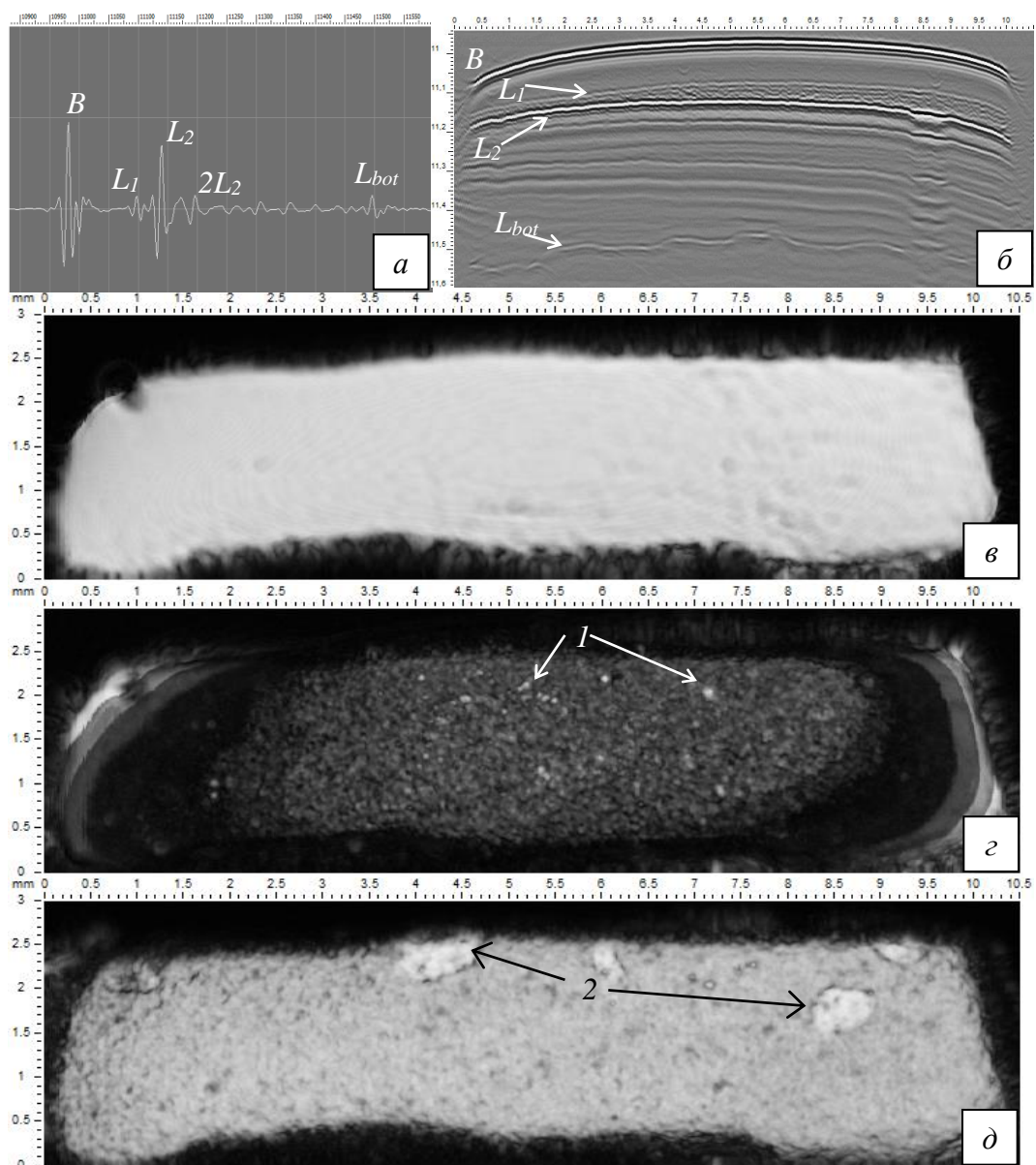


Рис. 5.10. Акустические изображения области соединения стеклокерамика-металл. На границе между материалами зафиксировано образование соединительного слоя (буфера). а) эхограмма в центральной части образца: B - эхосигнал, отраженный на поверхности образца; L_1 - эхосигнал от границы керамика-буфер, L_2 - эхосигнал от границы буфер-металл; $2L_2$ - двойное переотражение продольных волн внутри соединительного слоя; L_{bot} - эхосигнал от дна металлической пластинки; б) B -скан образца; зигзагообразная линия L_{bot} свидетельствует неоднородным объемным упругим характеристикам металлической пластинки; в) изображение верхней поверхности стеклокерамики; г) C -скан верхней границы соединительного слоя (L_1 сигнал); д) C -скан границы соединительного слоя с металлической поверхностью. 1 - поры в объеме соединительного слоя, 2 - отслоения. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 3×10.5 мм.

5.3.3. Взаимодействие пучка с участками частичного контакта

Особый интерес на границе соединения представляют участки с частичным контактом. Частичный контакт образуется многочисленными мелкомасштабными участками прочного соединения, разделенными областями нарушения сплошности. Области качественного контакта могут образовывать связные области со сложной геометрией, или быть топологически независимыми и разбиваться на множество несвязанных между собой участков. В любом случае характерные латеральные размеры отдельных микроучастков такой структуры лежат в микронном, субмикронном или, даже, в нанометровом диапазоне, и всегда много меньше длины волны зондирующего ультразвука. Причина сложной геометрии контакта связана с состоянием контактирующих поверхностей до формирования их соединения – шероховатостью и микрорельефом, химическим состоянием поверхностей (пленки окислов, пленки ПАВ, покрытия и т.п.). В зоне частичного контакта имеет место комбинированное взаимодействие ультразвука с границей раздела – на микроучастках с полным контактом происходит как отражение падающего возбуждения, так и его прохождение в ниже расположенную среду; на малых участках с потеряннным контактом происходит только отражение. В результате, эффективный коэффициент отражения R должен возрасти по сравнению с его величиной R_L на идеальном контакте (5.22), но оставаться меньше единицы – значения R при отсутствии контакта между средами.

$$|R_L| \leq |R| \leq 1. \quad (5.24)$$

На рис. 5.11 представлены акустические изображения зоны частичного контакта на границе соединения керамика–стеклокерамика с тонким буферным слоем. На участке частичного контакта (г) падающий зондирующий ультразвук также, как и в области хорошего контакта (в) и (д), возбуждает и отраженное, и проходящее излучение. Только в этом случае величина отраженного и прошедшего сигналов определяется не столько упругими характеристиками соприкасающихся сред, сколько структурой и характеристиками зоны соприкосновения, в первую очередь, долей суммарной площади микроучастков с потерянной адгезией к общей площади контакта внутри фокального пятна. Измерение амплитуды отраженного сигнала L_I позволяет оценить эту долю для участка частичного контакта на поверхности соединения, через который проходит зондирующий ультразвуковой пучок.

В случае присутствия клеевого слоя между материалами на участках хорошего и частичного контакта различия могут наблюдаться в амплитудах обоих эхосигналов L_I и

