

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ПЕРСПЕКТИВНЫХ ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДОВ АКУСТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

Ал.И.Кустов, И.А.Мигель, Ан.И.Кустов\*

*Воронежский военный авиационный инженерный институт*

*394064, г. Воронеж, ул. Старых Большевиков 27*

*\*Воронежский государственный университет*

*394693, г. Воронеж, Университетская пл. 1*

*e-mail: andrey\_kustov@phys.vsu.ru*

Описано применение экспериментальных и теоретических основ акустомикроскопических методов для исследования приповерхностных слоев перспективных материалов. Продемонстрированы обнаружение и характеристика неоднородностей и дефектов методом интерференционных полос. Показана эффективность применения этого метода к эпоксидным, кристаллическим полупроводниковым, композиционным материалам.

Известно, что определяющее влияние на прочностные и упруго-механические свойства твердотельных объектов оказывает их поверхность, наличие, размеры и конфигурация ее структурных составляющих. Выявление и характеристика микровключений, а также их влияние на локальные упругие свойства поверхности, известными способами имеют значительные ограничения. Проблема изучения локальной структуры и упруго-механических свойств перспективных твердотельных материалов может быть решена методами акустической микроскопии.

### Экспериментальные и теоретические основы методов

В предыдущих работах [1,2] достаточно полно были изложены принципы работы сканирующего акустического микроскопа (САМ) и двух основных применяемых методов – визуализации и  $V(Z)$  – кривых. В ряде случаев существует возможность применить и другие эффективные методы исследования. Настоящая публикация посвящена применению метода интерференционных полос. Он позволяет экспериментально, без применения  $V(Z)$  – кривых, рассчитать значения скорости  $v_R$  поверхностных акустических волн (ПАВ) непосредственно по акустическому изображению. Линейность акустических приемников обуславливает появление на акустических изображениях интерференционных полос. Механизмы их возникновения могут быть разнообразными. Самый простой и распространенный из них – эффект клина, возникающий при отклонении отражающей поверхности от плоскостности или при ее наклоне.

Рассмотрим случай, когда полосы обусловлены интерференцией различных частей отраженного излучения. В этом случае они могут быть использованы для количественных оценок акустических параметров образца. Такая возможность в особенности интересна при количественной оценке параметров либо малых включений, либо малых об-



разцов. Механические характеристики таких объектов невозможно ни измерить, ни даже оценить никакими другими методами, кроме акустомикроскопических.

Если выходной акустический сигнал образуется при участии вытекающей волны, вблизи границы раздела или трещины возникает система светлых и темных чередующихся полос, обусловленная интерференцией основного сигнала с сигналом, возбуждаемым отраженной от препятствия вытекающей волной. Выходной сигнал САМ вблизи границы может быть записан в виде:

$$V(x, Z) = A(Z)e^{i\varphi_0(Z)} + V(Z)e^{i\varphi_{ref}(Z)}. \quad (1)$$

Здесь  $A(Z)\exp\{i(\varphi_0(Z))\}$  – основной сигнал на выходе микроскопа. Он не зависит ни от наличия границы, ни от расстояния от нее до фокального пятна. Амплитуда и фаза основного сигнала, естественно, зависят от координаты  $z$ -взаимного положения линзы и поверхности образца по высоте. На основной сигнал накладывается дополнительный сигнал  $V_{ref}(Z)\exp\{i(\varphi_{ref}(Z))\}$  возбуждаемый вытекающими рэлеевскими волнами, отраженными от препятствия. Реальный вклад в выходной сигнал дают только волны, падающие на это препятствие нормально к границе. Дополнительный фазовый сдвиг  $\varphi_{ref}(x)$  обусловлен распространением рэлеевской волны от фокального пятна до препятствия и обратно вдоль направления нормали к границе раздела (координата  $x$ ):

$$\varphi_{ref}(x) = 2 \frac{\omega}{v_R} x. \quad (2)$$

Из обычных волновых представлений следует, что расстояние между соседними светлыми или темными полосами равно половине длины  $\lambda_R$  рэлеевской волны:

$$\Delta x = \lambda_R / 2. \quad (3)$$

Соответственно скорость  $v_R$  определяется выражением

$$v_R = 2v_l \frac{\Delta x}{\lambda_l}, \quad (4)$$

где  $v_l$  – скорость звука в иммерсионной жидкости;  $\lambda_l$  – длина ультразвуковой волны в иммерсии;  $\Delta x$  – расстояние между соседними однотипными полосами.

