

05;07;08;12

©1995

ДИСТАНЦИОННОЕ ФОТОАКУСТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВИБРАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КЕРАМИКИ В ПРОЦЕССЕ ЕЕ ОБЖИГА

Г. Буссе, М. Л. Лямшев, Й. Штанулло

Дистанционное фотоакустическое исследование вибрационных характеристик керамики в процессе ее обжига может играть важную роль в понимании физических процессов и неразрушающем контроле.

Обжиг керамики, связанный с температурами 1000°C и выше, представляет значительные трудности для исследований и контроля, так как традиционные методы требуют, как правило, механического контакта датчика с керамическим изделием. Могут оказаться перспективными лазерные фотоакустические методы, позволяющие дистанционно возбуждать и регистрировать механические колебания [1].

Некоторые дистанционные методы исследования керамики, использующие лазерную технику, в том числе и фотоакустический метод, были описаны в работе [2]. Однако они довольно сложны и могут быть применены только для уже обработанных керамических деталей. Измерения [2] проводились в лабораторных условиях, т. е. при комнатной температуре и эффективной изоляции от внешних вибраций. В условиях реального производства приходится иметь дело с большими температурами и высоким уровнем механических помех.

Ниже описывается применение дистанционной фотоакустической виброметрии с лазерной интерферометрической регистрацией механических колебаний для контроля процесса обжига керамики. Этот метод использует возбуждение и измерение резонансных частот керамического образца с помощью лазерного излучения и является развитием методики, предложенной в [3], для исследования процесса окраски изделий из полимерных материалов. Поскольку резонансная частота зависит от модуля упругости материала и его плотности, изменение этой частоты в процессе обжига несет информацию об изменении этих параметров.

Схема экспериментальной установки приведена на рис. 1. Установка включает в себя непрерывный аргоновый лазер мощностью приблизительно 2 Вт на длине волны излучения

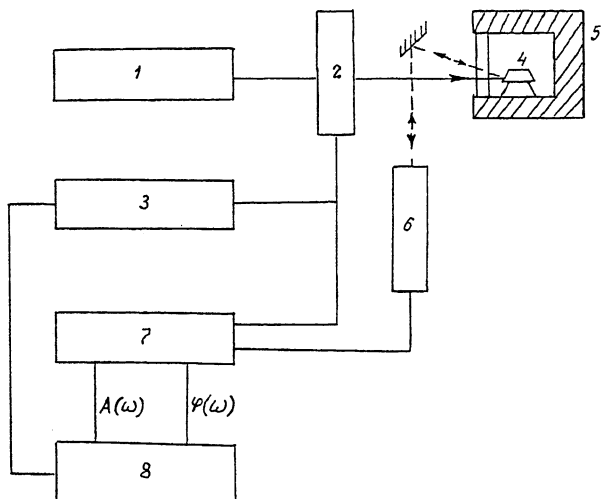


Рис. 1. Схема экспериментальной установки. 1 — Ag⁺-лазер, 2 — акустооптическая ячейка, 3 — перестраиваемый генератор частоты, 4 — образец, 5 — печь, 6 — лазерный виброметр Polytec OFV 3000/OFV 302, 7 — анализатор EG&G Princeton Applied Research Model 5204 Lock-in Analyzer, 8 — самописец.

514 нм 1. Лазерное излучение гармонически модулируется с помощью акустооптической ячейки 2, управляемой прецизионным перестраиваемым генератором частоты 3. Эта схема позволяла модулировать лазерное излучение с частотами от 5 Гц до нескольких мегагерц. Использовался диапазон от 50 Гц до 6 кГц с шагом перестройки 0.5–1 Гц. Механические колебания генерировались в образце 4, изготовленном из обычной керамики на основе окиси кремния, благодаря поглощению в нем лазерного излучения. Образец помещался в печь 5, позволяющую создавать температуры до 1200°С. В дверце печи имелось оптическое окно, через которое вводилось и выводилось лазерное излучение. Регистрация механических колебаний, возбуждаемых в образце, осуществлялась с помощью лазерного интерферометрического виброметра Polytec OFV 300/OFV 302 6, работавшего в режиме измерения смещений поверхности. Сигнал с виброметра подавался на анализатор EG&G Princeton Applied Research Model 5204 Lock-in Analyzer 7, на который также подавался опорный сигнал с генератора 3. Сигнал фазы и амплитуды зарегистрированных колебаний с анализатора 7 направлялись на двухканальный двухкоординатный самописец 8. В качестве сигнала горизонтальной развертки для самописца также использовался опорный сигнал с генератора 3.