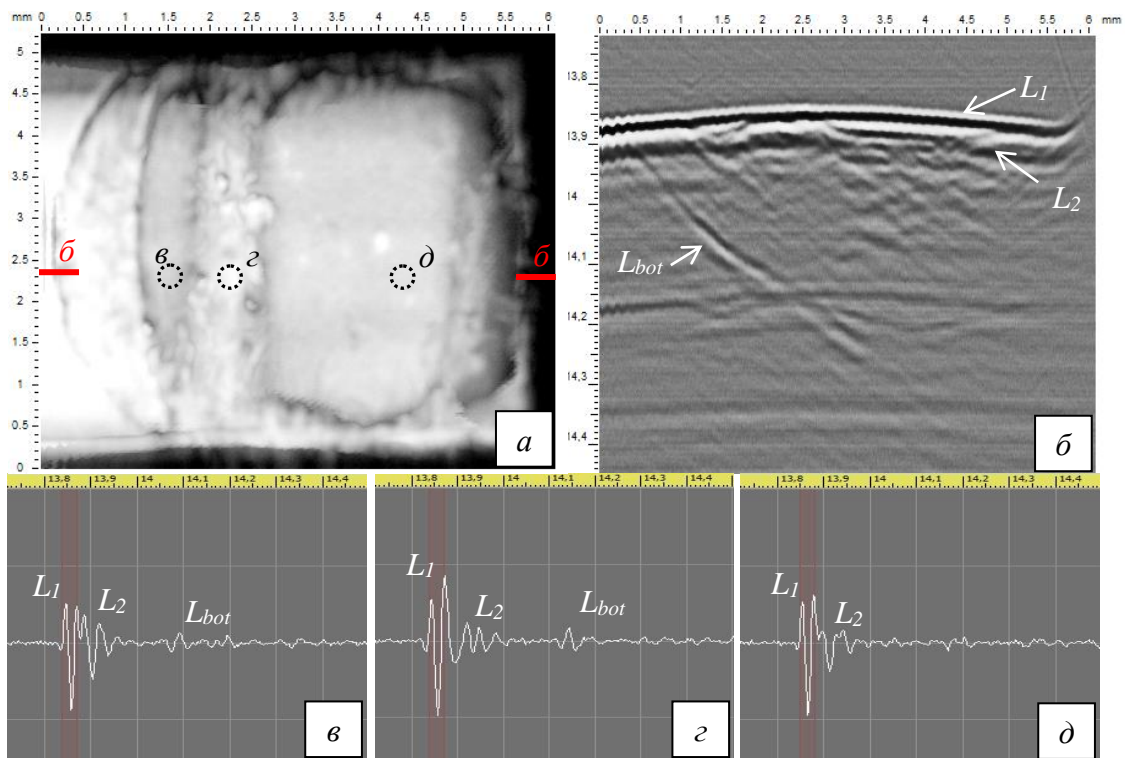


Рис. 5.11. Акустическая визуализация участка частичного контакта в области соединения керамика–стеклокерамика с тонким буферным слоем. а) С-скан границы соединения, показано чередование участков хорошей адгезии (в) и (д) с областью частичного контакта (з); б-б положение В-скана. б) В-скан образца; L_1 и L_2 близкорасположенные границы буферного слоя, L_{bot} – линия, сформированная отражением от криволинейной поверхности дна образца. в), д) осциллограммы, полученные на участках с хорошим контактом; г) эхограмма в зоне частичного контакта – частичному прохождению ультразвука через границу свидетельствует рост амплитуды L_1 при низкой амплитуде L_2 . Рабочая частота линзы 50 МГц.

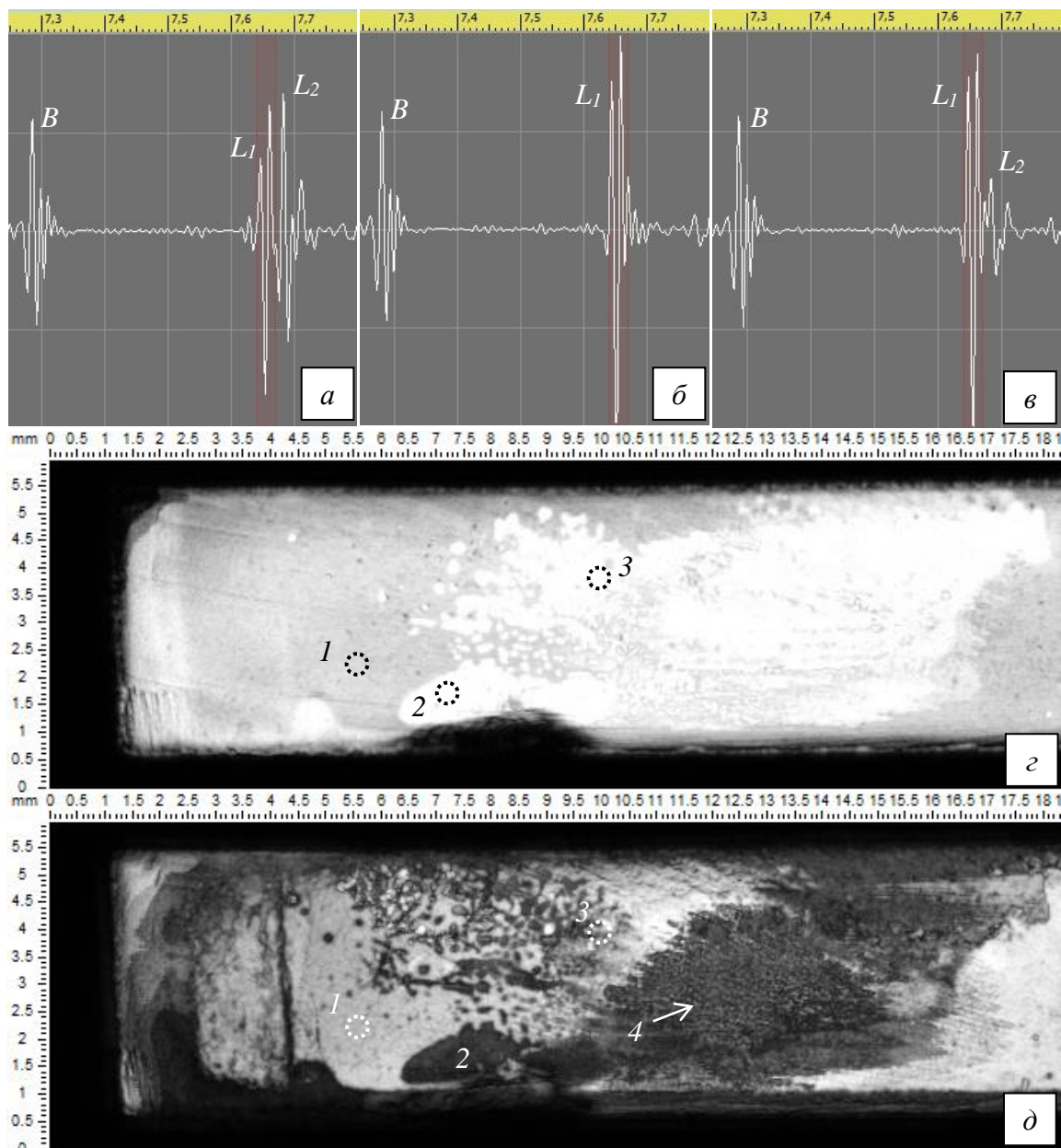


Рис. 5.12. Акустическая визуализация участков частичного контакта на границе соединения керамика-стеклокерамика с клеевым слоем. а) Эхограмма, соответствующая участку хорошего контакта (1); б) эхограмма на участке отслоения (2); в) эхограмма участка с частичным контактом (3); амплитуда L_1 сигнала сопоставима с эхосигналом на участке с полной потерей адгезии (2), также наблюдается 3-х кратное уменьшение амплитуды L_2 сигнала. г) С-скан верхней границы клеевого слоя; д) С-скан нижней границы клеевого слоя. Наблюдаются дендритные дефекты внутренней структуры клеевого слоя, между которой находятся небольшие участки частичного контакта (3). Обширная область частичного контакта видна в центральной части изображения (4). Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 18.5x6 мм.

L_2 , отраженных на верхней и нижней границах клеевого слоя. Когда оценка частичного контакта по L_1 сигналу не представляется возможным из-за одинаково высокой амплитуды отраженного сигнала на всем дефектном участке, оценка качества контакта может проводиться по величине L_2 сигнала – его амплитуда тем выше, чем меньше дефектов адгезии на верхней границе клеевого слоя и соответственно, больше энергии пройдет через неё. На рис. 5.12 представлены изображения области соединения, в которой область отслоения и участки частичного контакта имеют практически идентичную амплитуду сигнала L_1 (рис. 5.12б,в). Распознать различия в степени адгезии на таких участках С-скана (рис. 5.12г) не возможно. Присутствие L_2 сигнала на эхограммах (рис. 5.12а,в) и изображение нижней границы клеевого слоя под дефектными областями (рис.5.12д) позволяет говорить о присутствии и расположении участков частичного контакта (3) и (4) на границе верхней керамики с клеевым слоем. Показано, что масштабность участков частичного контакта различается. Размер чередующихся участков хорошей и плохой адгезии в зоне (4) составляет несколько сотен микрон, такое распределение отчетливо визуализировано на С-скане нижней границы (рис. 5.12д). В то же время большая часть области (3) имеет монотонный серый окрас, с яркостью ниже, чем на участке хорошей адгезии (1), но выше чем на участке отслоения (2). Амплитуда L_2 сигнала на участке (3) почти в 3-раза ниже, чем амплитуда соответствующего сигнала на участке (1). Отсутствие сигнала L_2 , отраженного на нижней границе клеевого слоя на участке (2), свидетельствует отслоению на верхней границе клеевого слоя в данной области. Правильная интерпретация механизмов акустического контраста на изображениях является ключевым фактором при качественной оценке границ соединений, обладающих участками с разнородной адгезией между материалами.