Следует подчеркнуть, что природа интерференционных полос вблизи границ раздела и препятствий известна. Здесь мы предлагаем использовать наличие полос для измерения, или хотя бы оценки, локальной величины скорости рэлеевских волн в малых объектах.

### Экспериментальные исследования и результаты

Этот метод применен нами для оценки скорости рэлеевской волны в одиночных волокнах нитрида бора внутри керамической матрицы. Диаметр волокон порядка 10-30 мкм. Волокна упакованы параллельно. Среднее расстояние между отдельными волокнами в 5-10 раз больше их диаметра. Образец композита с размером  $5 \times 5 \times 6$  мм<sup>3</sup> был разрезан перпендикулярно ориентированным волокнам, и его срез полирован.

Акустические изображения отдельного волокна и групп волокон (рис. 1) выполнены на частоте 1.8 ГГц. Поле сканирования было минимальным ( $40 \times 65$  мкм<sup>2</sup>), а увеличение максимальным. В качестве иммерсионной жидкости использовалась вода при температуре 60°C. На акустических микрофотографиях хорошо видна системы интерференционных колец. Диаметр волокна на рис. 1 – 30 мкм, среднее расстояние между кольцами равно  $(1.8 \pm 0.1)$  мкм. На частоте  $f = 1.8$  ГГц оно соответствует скорости рэлеевской волны  $v_R = 2f\Delta x \approx (6.5 \pm 0.3)$  км/сек.

Симметрия интерференционных колец позволяет судить об однородности и изотропии механических свойств по сечению волокна. Темные области по периметру волокна свидетельствуют о нарушениях его адгезии с матрицей. В матрице также воз-



можно система колец, ее периодичность существенно меньше, что свидетельствует о значительно меньшей скорости рэлеевской волны.

