

ОПТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА КЕРАМИЧЕСКИХ ZrO_2 ПОКРЫТИЙ

П.И. Ропот, Р.Ю. Васильев, А.А. Рыжович

Институт физики им. Б.И. Степанова Национальной академии наук Беларуси,
220072 Минск, пр. Независимости 68, тел.: 375-17-2840417, e-mail: p.ropot@dragon.bas-net.by

Исследуются возможности контроля качества керамических покрытий на основе ZrO_2 , применяемых для тепловой защиты в условиях высоких градиентов температур, оптическими методами. Изучение спектральных характеристик ZrO_2 покрытий показало, что они оптически прозрачны в видимой и ближней ИК области спектра. Пропускание керамик в диапазоне 0,6 – 1,5 мкм растет, а диапазон 0,8–0,95 мкм может являться перспективным для дефектоскопии этих материалов. С целью поиска высокоэффективных неразрушающих методов, применимых в условиях производства рассмотрены визуальный и флуоресцентный методы, малоугловое рассеяние, двухэкспозиционная голография, методы анализа динамики спекл-изображений. Установлено, что частичную информацию о качестве керамического покрытия можно получить из анализа динамики спекл-изображений, полученных нестационарным тепловым воздействием при охлаждении образцов, в том числе с применением методов корреляционного анализа.

Введение

Керамические покрытия на основе ZrO_2 нашли широкое применение в энергетической промышленности для теплозащиты в условиях высоких градиентов температуры. ZrO_2 -керамики характеризуются высокой адгезией, химической устойчивостью и сохраняют стабильность физико-химических свойств в широком диапазоне температур [1]. Это многофазные материалы, кристаллическая фаза которых всегда имеет дефектную структуру (микротрещины, дислокации, внутрикристаллические поры, внедрение примесных ионов и др.). Различные способы изготовления и нанесения керамических покрытий, а также их последующая обработка, позволяют частично управлять их физическими свойствами. Особенностью структуры данных материалов является их зернистость и пористость, что ограничивает применение классических оптических методов контроля. Защитные ZrO_2 покрытия имеют мелкозернистую структуру с размерами пор около 0,5–1,0 нм. В настоящее время эффективных методов дефектоскопии таких материалов, и в особенности, в условиях производства, не создано.

Основная часть.

Главным барьером к применению в промышленных условиях оптических методов является тот факт, что ZrO_2 -керамические покрытия сильно рассеивают свет в видимой и инфракрасной (ИК) области спектра. Распространение оптических волн в керамическом материале сопровождается высокоразвитой спекл-структурой, и только детальное исследование пространственно-временных свойств этой структуры может дать ценную информацию относительно качества материала. На «применимость» оптических методов контроля качества сказывается поглощение. Нами установлено, что ZrO_2 керамики оптически прозрачны в видимой и инфракрасной области до 10 мкм. Экспериментально обнаружено, что проникновение излучения в глубь керамики в спектральной области 0,6 – 1,5 мкм растет. В частности, глубина проникновения излучения с длиной $\lambda = 1,15$ мкм в два раза выше, чем для $\lambda = 0,63$ мкм. Следовательно, диапазон излучения 0,80 – 0,95 мкм может оказаться перспективным для использования в условиях производства из-за доступности

в этой области мощных полупроводниковых лазеров и высокоразрешающих приемников (CCD матриц).

Визуальный метод контроля под микроскопом применялся нами для исследуемых образцов с использованием механической шлифовки и подкраски. Применение шлифовки и подкраски покрытия повышает контраст пор и позволяет более четко рассмотреть приповерхностную структуру покрытия. Однако данный метод не относится к неразрушающим, визуализируется малый участок поверхности на незначительную глубину, а механическая обработка нарушает структуру покрытия.

При зондировании ZrO_2 -покрытия беселевым лазерным пучком установлено, что источниками рассеянного света являются два фактора: развитая шероховатость поверхности и рассеяние в объеме покрытия, в т. ч. и многократное. В отраженном излучении фактически отсутствует зеркальная компонента, а коническая структура беселева светового пучка полностью разрушается. Следует учесть, что рост кратности рассеяния в керамике может приводить к частичной потере информации о размерах и количестве дефектов в материале.