5.4. Формирование двумерных акустических изображений области соединения с помощью пучков продольных и поперечных волн в объеме материала

Зондирующий пучок после преломления на границе иммерсия-образец формирует в объеме керамики две фокальные области, сформированные продольными L и поперечными T волнами. Эффективное проникновение зондирующего ультразвука в объем плотной керамики и большое фокусное расстояние применяемых акустических линз позволяет поочередно сфокусировать на границе соединения пучки поперечных, а затем продольных волн. Как результат выходной сигнал для системы керамика-клей-

стеклокерамика может включать в себя парные L_1 , L_2 или T_1 , T_2 сигналы, отраженные от верхней и нижней границы клеевого слоя. Также помимо этих сигналов, будут присутствовать LT сигналы, обусловленные конверсией мод, и $2L$ – сигналы двойного переотражения продольных волн в объеме верхней пластинки. В итоге при взаимодействии фокусированного пучка границей соединения расположенной на глубине 1 мм от поверхности верхней керамической пластинки выходной сигнал будет содержать семь эхосигналов в узком временном интервале ~ 350 нс (рис. 5.13а,г). Поочередная фокусировка зондирующих пучков и отсутствие кратных соотношений толщин пластинок керамики и клеевого слоя, при которых могут совпадать времена задержки L_2 и LT сигналов (рис. 5.7), либо сигналов T_1 и $2L$, позволяют интерпретировать принимаемые эхосигналы и формировать на их основе акустические изображения. Сравнивая попарно амплитуды эхосигналов L_1 и L_2 (рис. 5.13а) или T_1 и T_2 (рис. 5.13г) на участках хорошей адгезии можно судить о сродстве акустических импедансов клеевого слоя с верхней и нижней керамической пластинкой – величина L_2 в несколько раз выше L_1 , соответственно, акустический импеданс среднего слоя близок к значению в верхней керамике. Аналогичная ситуация с эхосигналами T_1 и T_2 . На акустических изображениях области соединения, построенных по амплитудам эхосигналов, яркость основной зоны контакта (область хорошей адгезии) для верхней и нижней границы клеевого слоя также значительно различаются – яркость нижней границы клеевого слоя выше (рис. 5.13). На изображениях видно, что точечные (1) и протяженные (2) участки потери адгезии и участки частичного контакта (3) присутствуют только на верхней границе клеевого слоя (рис. 5.13б,д). Показано, что минимальные размеры элементов структуры границы соединения на полученных изображениях сопоставимы с теоретическими оценками (п. 5.1.) разрешающей способности для пучков продольных и поперечных волн. Размер фокального пятна для L волн, в 2 раза больше чем у T волн, 230 мкм против 100 мкм соответственно.

Меньшая длина поперечных волн и диаметр фокального пятна позволяют получить заметно выше детализацию и оконтуривание дефектов на С-сканах (рис. 5.13д,е). Точечные дефекты (1) на верхней границе клеевого слоя не оказывают влияние на интенсивность прохождения продольных волн, в то время как, пучок поперечных волн полностью отражается на них, а на С-скане нижней границы образуются тени от точечных дефектов (рис. 5.13в,е). Это связано разной с долей площади дефекта, которую они занимают внутри фокального пятна. С другой стороны, вариации величины амплитуды L_1 -сигнала и яркости дефектной области заметно выше

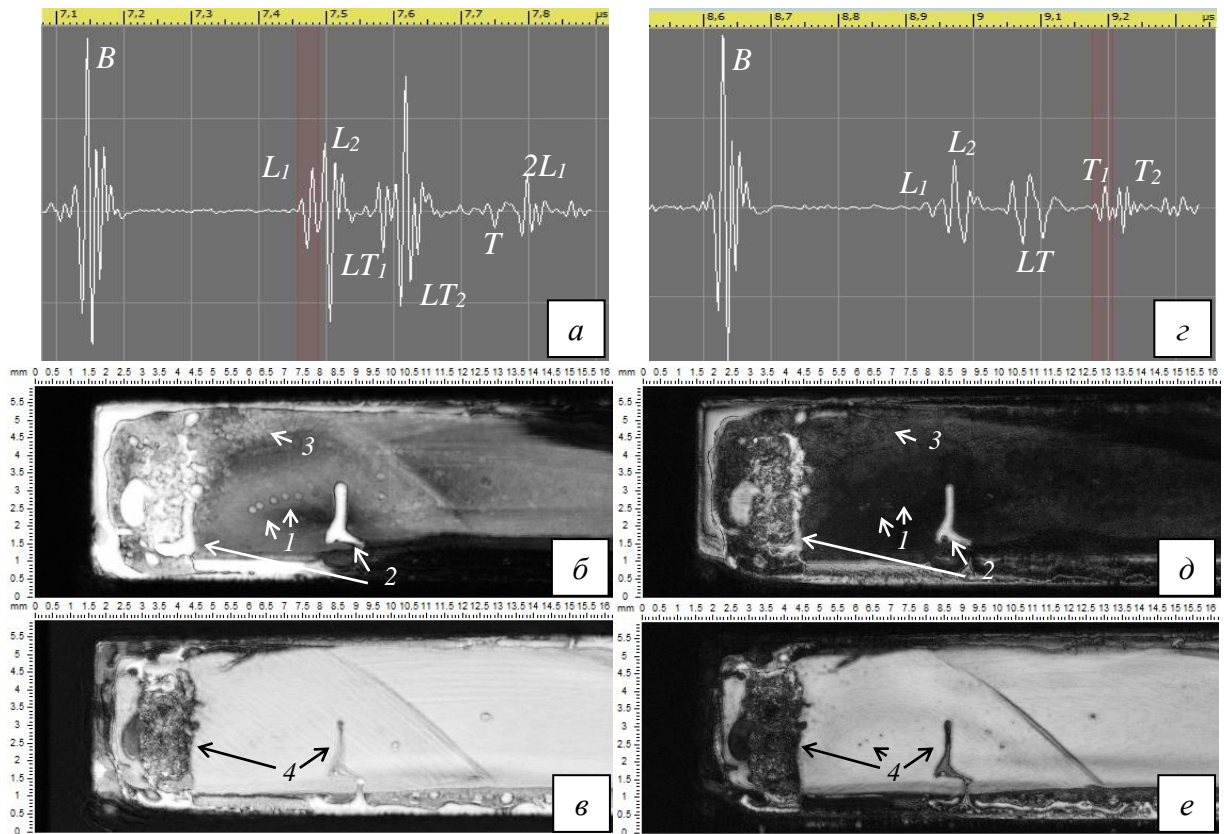


Рис. 5.13. Акустические изображения, полученные при фокусировке продольных и поперечных волн в области соединения керамических материалов. а) Эхограмма, полученная при фокусировке продольных волн; б), в) С-сканы верхней и нижней границы клеевого слоя между керамиками, которым соответствуют сигналы L_1 и L_2 . г) Эхограмма, полученная при фокусировке поперечных волн; д), е) изображения верхней и нижней границы клеевого слоя между керамиками, полученные отражением поперечных волн – сигналы T_1 и T_2 соответственно. Дефекты клеевого слоя к верхней керамической пластинке, отмеченные на С-сканах: 1- точечные дефекты, 2-отслоения; 3- участки частичного контакта; 4- тени дефектов. На С-сканах нижней границы также видны тени от дефектов шлифовки верхней пластины. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 16х6 мм.