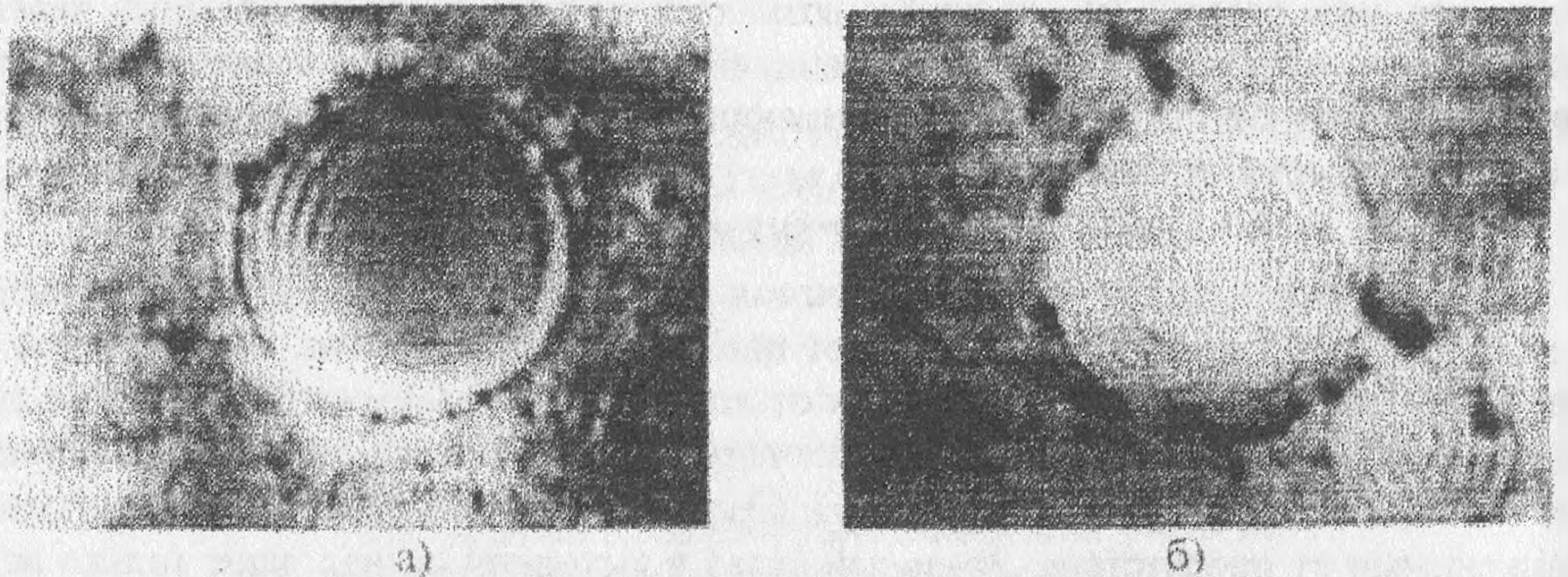


Рис. 1. Акустические изображения волокон нитрида бора в керамической матрице ( $f=1,8$  ГГц, температура =  $60^\circ\text{C}$ ); поле сканирования  $65 \times 40$  мкм<sup>2</sup>; диаметр волокна 30 мкм; среднее расстояние между кольцами  $\Delta x=1,8$  мкм).

Расчет значений скоростей ПАВ в различных материалах может быть произведен по окаймляющей системе полос (ОСП), возникающей вокруг трещин. На рис. 2 представлена картина акустической визуализации ОСП в образце из кремния  $\langle 111 \rangle$ . Так как волны в данном случае стоячие, изображения их узлов расположены на расстояниях  $\lambda_R/2$ . К аналогичному выводу пришли и авторы работы [1], изучавшие хрупкие трещины в образцах  $\text{SiO}_2$ . В нашей работе для расчета значений  $\lambda_R$  определяли масштаб: на 10 больших делений масштабной сетки приходится 86,6 мм. С другой стороны, масштабы стандартных изображений САМ, определенные с помощью набора эталонных объектов, составляют 18, 25, 35 мкм/дел. В рассматриваемом эксперименте увеличение было максимальным, а значит, масштаб составлял 18 мкм/дел. Из пропорции можно определить, что на 1 мм на изображении приходится 2,05 мкм ( $87,6 \text{ мм}/10 \text{ дел.} = 8,76 \text{ мм/дел.}$ , следовательно,  $1 \text{ мм} = 18/8,76 = 2,05 \text{ мкм}$ ).

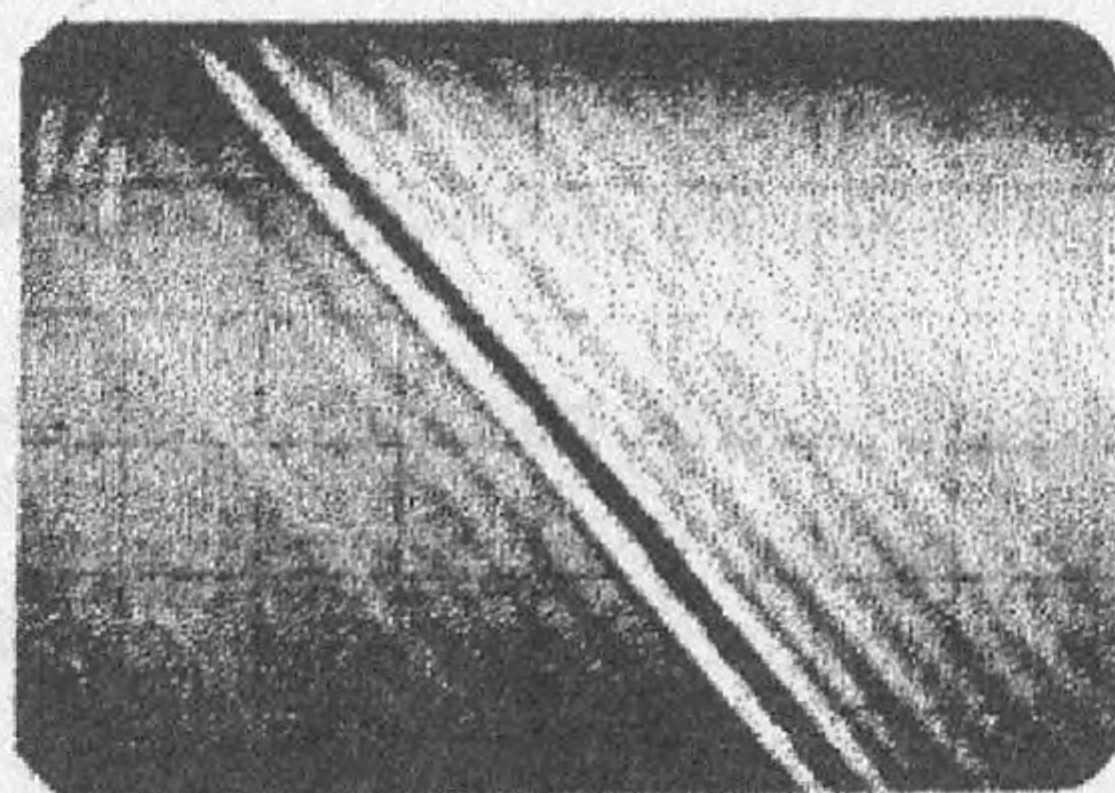


Рис. 2. Акустическое изображение ПАВ на поверхности кремниевого образца ориентации  $\langle 111 \rangle$  (масштаб по горизонтали 18 мкм/дел.)