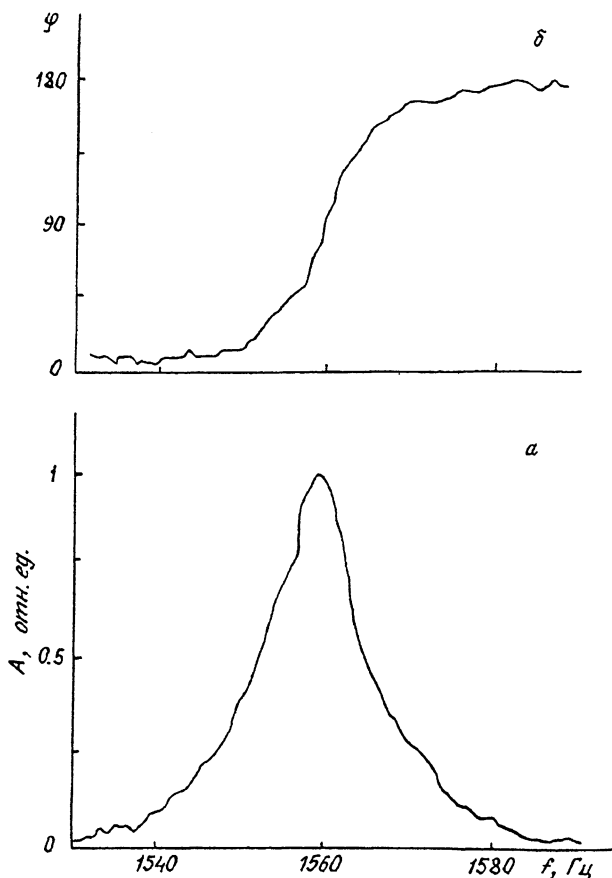


Рис. 2. Характерная запись самописца: *a* — сигнал фазы, *б* — сигнал амплитуды.

Несмотря на высокий уровень механических вибраций (рядом с лабораторией, где проводились измерения, расположена механическая мастерская), не было сделано попыток изолировать от механических помех экспериментальную установку, для того чтобы продемонстрировать возможности метода.

Возможности, предоставляемые анализатором и лазерным виброметром, позволили увеличить отношение сигнал-шум и измерять колебания поверхности образца амплитудой несколько нанометров и резонансную частоту с точностью до нескольких герц.

Были использованы керамические образцы в форме чашки. Лазерный луч, генерировавший колебания, направлялся

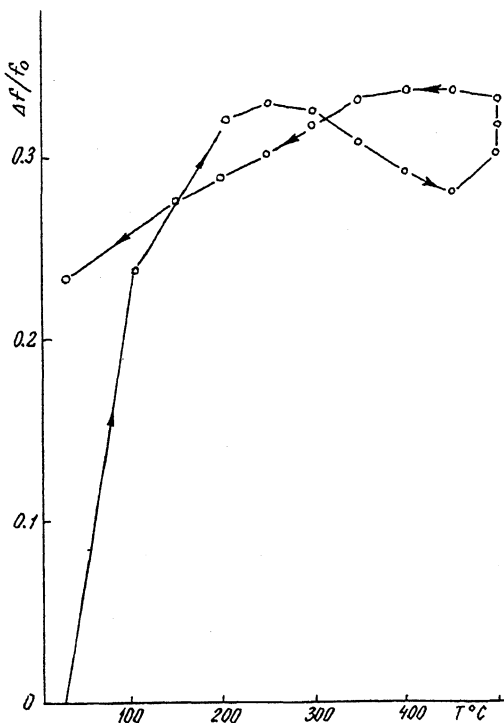


Рис. 3. Зависимость приведенного сдвига резонансной частоты образца от температуры.