чем для T_L -сигнала на том же участке соединения, что говорит о высокой чувствительности пучков продольных волн к дефектам, несмотря на худшее разрешение. Так, например, область частичного контакта (3) на С-скане, сформированном эхосигналами продольных волн (рис. 5.13б), лучше выражена, чем на изображении для T волн. Показано, что данный участок состоит из большого скопления точечных рассеивателей хорошо оконтуренных только пучками поперечных волн (рис. 5.13д). Таким образом, пучки обусловленные распространением T -волн за счет меньшей длины волны и диаметра фокального пятна позволяют получать высокую детализацию границ соединения. Также меньшая скорость T -волн в клеевом слое означает, что временная задержка между эхосигналами от границ слоя будет больше, что обеспечивает доступ к отдельной визуализации границ при небольших толщинах слоя. Однако невысокая амплитуда отраженных сигналов, а для некоторых материалов их полное отсутствие в связи с сильным затуханием T волн, является основным критерием, из-за которого данный тип волн не распространен при акустической визуализации. Преимуществом L -пучка является высокая амплитуда и его хорошая чувствительность к вариациям акустического импеданса на границе соединения за счет вклада в эхосигнал нормальных лучей, обладающих высокой интенсивностью по сравнению с наклонными лучами для пучков T волн. Различия в амплитудах L - и T -сигнала при фокусировке соответствующих пучков на границе между материалами составляет $6 \div 8$ dB. Такое различие позволяет продольным пучкам фиксировать незначительные изменения акустического импеданса при перемещении вдоль границы соединения. Эффективность такого изменения была исследована при визуализации границы соединения керамика-стеклокерамика после пошаговой механической нагрузки (трехточечного изгиба) (рис. 5.14). Показано, что сфокусированные L -пучки позволяют визуализировать формирование и распространение отслоений, которое происходит в результате образования, роста и последующего объединения точечных дефектов адгезии (2), (3) и (4). Фронт образованного отслоения (2) направлен в центральную сторону. Увеличение прикладываемой нагрузки приводит к увеличению размеров и объединению дефектов объемной структуры клеевого слоя, что приводит к образованию как вертикальной (3), так и горизонтальной (4) линии фронта разрушения. Полученные экспериментальные данные показывают высокую чувствительность сфокусированного L -пучка к изменениям структуры границы соединения. Полученные изображения свидетельствуют, что разрушение данного соединения напрямую связано с наличием и концентрацией точечных дефектов как на границах клеевого слоя, так и в его объеме.

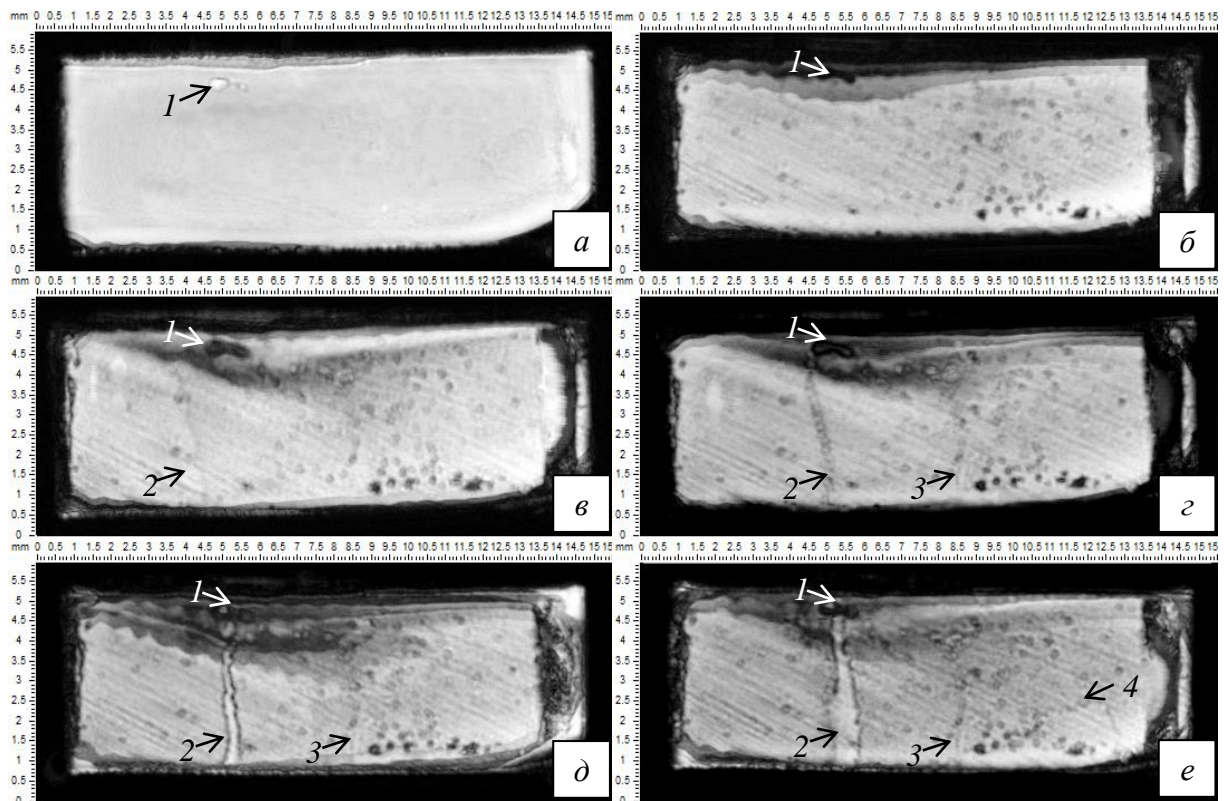


Рис. 5.14. Акустические изображения области соединения при последовательном механическом нагружении (трехточечный изгиб) соединения керамика-стеклокерамика. а) С-скан границы клеевого слоя с верхней керамикой. Изменений в структуре данной границы после нагрузок не выявлено; б)-е) С-сканы соединения клеевого слоя с нижней пластинкой после приложенной механической нагрузки: б) 60 Н; в) 75 Н г) 90 Н; д) 105 Н е) 125 Н. 1- тень от дефекта адгезии к верхней пластинке. 2- образование и рост вертикальной трещины. 3- вертикальная трещина, сформированная по дефектам объемной структуры клеевого слоя. 4- образование горизонтально ориентированной трещины. Изображения получены при фокусировке пучка L-волн. Рабочая частота линзы 100 МГц. Поле сканирования 15.5x5 мм.

В данной главе были рассмотрены результаты экспериментальных исследований взаимодействия фокусированного пучка с основными элементами границы соединения, такими как отслоения и пузырьки воздуха, участки полного и частичного контакта, промежуточные и клеевые слои. Проанализированы особенности формирования выходного сигнала в результате взаимодействия зондирующего пучка внутри фокального пятна с перечисленными структурными элементами границы и принципы интерпретации акустических изображений в области границ раздела. Рассмотрены возможности использования для визуализации границы пучков не только продольных, но и поперечных волн, образующихся за счет конверсии мод при прохождении зондирующего пучка границы раздела иммерсии и образца.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе представлены результаты теоретического и экспериментального анализа взаимодействия импульсов фокусированного ультразвука с элементами микроструктуры в объеме твердых материалов и на границах их соединения. На примере современной плотной керамики показана высокая эффективность применения фокусированного ультразвука для характеристики пористой микроструктуры и упругих свойств материалов. Изучены механизмы взаимодействия фокусированных пучков с элементами микроструктуры границ соединений и принципы интерпретации их акустических изображений.

Основные результаты могут быть сформулированы следующим образом.

1. Важную роль в формировании акустических изображений объемной микроструктуры материалов играет излучение, рассеянное на малоразмерных ($<\lambda$) структурных элементах и включениях. Размер регистрируемых элементов зависит от типа рассеивателя, чувствительности акустического микроскопа, множителя, обусловленного коэффициентами отражения и прохождения на границе иммерсия-образец, и глубины рассеивателя в объеме образца.

Экспериментально продемонстрирована эффективность акустической микроскопии для выявления малоразмерных мягких рассеивателей (пор и газовых пузырьков с размерами до нескольких микрон) в объеме плотных керамик.