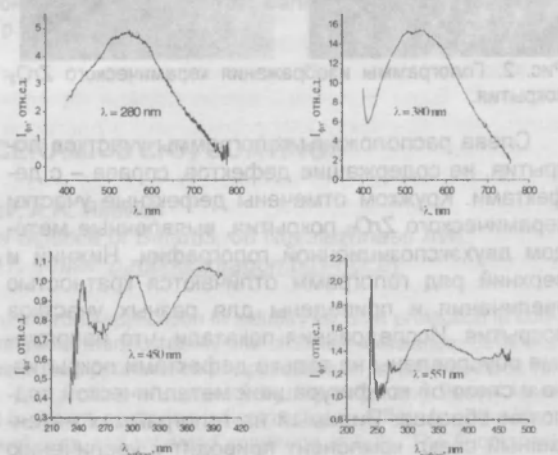


Рис. 1. Спектр возбуждения флуоресценции ZrO_2 покрытия.

Флуоресцентный метод изучения покрытия из ZrO_2 показал, что керамика обладает высоким энергетическим выходом флуоресценции в широ-

кой спектральной области. Спектр флуоресценции ZrO_2 покрытия, возбуждаемый ксеноновой лампой мощностью порядка $10^4 - 10^5$ Вт показан на рис.1. На верхних графиках указана длина волны возбуждения ($\lambda = 280$ и $\lambda = 380$ нм.), Нижние графики соответствуют флуоресценции, измеренной на длинах волн $\lambda = 450$ и $\lambda = 551$ нм. Излучение флуоресценции пространственно не когерентно и не образует спеклов.

Двухэкспозиционная голография (интерферометрия) [2] обладает очень высокой чувствительностью, связанной с регистрацией как интенсивности, так и фазы оптического поля.

Наиболее подходящей средой для регистрации голограмм в условиях промышленного производства является фототермопластик. В экспериментах нами использовался термопластик с разрешением до 1000 мм^{-1} . Для записи голограмм применялась стандартная оптическая схема. Источником когерентного излучения служил He-Ne лазер с длиной волны $\lambda = 633$ нм. и мощностью 50 мВт. Для получения качественных световых пучков проводилась пространственная фильтрация излучения. Угол схождения предметного и опорного пучков в эксперименте составлял около 30° . Две экспозиции регистрировались в процессе динамической тепловой нагрузки. Для этих целей применялась ксеноновая лампа с выходной мощностью около 1 кВт. Восстановленные нами типичные голограммы поверхности лопасти турбины (ZrO_2 покрытие), показаны на рис.2.

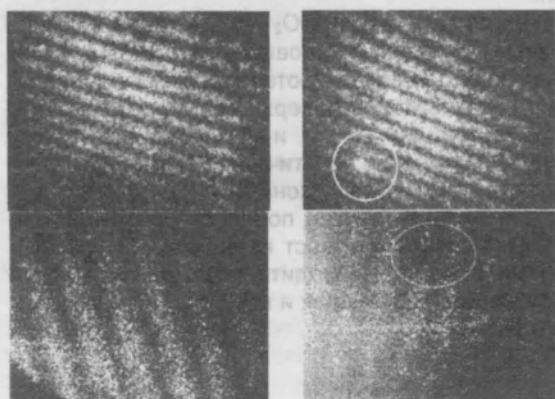


Рис. 2. Голограммы изображения керамического ZrO_2 покрытия.

Слева расположены голограммы участков покрытия, не содержащие дефектов, справа – с дефектами. Кругом отмечены дефектные участки керамического ZrO_2 покрытия, выявленные методом двухэкспозиционной голографии. Нижний и верхний ряд голограмм отличаются кратностью увеличения и приведены для разных участков покрытия. Исследования показали, что напряжения обусловлены не только дефектами покрытия, но и сложной конфигурацией металлической подложки образца. Видимый на голограммах интенсивный спекл компонент приводит к увеличению уровня шума в выходном сигнале. Очень высокая чувствительность интерференционной картины к стохастическим вариациям температуры керамики и к нагреву окружающего керамику воздуха ограничивает применимость метода.