С другой стороны, из измерений расстояния, на котором укладывается целое число полуволн, можно рассчитать значения  $\lambda_R/2$  в мм на изображении. Восемь  $\lambda_R/2$  укладывается на 22,3 мм. Следовательно, в миллиметрах  $\lambda_R/2$  в рассматриваемом случае составит  $22,3/8 = 2,79$  мм. Умножив это значение на величину масштаба получим:

$$\lambda_R = 22,79 \cdot 2,05 \text{ мкм} = 11,43 \text{ мкм.}$$



С учетом известной (407 МГц) рабочей частоты САМ, при использовании которой получим картину распределения ПАВ на поверхности объекта, можно рассчитать и величину скорости  $v_R$ :

$$v_R = \lambda_R f_a = 11,43 \cdot 10^{-6} \cdot 407 \cdot 10^6 = 4,65 \cdot 10^3 \text{ (м/с)}. \quad (5)$$

Для оценки достоверности полученных значений  $v_R$  можно определить их другими способами. Для этого используют режим вертикального сканирования объекта вдоль оси  $Z$  акустической линзы и метод  $V(Z)$  – кривых. При этом наблюдают на экране монитора  $V(Z)$  – кривую, а по ее фиксированному изображению (при фото- или компьютерной регистрации) определяют характерное для данного материала значение  $\Delta Z_N$ . Именно это расстояние связано с величиной  $v_R$ . В проведенном эксперименте  $\Delta Z_N$  определялось путем деления расстояния между первой и четвертой впадинами на соответствующее количество горбов, равное трем:

$$\Delta Z_N = Z_N / N = 104,7 / 3 = 34,9 \text{ мкм}. \quad (6)$$

Тогда, используя формулу:

$$v_R = v_1 (1 - (1 - v_1 / 2f \Delta Z_N)^2)^{1/2}, \quad (7)$$

определяли  $v_R$ , считая  $v_1 = 1483$  м/с при  $20^\circ\text{C}$  и  $f = 407$  МГц. Полученное в результате значение 4650 м/с с учетом погрешности, не превышающей 1%, совпадает с приводимыми в литературе данными [3,4] для кремния этой кристаллографической ориентации.

Третьим примером применения метода интерференционных полос является изучение с помощью САМ сферических неоднородностей в приповерхностных слоях твердых материалов. Наиболее простые, фактически являющиеся модельными, дефекты – поры с размерами от 1 до 200 мкм. Их невозможно обнаружить другими методами в оптически непрозрачных материалах.

Плоская поверхность образца и сферическая поверхность дефекта образуют клиновидную область материала, что приводит при облучении ее монохроматической акустической волной к формированию колец Ньютона на акустическом изображении. Устройство визуализации САМ позволяет осуществлять фоторегистрацию получаемых изображений (см. рис.3), по которым с помощью метода колец Ньютона проводили расчет размеров подповерхностных сферических дефектов. Для расчета глубины визуализации использовали лучевую модель, энергетические коэффициенты трансформации акустических волн на границе иммерсионная жидкость-поверхность образца и учитывали влияние сферической аберрации.