2. Экспериментально показана эффективность использования импульсного фокусированного ультразвука для измерения локальных величин скоростей продольных и поперечных упругих волн, упругих модулей и их распределения по объему образца. На основе локальных упругих измерений в образцах циркониевой и корундовой керамики были

изучены зависимости скоростей продольного и поперечного звука от степени пористости, размера зерен и типа их кристаллической модификации.

Показано, что увеличение пористости приводит к уменьшению скорости продольных волн в керамике. Величина упругих модулей в меньшей степени зависит от скорости звука и связана с вариациями плотности образцов.

Показано, что значения скоростей распространения звуковых волн увеличиваются с ростом зерен в керамиках. Кристаллическая модификация керамик существенно влияет на изменения в скоростях распространения объемных волн.

3. Сходящийся зондирующий пучок в объеме материала является источником вторичного излучения, образуемого за счет дифракции на уединенных элементах структуры, расположенных выше или ниже фокальной плоскости зондирующего пучка. Импульс дифрагированного излучения регистрируется приемником со смещенным временем задержки, зависящим от положения рассеивающего элемента относительно фокальной плоскости и оси зондирующего пучка. Прием излучения приводит к искажению отображаемых на В- и С-сканах контуров элементов внутренней структуры, расположенных вне фокальной плоскости линзы в объеме образца.

4. Предложен новый подход для теоретической оценки пространственного разрешения сходящихся ультразвуковых пучков ($\theta_m \leq 11^\circ$) при визуализации микроструктуры внутренних границ в объеме материала. Прием максимума эхосигнала от произвольной плоскости в объеме твердого материала и визуализация её структуры обеспечивается эффективной апертурой пучка, определяемой отношением скоростей звуковых волн, характеризующим эффекты преломления при входе зондирующего пучка из иммерсии в образец, а также соотношением между длиной волны λ_α зондирующего ультразвука в образце и глубиной

залегания h отображаемой границы. С увеличением глубины эффективная апертура уменьшается пропорционально $\sqrt[4]{h}$.

Латеральное пространственное разрешение при формировании изображения структуры на глубине h определяется размером 1-ой зоны Френеля $2 \cdot r_a$. В отличие от стандартного релеевского разрешения, задаваемого длиной волны λ_a зондирующего излучения, разрешение при акустической визуализации в объеме пропорционально дробной степени длины волны в материале и глубины визуализируемой границы в объеме образца $r_a \propto \lambda_a^{3/4} \cdot h^{1/4}$.

При малых глубинах залегания отражающей поверхности, сравнимых с длиной волны зондирующего ультразвука, эффекты рефракционных aberrаций оказываются пренебрежимо малыми. Латеральное разрешение в этом случае определяется дифракционными эффектами и описывается критерием Рэлея для зондирующего пучка в иммерсии.

5. Визуализация элементов внутренней структуры может обеспечиваться фокусированными пучками продольных и поперечных волн. Пространственное разрешение пучков, определяемое длиной волны для различных волновых мод (продольных L или поперечных T) заведомо лучше для поперечных волн, обладающих меньшей скоростью распространения. Пучки поперечных волн, возбуждаемые только за счет наклонных компонент пучка, характеризуются большими рефракционными aberrациями. Зондирующий импульс продольных волн, обеспечиваемый параксиальной составляющей пучка, обладает большей интенсивностью и чувствительностью при обнаружении и оконтуривании отслоений и участков частичного контакта на границе соединения материалов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Schmerr L., Song Jung-Sin. Ultrasonic Nondestructive Evaluation Systems. Models and measurements. Springer. 2007. 602 p.
2. Vijaya Kumar R.L., Bhat M.R., Murthy C.R.L. Evaluation of kissing bond in composite adhesive lap joints // Int. J. Adhesion & Adhesives. 2013. № 42. P. 60-68.
3. C. B. Scruby, and L.E. Drain. Laser-ultrasonics: techniques and applications. CRC Press. 1990. 462p.
4. P. Pugalendhi & D. Veerarju. Use of Phased Array Ultrasonic Testing (PAUT) & Time Of Flight Diffraction (TOFD) in Lieu of Radiography Testing on ASME U Stamp Pressure Vessel fabrication Projects. Proceedings of Singapore International NDT Conference & Exhibition 2013.
5. Ghaffari, B., Dekam, J., Haddix, K., Lazarz, Titov S., Maev R. Nondestructive Evaluation of Adhesively-Joined Aluminum Alloy Sheets Using an Ultrasonic Array, SAE Technical Paper 2015-01-0702, 2015, doi:10.4271/2015-01-070.
6. J.A. Hildebrand, D. Rugar, R.N. Johnston, C.F. Quate. Acoustic microscopy of living cells. Proc. NatL. Acad. Sci. USA. Biophysics. 1981. Vol. 78(3). pp.1656-1660.
7. O.V. Kolosov, V.M. Levin, R.G. Mayev, T.A. Senjushkina. The use of acoustic microscopy for biological tissue characterization. Ultrasound in medicine and biology. 1987. V. 13(8). P. 477-483.
8. T. Kundu, J. Bereiter-Hahn, I. Karl. Cell property determination from the acoustic microscope generated voltage versus frequency curves. Biophysical Journal. 2000. V. 78. P. 2270-2279.
9. S. Bumrerraj, J. L. Katz. Scanning Acoustic Microscopy Study of Human Cortical and Trabecular Bone. Annals of Biomedical Engineering. 2001. V. 29(12). P. 1034-1042.
10. Y. Tanaka, Y. Saijo, Y. Fujihara. et.al. Evaluation of the implant type tissue-engineered cartilage by scanning acoustic microscopy. Journal of Bioscience and Bioengineering. 2012. V. 113(2), 252-257.
11. E. Kolodziejczyk, J.M. Saurel, J. Bagno, J. Attal, M.R. Fernandez-Graf, A. Saied. Transmission acoustic microscopy of tissue section (1GHz). Histochemistry. 1988. V. 88. P.165-169.
12. Lemons R. A., Quate C. F. Integrated circuits as viewed with an acoustic microscope. Appl. Phys. Lett. 1974. V. 25(5). P. 251 - 253.
13. Lemons R.A., Quate C.F. Acoustic microscopy - scanning version. Appl. Phys. Letter. 1974. V. 24(4). P.163-166.

14. G.S Kino, Acoustic waves: devices, imaging and analog signal processing, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1987 (Г.Кайно, Акустические волны. Устройства, визуализация и аналоговая обработка сигналов. М., Мир, 1990).
15. Yamanaka K. Surface acoustic wave measurement using an impulse converging beam. JAP. 1983. V.54. P. 4323-4329.
16. H.L. Bertoni, N.Tamir. Unified theory of Rayleigh-angle phenomena for acoustic beams at liquid-solid interfaces. Appl. Phys. 1973. v.2(4). pp. 157 -172.
17. W. Parmon, H.L. Bertoni. Ray interpretation of the material signature in the acoustic microscope. Electron. Lett. 1979. v.15(21). pp. 684-686.
18. Gilmore R.S., Tam K.C., Young J.D., Howard D.R. Acoustic microscopy from 10 to 100 MHz for industrial applications // Phil. Trans. Royal Soc. Lond. 1986. V. 320. P. 215 235
19. I.R.Smith, R.A. Harvey, D.J.Fathers, An acoustic microscope for industrial applications. IEEE Trans. Sonics Ultrason, 1985, SU-32(2), 274-288.
20. R.G. Maev. Acoustic Microscopy: Fundamentals and Applications. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2008.
21. He Guochao, Ding Jinwen, Levin V.M., Dong Lanfang, Bogachenkov A.N., Li Kang, Yao Chuanming, Zakutailov K.V., Petronyuk Yu.S., Li Feng, Morokov E.S. Three Dimensional Acoustical Imaging Based on Isosurface Technique for Bulk Material //Sensors & Transducers Journal. 2013. V. 156 № 9. P. 168-175.
22. Zinin P.V., Arnold W., Weise W. Berezina S. Ultrasonic and Electromagnetic NDE for Structure and Material Characterization. Theory and Applications of Scanning Acoustic Microscopy and Scanning Near-Field Acoustic Imaging. CRC press. 2012. P. 611 688.
23. Petronyuk Yu.S., Morokov E.S., Levin V.M., Methods of Pulsed Acoustic Microscopy in Industrial Diagnostics. Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, 2015, Vol. 79, No. 10, pp. 1268–1273.
24. V.M. Prokhorov, G.I. Pivovarov, V.M. Levin, E.S. Morokov. Internal cracks distribution in hot-pressed and spark plasma sintered nanostructured Bi₂Te₃-based thermoelectrics: acoustic microscopy versus optical microscopy. Material Science and Engineering #42 2012.
25. V. Levin, Y.S. Petronyuk. Ultra resolution in acoustic imaging of bulk microstructure in solids. Physics Procedia, 70, 631 (2015).
26. Berezina S.I., Blank V.D., Levin V.M., Prokhorov V.M. Observation of ultrasound velocity gradient in fullerene ceramics by acoustic microscopy. Ultrasonics. 2000. V.38(1-8). P.327-330.