Светорассеяние под малым углом может рассматриваться как оптический аналог известной рентгеновской рефлектометрии, которая является хорошо прижившимся и мощным инструментом для неразрушающих измерений и испытаний материалов. Изучение малоуглового рассеяния рентгеновских лучей [3] в пористых материалах показало, что рассеиваемая интенсивность пропорциональна неинтегральной мощности $q = 4\pi\lambda^{-1} \sin(\theta/2)$, то есть $I(q) \sim q^{-d}$, где λ - длина волны, и θ - угол рассеяния. Пористость керамики зависит от фрактальной величины d и от верхней ξ и нижней $2r_0$ длины среза и дается формулой: $p = 1 - (\xi/r_0)^{d-3}$. Три параметра d , ξ и r_0 , входящие в эту формулу, оцениваются путем соответствия теоретических кривых экспериментальным данным.

Нами исследованы угловые спектры рассеяния ZrO_2 -покрытий в оптических схемах, работающих в отраженном свете. Полученный типичный угловой Фурье - спектр (а) и его 1D сечение (б) для ZrO_2 покрытия представлен на рис.3.

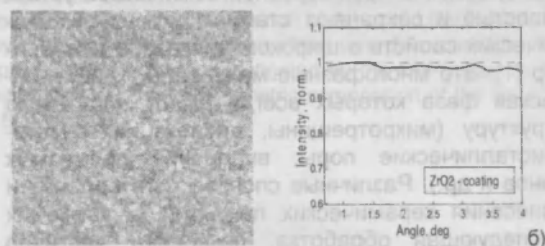


Рис. 3. 2D малоуглового Фурье - спектр для ZrO_2 покрытия (а) и его 1D сечение (б).

На рис.4 показана индикатриса рассеяния покрытия. Здесь же для сравнения приведена индикатриса идеального рассеивающего объекта (косинусная индикатриса). Видно, что индикатриса керамики слабо отличается от индикатрисы идеального рассеивателя, и методы, основанные на анализе углового распределения интенсивности (малоугловое рассеяние, фрактальный анализ), имеют низкую чувствительность.

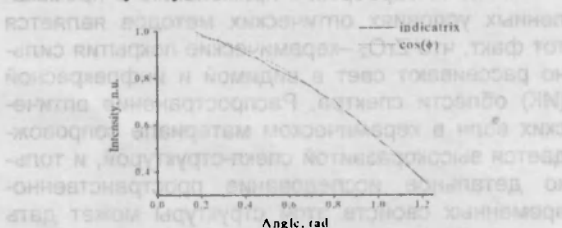


Рис.4. Индикатриса рассеяния оптического излучения для ZrO_2 покрытия

Метод вычитания спекл-изображений [4] позволяет выявить крупную подповерхностную неоднородность при динамическом воздействии на свойства материала. Разность двух спекл-изображений, полученных при различных температурных градиентах, является более информативной для диагностики, чем отдельные изображения, а дополнительная обработка (пороговая фильтрация интенсивности, процедура сглаживания) позволяет визуализировать дефекты, которые обы-

чно невидны на изображениях. Кроме того, процедура отбора по интенсивности отраженного излучения позволяет потенциально распознать дефекты, приходящие из разных, пусть и небольших глубин. В [5] исследована возможность определения подповерхностных дефектов керамики (крупных неоднородностей типа отслоения, газовых пузырей) при обработке последовательности спекл-изображений методом нахождения относительного стандартного отклонения (дисперсии), т.е.

$$Y_{i,j} = \left(\frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N (X_{i,j}^n - \bar{X}_{i,j})^2 \right)^{1/2} / \bar{X}_{i,j}, \quad (1)$$

где $\bar{X}_{i,j} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N X_{i,j}^n$ – среднее значение величины в пикселе (i, j) .

Излучение He-Ne лазера мощностью 25 мВт, после фильтрации, расширялось телескопом до диаметра 40 мм и направлялось под углом 45° на исследуемое «дефектное» покрытие. На расстоянии 3f нормально к поверхности устанавливалась собирающая линза с фокусным расстоянием 60 мм. Входная апертура линзы ограничивалась диафрагмой. CCD камера была установлена в области формирования изображения и фиксировала спекл-структуру рассеянного излучения. Камерой снимались 100 кадров с экспозицией одного кадра от 1 до 12 мс и интервалом между ними 90 мс. Эффект «визуализации» дефекта представлен на рис.5.