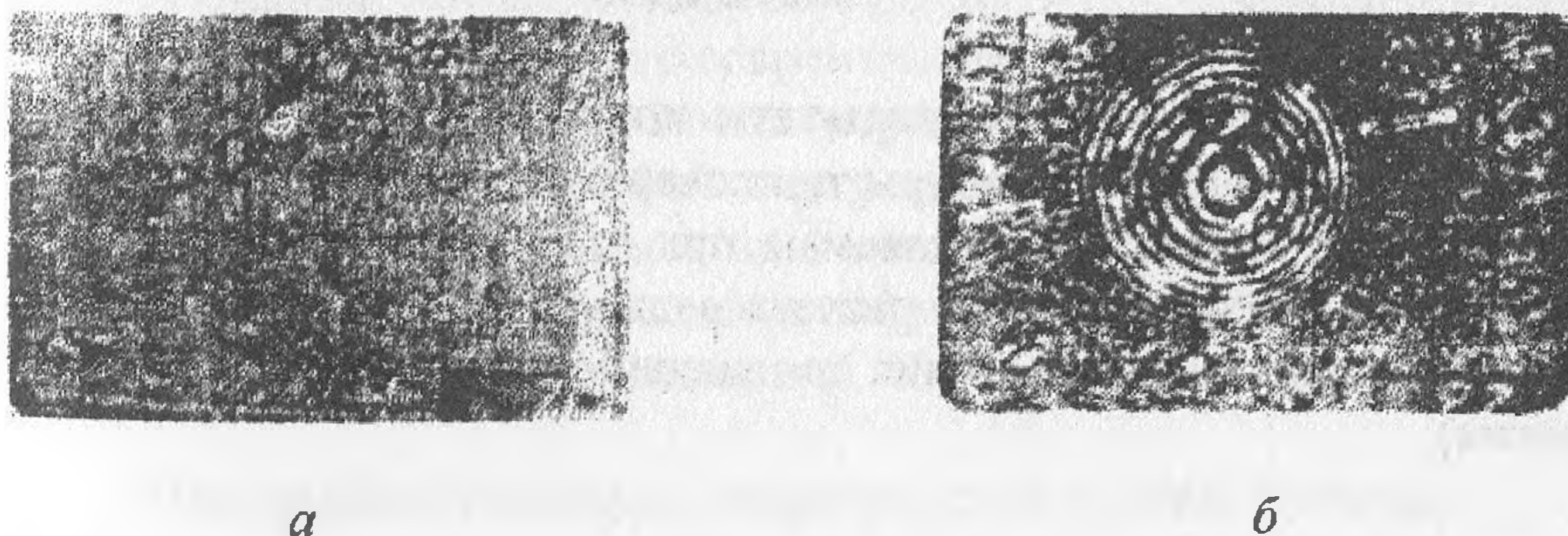


Рис. 3. Акустические изображения сферической полости в эпоксидном компаунде (увеличение  $250\times$ , а – 0 мкм, б – 90 мкм)

Для иммерсионных жидкостей и материалов, применяемых в работе, было получено соотношение  $d \approx 0,6Z$ , где  $Z$  — расстояние линза–объект,  $d$  – глубина визуализации (в мкм). Диаметр подповерхностного пузырька на расчетной глубине считали равным диаметру максимального наблюдаемого кольца Ньютона на акустическом изображении (рис.3,б). Методом колец Ньютона рассчитывали диаметр изучаемых дефектов и строили их графическое изображение. Пример сечения одного из таких дефектов приведен на рис.4. Для подтверждения результатов, полученных акустическим методом,



проводились сравнительные исследования разрушающим способом. С поверхности образца снимались слои в 10-15 мкм, а диаметр дефекта контролировался с помощью оптического микроскопа. Результат оптического контроля также приведен на рис. 4 (кривая В).