27. E.S. Morokov, V.M. Levin, Yu.S. Petronyuk, L.I. Podzorova, A.A. Il'icheva, I.Yu. Lebedenko, S.V. Anisimova. Acoustic microscopy for visualization and evaluation of ceramic-ceramic contact zone. *Physics Procedia*. 2015. Vol.70. pp. 652-655. DOI information: 10.1016/j.phpro.2015.08.068.
28. Nagy P.B. Ultrasonic detection of kissing bonds at adhesive interfaces.// *J. Adh. Sci. Technol.* 1991. V. 5. P. 619-630.
29. Margetan F.G., Thompson R.B., Rose J.H., Gray T.A. The interaction of ultrasound with imperfect interfaces: experimental studies of model structures//*J.NDE*. 1992.№11. P.109-126.
30. A. Oosterkamp, L. D. oosterkamp, A. Nordeide. 'Kissing Bond' Phenomena in Solid-State Welds of Aluminum Alloys. *Welding Journal*. 2004. #8. P.225-231.
31. P. N. Marty, N. Desai, J. Andersson. NDT of kissing bond in aeronautical structures. *Proceeding of 16th World Conference on NDT. Aerospace*. 2004. 193. p.1-8.
32. D.D. Palmer, D. K. Rehbein, J. F. Smith, O. Buck. Nondestructive characterization of the mechanical strength of diffusion bonds. I. Experimental results.*J. Nondestr. Eval.*, 7(3-4), 153, 1988.
33. P. B. Nagy, L. Adler. Ultrasonic NDE of Solid-State Bonds: Inertia and Friction Welds. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 1988. Vol. 7. P.199-215.
34. S. Rokhlin, M. Hefets, and M. Rose, An ultrasonic interface wave method for predicting the strength of adhesive bonds, *J. Appl. Phys.* 1981. 52. P. 2847-2851.
35. Rokhlin S., Hefets M., Rose M. An ultrasonic interface wave method for predicting the strength of adhesive bonds // *J. Appl. Phys.* 1981. № 52. P. 2847 2851.
36. Light G.M., Hegeon Kwun. Nondestructive evaluation of adhesive bond quality // *NDT information analysis center*. 1989. P. 48.
37. Derby B., Briggs G.A.D., Wallach E.R. Non-destructive testing and acoustic microscopy of diffusion bonds //*J. Mater. Sci.* 1983. №18. P. 2345 2353.
38. S. Sokolov, USSR Patent no. 49 (Aug. 31, 1936), British Patent no. 477,139, 1937, and U.S. Patent no. 2,164,175, 1939.
39. J. A. Cunningham, C. F. Quate, Acoustic interference in solids and holographic imaging, in *Acoustical Holography*, vol.4. G. Wade, Ed., New York: Plenum, 1972, pp. 667–685.
40. A. Makovski, *Medical Imaging Systems*, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1985.

41. N. Hsu, D. Xiang, G. Blessing. Time-resolved ultrasonic body wave measurements of material anisotropy using a lensless line-focus transducer. Ultrasonics Symposium, 1998. Proceedings. IEEE. V.2. P. 1261 – 1264.
42. Gilmore R.S., Tam K.C., Young J.D., Howard D.R. Acoustic microscopy from 10 to 100 MHz for industrial applications // Phil. Trans. Royal Soc. Lond. 1986. V. 320. P. 215–235.
43. A. Briggs. An Introduction to Scanning Acoustic Microscopy. Microscopy handbooks. V.12. Oxford University Press. 1985. PP.70.
44. J. K. Wang, C. S. Tsai. 1985. Review of progress in quantitative nondestructive evaluation. 1985. V. 4. p. 253-262.
45. Kessler, L.W. Acoustic Microscopy. Metals Handbook, Vol. 17 – Nondestructive Evaluation and Quality Control, ASM International. 1989, pp. 465–482.
46. D. A. Sinclair, I. R. Smith. Dark field acoustic microscopy. Electronics Letters. 1980. V. 16. P. 627 – 629.
47. Denisova L.A., Maev R.G., Leont'ev V.K., Denisov A.F., Greison G.G., Rusanov F.S., Bakulin Elu, Gavrilov Dlu, Grineva T.V. Acoustic microscopy application for the evaluation of restorative materials bonding quality. Experimental investigation. Stomatologiya (Mosk). 2008. #87(2). P.15–24.
48. В.А. Парунов, Д.О. Быков, М.В. Быкова, С.А. Муслев, Е.С. Мороков. Физико-механическое обоснование требований к изготовлению бюгельных протезов с кламмерной системой фиксации из сплавов на основе титана. Cathedra стоматологическое образование №49. 2014. С.28-42.
49. Bond W. L., Cutler C.C, Lemons R.A., Quate C.F: Dark field and stereo viewing with the acoustic microscope, Appl. Phys.Lett. 1975.V. 27. P. 270-272.
50. Ding Jinwen. Принципы формирования и применения ультракоротких зондирующих импульсов. В акустической микроскопии. Диссертация на соискание к.ф. м.н. 2010.
51. I. Y. Solodov. Ultrasonic of non-linear contacts: propagation, reflection and NDE-applications, Ultrasonics, Vol 36, pp 383-390, 1998.
52. Rudenko, O.V., Vu, C.A., 1994. Nonlinear acoustic properties of a rough surface contact and acoustodiagnostics of a roughness height distribution. Acoust. Phys. 40, 593–596.
53. J.-Y. Kim, A. Baltazar. J. W. Hu, S. I. Rokhlin. Hysteretic linear and nonlinear acoustic responses from pressed interfaces. Int.J. of Solids and Structures 43 (2006) 6436–6452.
54. Baik J.M., Thompson R.B. Ultrasonic Scattering from Imperfect Interfaces: A Quasi-Static Model //J. NDE. 1984. V.4. Nos. ¾. P. 177–196.