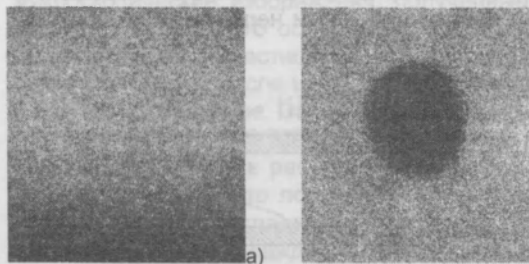


Рис.5. Единичный кадр сильно рассеивающего покрытия (а) и изображение дефекта (б) после обработки (дисперсия) 25 кадров.

Экспериментально установлено, что выявление дефекта наблюдается при определенном

соотношении числа кадров и времени экспозиции и определяется свойствами и геометрическими размерами керамического покрытия. Видно, что единичное изображение объекта (рис.5,а) имеет ярко выраженную спекл-структуру с отсутствием признаков дефекта. Математическая обработка нескольких спекл-изображений позволяет обнаружить дефект под покрытием (рис.5,б).

Заключение

Исследованы спектральные характеристики ZrO_2 покрытий, применяемых для тепловой защиты в энергетической промышленности. Показано, что ZrO_2 керамики оптически прозрачны в видимой и ближней инфракрасной области спектра. Пропускание керамики в диапазоне 0,6 – 1,5 мкм растет, что создает предпосылку использования оптических методов для дефектоскопии этих материалов в условиях производства. Экспериментально изучены возможности применения к защитным ZrO_2 керамикам различных оптических методов неразрушающего контроля (визуальные методы, методы зондирования, методы анализа углового спектра рассеяния, методы анализа динамики спекл-изображений). Установлено, что более полную информацию о качестве керамики можно получить из анализа динамики спекл-изображений, полученных нестационарным тепловым воздействием при охлаждении образцов, в том числе с применением методов корреляционного анализа.

Список литературы

1. Балкевич В.Л. // Техническая керамика. – М.: Стройиздат, 1984. – 465 с.
2. Svanbro A. // Proc. SPIE. – 2006. – V. 6341. – P.63410I-1.
3. Debasis S., Mazumder S., Sengupta P., Ghosh A.K., Ramachandhran V. // J. Macromol. Sci.-Phys. – 2000. – V. B39. – № 2. – P.235.
4. Roman J.F., Salgueiro J.R., Moreno V. // J. of Modern Optics. – 1999. – V. 46. – № 4. – P.693.
5. Васильев Р.Ю. // Физика конденсированного состояния. Тезисы докладов XIV республиканской научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов. – Гр., 2006. – С.134.

OPTICAL QUALITY CONTROL OF CERAMICS ZrO_2 COATINGS

P.I. Ropot, R.Yu. Vasilyev, A.A. Rijevech

B.I. Stepanov Institute of Physics National Academy of Science of Belarus, 68 Nezalezhnasti Ave., 220072 Minsk, Belarus, phone: 375-17-1840417, e-mail: p.ropot@dragon.bas-net.by

Bulk ceramics and ceramic coatings on the basis of ZrO_2 have found broad application in industry for heat protection in conditions of high temperature gradients. It is conditioned by their high adhesion, thermostability and chemical resistance. Ceramics are multiphase materials having granular porous structure. In the work the opportunities of application of optical methods for nondestructive testing to heat-protective ceramics are investigated. The probing of ceramics by Gaussian and Bessel laser beams has shown, that in the reflected spectrum a mirror component is absent, scattering indicatrix slightly differs from the ideal scatterer and the sources of a scattered radiation are a surface roughness and repeated scattering in bulk. The fluorescent methods at excitation by a xenon lamp have shown, that the ceramics have high energy efficiency of a fluorescence in a broad spectrum range. The recording of holograms at two-exposition interferometry with dynamic thermal influence between exposures was conducted on thermoplastics with the resolution of 1000 mm^{-1} . A very high sensitivity of a method to stochastic variations of temperature of ceramic coating has been noted. The experimental researches with application of methods of speckle-images dynamics analysis (method of deduction, finding of a dispersion, correlation analysis) have shown, that the given methods with auxiliary processing (threshold filtration, the smoothing) give a potential opportunity of ceramic coatings quality testing.