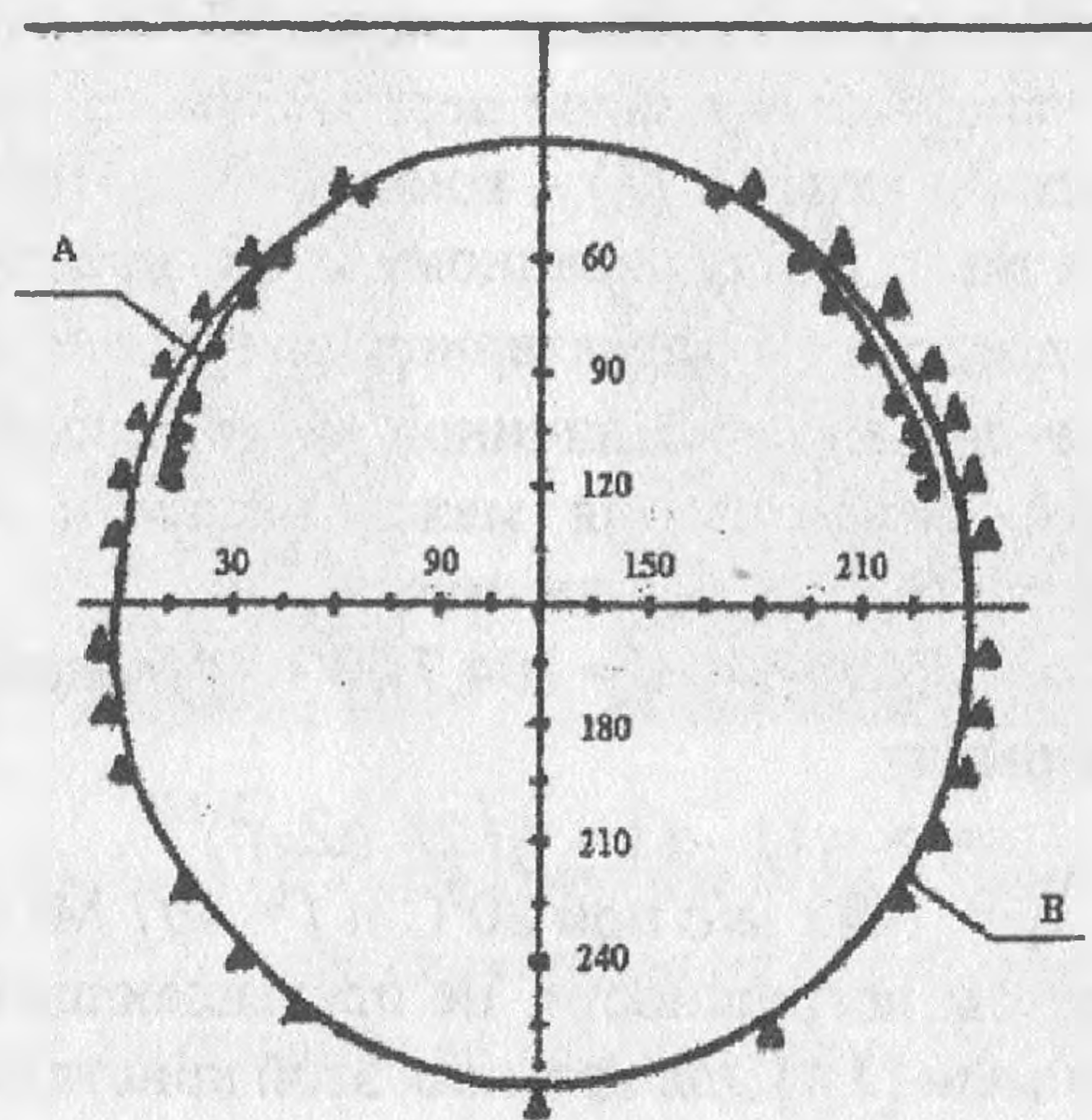


Рис. 4. Сечения подповерхностной сферической полости, полученные с помощью акустического (А) и оптического (В) методов. По вертикали отложены значения глубины визуализации (в мкм), по горизонтали – диаметр дефекта (в мкм).

Из анализа полученных кривых видно, что оба метода дают близкие значения диаметров подповерхностной полости (с разницей не превышающей 10%). Расхождение данных с увеличением глубины  $d_B$  объясняется относительной узостью крайних колец, низкой энергией АВ на больших глубинах за счет высокого коэффициента их поглощения в эпоксидном компаунде. Возможность определения диаметра подповерхностной полости с помощью САМ и метода колец Ньютона была подтверждена исследованиями пузырьков с диаметрами от 5 до 300 мкм, залегающими на глубинах от 15 до 90 мкм и более.

### Заключение

Таким образом, приведенные результаты позволяют считать САМ эффективным инструментом исследования структуры приповерхностных слоев твердых материалов различной природы. Определяемые при этом параметры неоднородностей и образца в целом дают возможность расчета ряда упруго-механических характеристик материала, прогнозирование поведения при внешних воздействиях (температурных или механических).

### Список литературы

1. Кустов А.И. Изучение структуры и физико-механических свойств твердых материалов методами акустической микроскопии // Матер. VII Рос. Конф. "Демпфирующие материалы". 1994. С. 89-97.
2. Кустов А.И., Мигель И.А. Исследование физико-механических характеристик стекол с помощью акустических волн // Физика и химия стекла. 1996. Т.22, №3, С. 329-333.
3. Yamanaka K, Enomoto Y. Observation of subsurface flaws with scanning acoustic microscope // Japan J. Appl. Phys. –1982. – Vol.21. – suppl.3. –P. 141-143.
4. Морозов А.И., Станковский Б.А. Пьезоэлектрические преобразователи для радиоэлектронных устройств/ М.: Радио и связь, 1981, 184 с.