55. Margetan F.G., Thompson R.B., Gray T.A. Interfacial Spring Model for Ultrasonic Interactions with Imperfect Interfaces: Theory of Oblique Incidence and Application to Diffusion-Bonded Butt Joints // J.NDE. 1988. V.7. Nos. ¾. P. 131-152.
56. Drinkwater B.W., Cawley P. Measuring frequency dependence of the reflection coefficient from interface layers and partial contacts // Ultrasonics. 1997. №35. P.479-488.
57. M. Nikoonahad. Differential amplitude contrast in acoustic microscopy. Applied Physics Letters. 1987. V.51. P. 1687-1689.
58. W. Grill, K. Hillmann, K.U. Würz, J. Wesner. Scanning Ultrasonic Microscopy with Phase Contrast. Advances in Acoustic Microscopy. 1996. V.2. pp 167-218.
59. H. K. Wickramasinghe. Contrast and imaging performance in the scanning acoustic microscope. J. Appl. Phys. 1979. V. 50. P. 664-672.
60. Е.С. Мороков, В.М. Левин, Л.И. Подзорова, А.А. Ильичева, С.И. Березина. Применение импульсной акустической микроскопии для исследования плотных керамик на основе ZrO₂. Учен. зап. физ. фак-та Моск. ун-та. 2014. № 5. 145336.
61. Cobbold R. S. C. Foundations of Biomedical Ultrasound. Oxford University Press. 2007. p. 798.
62. Е.С. Мороков, В.М. Левин. Возможность фазового анализа сплавов Co-Cr методами акустической микроскопии. Труды XIV Ежегодной международной молодежной конференции ИБХФ РАН – ВУЗы. 2014. С. 144-147.
63. C. Passmann and H. Ermert. 150 MHz in vivo ultrasound of the skin: Imaging techniques and signal processing procedures targeting homogeneous resolution. IEEE Ultrason. Symp. Proc., 1994. pp. 1661-1664.
64. Jun Kubota, Junichi Ishii, Soji Sasaki High Resolution Ultrasonic Testing System Using Dynamic Focusing and Signal Correlation. Acoustical Imaging V. 11. 1982. pp 597-608.
65. M. Vogt, H. Ermert. High-resolution ultrasound. Bioengineering of the Skin: Skin Imaging & Analysis CRS press. P. 83-97.
66. Changqing Hong, Xinghong Zhang, Jiecai Han, Songhe Meng and Shanyi Du. Synthesis, Microstructure and Properties of High-Strength Porous Ceramics. Ceramic Materials – Progress in Modern Ceramics. 2012. P. 109-128.
67. J.K. Radhakrishnan, S. S. Kamble, P.P. Krishnapur, V.C. Padaki, T.Gnanasekaran. Zirconia Oxygen Sensor for Aerospace Applications. 2012 Sixth International Conference on Sensing Technology (ICST). IEEE 978-1-4673-2248-5/12. PP. 714-717.
68. I. Vida-Simiti, N. Jumate, V. Moldovan, G. Thalmaier, N. Sechel. Characterization of Gradual Porous Ceramic Structures Obtained by Powder Sedimentation. J.Mater. Sci. Technol., 2012, 28 (4), 362-366.

69. J. Purenović, V. V. Mitić, V. Paunović, M. Purenović. Microstructure characterization of porous microalloyed aluminium-silicate ceramics. *J. Min. Metall. Sect. B-Metall.* 47 (2) B (2011) 157-169.
70. Kai Hui Zuo, Yu-Ping Zeng, Dongliang Jiang. Properties of Microstructure-Controllable Porous Yttria-Stabilized Zirconia Ceramics Fabricated by Freeze Casting. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 5 [2] 198–203 (2008).
71. M. Kulosa, M. Neumann, M. Boe, G. Gaiselmann, V. Schmidt, A. Hartmaier. A New Microstructural Parameter for the Characterization of Porous Ceramics Derived from a Combination of Stochastic and Mechanical Modeling. Preprint submitted to Elsevier January 13, 2015.
72. . Wan, D. Yao, J. Yin, K. Zuo, Y. Zeng. The Microstructure and Mechanical Properties of Porous Silicon Nitride Ceramics Prepared via Novel Aqueous Gelcasting. *Applied Ceramic Technology*. 2015. Vol. 12(5). P. 932–938.
73. R.H. Nielsen, G. Wilfing. Zirconium and Zirconium Compounds. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 2005, Wiley-VCH, Weinheim. doi:10.1002/14356007.a28_543.
74. ZIRCONIA—3rd Edition Vol. 1. Elsevier Science Publishers Ltd, England 1992. ISBN:1-85617-178-7. 140.
75. *Ceramic Materials: Processes, Properties and Applications* Edited by Philippe Boch & Jean-Claude Niepce. ISTE Ltd. 2007.
76. Hanninck R.H.J., Kelly P.M. and Muddle B.C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 2000. 83(3). p. 461-486.
77. L.I. Podzorova, S.A. Titov, A.A. Ilychyova, N.A. Mikhaylina, O.I. Penkova, V.M. Levin, E.S. Morokov. Effect of hydrothermal influence on properties and microstructure of bioinert ceramic Yb-TZP. *Inorganic Materials: Applied Research*. 2016. V 7(1). pp 74-78.
78. S. Tekeli, A. Kayış, M. Gürü. Microstructural, mechanical and electrical properties of alumina-doped cubic zirconia (c-ZrO₂). *J. Solid State Electrochem.* 2008. 12 (7). PP. 791-797.
79. T. K. Gupta, J. H. Bechtold, R. C. Kuznicki, L. H. Cadoff, and B. R. Rossing. Stabilization of Tetragonal Phase in Polycrystalline Zirconia. *J. Mater. Sci.* 1977. 12. P 2421–26.
80. A. H. Heuer and L. W. Hobbs (Eds.), *Advances in Ceramics, Vol. 3, Science and Technology of Zirconia*. Am. Ceram. Soc., Columbus, OH, 1981.
81. N. Claussen, M. Ruhle, and A. H. Heuer (Eds.), *Advances in Ceramics, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia II*. Am. Ceram. Soc., Columbus, OH, 1985.

82. S. Somiya, N. Yamamoto, and H. Yanagida (Eds.), *Advances in Ceramics*, Vol. 24A and B, *Science and Technology of Zirconia III*. Am. Ceram. Soc., Westerville, OH, 1988.
83. *Science and Technology of Zirconia IV: Abstracts*, The First International Ceramic Science and Technology Congress. Am. Ceram. Soc., Westerville, OH, 1989.
84. D. J. Green, R. H. J. Hannink, and M. V. Swain, *Transformation Toughening of Ceramics*. CRC Press, Boca Raton, FL, 1989.
85. S. P. S. Badwal, M. J. Bannister, and R. H. J. Hannink (Eds.), *Science and Technology of Zirconia V*. Technomic, Lancaster, PA, 1993. P.880.
86. S.-K. Chan, Y. Fang, M. Grimsditch, Z. Li, M. Nevitt, M. W. Robertson, E. S. Zouboulis. Temperature Dependence of the Elastic Moduli of Monoclinic Zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.* 1991. 74. P. 1742–44.
87. H. M. Kandil, J. D. Greiner, and J. F. Smith. Single-Crystal Elastic Constants of Yttria-Stabilized Zirconia in the Range 20°C to 700°C, *J. Am. Ceram. Soc.* 1984. 67. P. 341–346.
88. Kisi, E. H.; Howard, C. J. Elastic Constants of Tetragonal Zirconia Measured by a New Powder Diffraction Technique *J. Am. Ceram. Soc.* 1998. 81. P.1682-1684.
89. R.M. German. Coarsening in Sintering: Grain Shape Distribution, Grain Size Distribution, and Grain Growth Kinetics in Solid-Pore Systems. *Rev. Sol. State and Mat. Sci.* 35. P.263–305, 2010.
90. J. Luo, S. Adak, R. Stevens. Microstructure evolution and grain growth in sintering of 3Y-TZP ceramics. *J. Mater. Sci.* 1998. № 33. 5301.
91. F.E. Kruis, K.A. Kusters, S.E. Pratsinis, B. Scarlett. A simple model for the evaluation of the characteristics of aggregate particles undergoing coagulation and sintering. *Aerosol Sci. Technol.* 1993. 19. 514-526.
92. C.A. Bruch. Sintering kinetics for the high density alumina process. *Ceram. Bull.* 1962.41. P 799-806.
93. G. Bernard-Granger, N. Monchalín, C. Guizard. Sintering of ceramics powders: determination of the densification and grain growth mechanisms from the “grain size/relative density” trajectory. *Scripta Materila.* 2007. 57.p 137-140.
94. T.K. Gupta. Possible correlation between density and grain size during sintering. *J. Am. Ceram. Soc.* 1972. 55.p 276-277.
95. B.R. Patterson, Y Liu. Relationship between grain boundary curvature and grain size. *Metall. Trans.* 1992. 23A. P. 2481.
96. J. Luo, R. Stevens. Porosity-dependence of elastic moduli and hardness of 3Y-TZP ceramics. *Ceramics International* 25 (1999) 281-286.

97. McBain J.W., Lee W.B. Adhesives and Adhesion Mechanical Properties of Films of Adhesives. *Ind. Eng. Chem.* 1927. V 19. P. 1005–1008.
98. Rantell A. The influence of surface chemistry on the adhesion of copper deposited on plastic substrates. *Trans. Inst. of Metal Finishing.* 1969. V. 47. P. 197-202.
99. De Bruyne N.A. The nature of adhesion. *Aircraft Eng.* 1939. №18. P.52-54.
100. McLaren A.D., Hofrichter C.H. Theory of adhesion of high polymers to cellulose. *Paper Trade J.* 1947. V.125. P.96-100.
101. C. Kemball Adhesion.1961. V.1. P. 19.
102. A. J. Staverman. Adhesion and Adhesives. 1965. V.1. P. 9.
103. W. C. Wake. Royal Institute of Chemistry Lecture Series 4. 1966. V.1.
104. J. R. Huntsberger. Treatise on Adhesion and Adhesives. 1967. V.1 P.119.
105. Bikerman J.J. The science of adhesive joints, 2 ed., N.Y.-L. 1968.
106. Kendall K. Adhesion: Molecules and Mechanics. *Science.* 1994. № 263. P. 1720-1725.
107. Voyutskii S.S. Autohesion and Adhesion of High Polymers. N.Y.: Interscience 1963.
108. Дерягин Б.В., Кротова Н.А. Адгезия. М.: АН СССР. 1949.
109. Suganuma K., Miyamoto Y., Koizumi M. Joining of ceramics and metals. *Ann. Rev. Mater. Sci.* 1988. № 18. P. 47-73.
110. J. Lemus-Ruiz, C. A. León-Patiño, E. Aguilar-Reyes. Interface behavior during the self-joining of Si₃N₄ using a Nb-foil interlayer. *Scripta Materialia.* 2006. 54. P. 1339–1343.
111. Xie R.J., Huang L.P., Chen Y. and Fu X.R. Evaluation of Si₃N₄ Joints: Bond Strength and Microstructure .*J. Mat. Sci.* 1999. V.34 P. 1783-1790.
112. Turan S., Bucklow I.A., Wallach E.R. Capacitor-discharge joining of oxide ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* 1999. V. 82. P. 1242-1248.
113. Lemoine P., Ferraris M., Salvo M. Vitreous Joining Process of SiCf/SiC Composites. *J. Eur. Ceram. Soc.* 1996. 16. P.1231.
114. Santella M.L. A Review of Techniques for Joining Advanced Ceramics. *Amer. Ceram. Soc. Bull.* 1992. 71. P. 947-954.
115. Binner J.G.P., Fernie J.A., Whitaker P.A. An Investigation into Microwave Bonding Mechanisms via a Study of Silicon Carbide and Zirconia. *J. Mater. Sci.* 1998. № 33. P.3009-3015.
116. Al-Shehri SA, Mohammed H, Wilson CA. *J Prosthet Dent.* 1996. 76. P. 23-28.
117. Isgro G, Pallav P, van der Zel JM. *J Prosthet Dent.* 2003. 90. P. 465-473.
118. Поюровская И.Я. Стоматологическое материаловедение. Учебное пособие. - М.: Издательская группа «ГЭОТАР-Медиа», 2007, 187 стр.

119. Rudenberg H.G. and Rudenberg P.G. Origin and Background of the Invention of the Electron Microscope: Commentary and Expanded Notes on Memoir of Reinhold Rüdénberg // *Advances in Imaging and Electron Physics*. 2010. V.160. P. 171-205.
120. S Berezina, A.A. Il'icheva, L.I. Podzorova, Ş. Țălu. Surface micromorphology of dental composites [CE-TZP] - [AL₂O₃] with Ca⁺² modifier. *Microscopy Research and Technique*. 2015. 78(9). P. 840-846.
121. Munns I.J., Georgious G.A. Non-destructive testing methods for adhesively bonded joint inspection – a review. // *Insight*. 1995. № 37. P. 941-952.
122. Adams R.D., Cawley P. Defect types and nondestructive testing techniques for composites & bonded joints. // *Constr Build Mater*. 1989. №3. P. 170–183.
123. Shepard S.M. Introduction to active thermography for non-destructive evaluation // *Anti-corrosion Methods and Materials*. 1997. №44. P. 236-239.
124. Dürig, U. D., Pohl W., Rohner F. Near-field optical scanning microscopy. *J. Appl. Phys*. 1986. 59(10). P.3318-3327.
125. Courjon, D. *Near-Field Microscopy and Near-Field Optics*. World Scientific Publ. Comp., 2003.
126. Справочник по специальным функциям, под ред. М Абрамовица, и. Стегун, гл. 10, М., Наука, Гл. ред. физ-мат. лит-ры, 1979.
127. Михайлина Н.А., Подзорова Л.И., Румянцева М.Н., Шворнева Л.И., Овчинникова О.А., Анисимова С.В., Лебеденко И.Ю., Лебеденко А.И., Хван В.И. Керамика на основе тетрагонального диоксида циркония для реставрационной стоматологии // *Перспективные материалы*. 2010. № 3. С. 121-125.
128. Глебова Т.Э. IPS e.max серам инструкция по применению. Liechtenstein: Ivoclar Vivadent AG, Schaan. 2008.
129. Giacchi J.V., Fornaro O., Palacio H. Microstructural evolution during solution treatment of Co–Cr–Mo–C biocompatible alloys // *Materials characterization*. 2012. №68. P.49-57.
130. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика. Теория упругости. 4 изд. М.: Наука, 1987.
131. Leucci G., Sileo M., De Giorgi L. High Frequency Sound Waves as Function of the Density and Water Content: Experimental Studies on Calcarene Stones of Southern Apulia. *International Journal of Engineering Research & Science (IJOER)*. 2016 V.2 p. 49-61.
132. H. Carreon, A. Ruiz, J. Zarate, G. Barrera. Ultrasonic velocity measurements in alumina-zirconia ceramic composite system. *Proceedings of 16th World Conference on NDT*. 2004.

133. С.С. Секоян, В.Р. Шлегель, С.С. Бацанов, С.М.Гаврилкин, К.Б. Поярков, А.А. Гурков, А.А. Дуров. Влияние пористости и дисперсности материалов на скорость распространения звуковых волн. Прикладная механика и техническая физика 2009. Т.50. №4. С.121-127.
134. W. Pabst and E. Gregorová. Effective elastic moduli of alumina, Zirconia and alumina-zirconia Composite ceramics. In: Ceramics and Composite Materials: New Research Editor: В.М. Caruta, pp. 31-100.
135. J.B. Wachtman Jr., Elastic deformation of ceramics and other refractory materials, in: Mechanical and Thermal Properties of Ceramics, National Bureau of Standards Spec. Pubi. No 303, 1968, pp.139-168.
136. К.К. Phani, S.K. Niyogi, Elastic modulus±porosity relationship for Si₃N₄, J. Mater. Sci. Let. 6 (1987) 5110515.
137. К.К. Phani, S.K. Niyogi, Elastic modulus±porosity relationships in polycrystalline rare-earth oxides, J. Am. Ceram. Soc. 70 (1987) 362-366.
138. С.Н. Иванов, Е.Н. Хазанов, А.В. Таранов, И.С. Михайлова, В.М. Гропянов, А.А. Абрамович. Характер межзеренных границ и упругие свойства керметов, полученных на основе оксида алюминия и нержавеющей стали. ФТТ. 2001.т.43 №4. С. 639-643.
139. А.А.Каминский, А.В.Таранов, Е.Н.Хазанов. Фононная спектроскопия структуры оксидных кристаллокерамик. Квантовая электроника. 2013. Т.43. № 3. с. 282-287.
140. Ю.Н. Барабаненков, В.В. Иванов, С.Н. Иванов, А.В. Таранов, Е.Н. Хазанов. Исследование нанокерамик на основе оксидов Al и Zr методом тепловых импульсов. ЖЭТФ. 2001. Т. 119. №3 стр. 546-552.
141. Е. А. Анненкова, С.А. Цысарь, О.А. Сапожников. Построение ультразвуковых изображений мягких сферических рассеивателей. Акустический журнал. 2016. 62. с. 167–177.
142. Дж.А. Румелиотис, А.Д. Котсис. Рассеяние звуковых волн на двух сферических телах, одно из которых имеет малый радиус. Акустический журнал. 2007. 53. С. 38-49
143. О.А. Godin. Scattering of a spherical wave by a small sphere: An elementary solution. JASA Express Letters. 2011. 130(4). DOI: 10.1121/1.3629140