ся на край образца для возбуждения колебаний формы. Лазерный луч виброметра, как правило, направлялся в точку рядом с возбуждающим лучом. Поверхность образца обеспечивала как достаточное поглощение возбуждающего лазерного излучения, так и отражение лазерного луча виброметра. Резонансная частота образца определялась путем изменения частоты модуляции возбуждающего лазерного излучения. Первые резонансы для необожженных образцов наблюдались в интервале от 970 до 1450 Гц при комнатной температуре. На рис. 2, а, б приведены характерные резонансные кривые для одного из образцов (а — изменение амплитуды, б — изменение фазы колебаний в зависимости от частоты).

Образцы нагревались в печи до температур не ниже 500°C, а в некоторых случаях до 100°C. Скорость нагрева составляла приблизительно 100°/ч. Образцы выдержива-

лись при высокой температуре от 0.5 до 1 ч, а затем постепенно охлаждались до комнатной температуры с той же скоростью. В течение всего процесса проводились постоянные измерения резонансной частоты.

На рис. 3 приведена кривая зависимости приведенного сдвига резонансной частоты $\Delta f/f_0$ от температуры (здесь $\Delta f = f - f_0$, где f_0 — резонансная частота необожженного образца, а f — резонансная частота во время обжига). Этот образец нагревался до 500°C в течение приблизительно 5 ч и выдерживался при этой температуре 1 ч, а потом охлаждался до комнатной температуры с той же скоростью. Начальная резонансная частота этого образца до обжига составляла $f_0 = 1235$ Гц.

Можно видеть, что резонансная частота увеличивается до температуры 250°C , а потом уменьшается, пока не достигается температура 450°C . Увеличение частоты при повышении температуры до 250°C , возможно, обусловлено тем, что происходит выпаривание избыточной воды из материала образца. Это должно приводить к увеличению модуля упругости и соответственно к увеличению резонансной частоты. В интервале $250\text{--}450^\circ\text{C}$ наблюдается уменьшение частоты. Эта часть кривой хорошо повторяется и при измерениях с другими образцами.

После 450°C резонансная частота растет и тогда, когда образец выдерживается при постоянной температуре 500°C . Она увеличивается на несколько герц даже тогда, когда образец начинает охлаждаться и охлаждается до 400°C . Возможно, это следствие неоднородного прогрева образца, который во время обжига горячее на поверхности и постепенно прогревается изнутри.

Далее, в течение охлаждения образца от 400°C до комнатной температуры, резонансная частота плавно снижается до нового значения. Конечная резонансная частота для этого образца при комнатной температуре после отжига составила 1522 Гц, а ее сдвиг от начального значения — 287 Гц.

На рис. 4 изображена кривая, демонстрирующая зависимость полуширины резонансной кривой $\Delta\omega f_0$ образца (по уровню 3 Дб) от температуры в печи. Эта кривая характеризует тот же образец и тот же процесс, что и рис. 3. Из рис. 4 можно видеть, что во время нагрева резонансная кривая становится более острой. В интервале от 250 до 450°C она практически не изменяется. Это хорошо соответствует интервалу на кривой рис. 3, который показывает, что в этом температурном интервале резонансная частота несколько снижается, несмотря на рост температуры. После этого ширина резонансной кривой опять возрастает. Это может служить признаком “слипания” зерен материала образца и их “размягчения”, что увеличивает затухание.

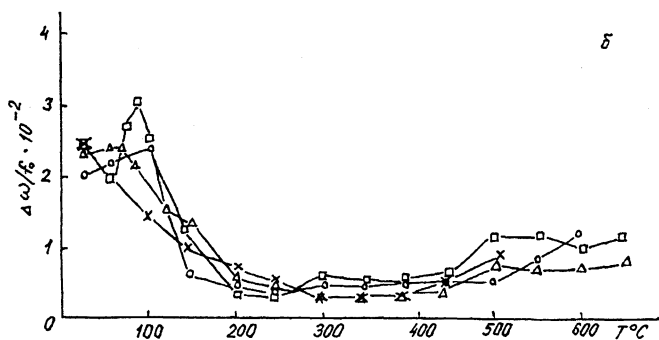
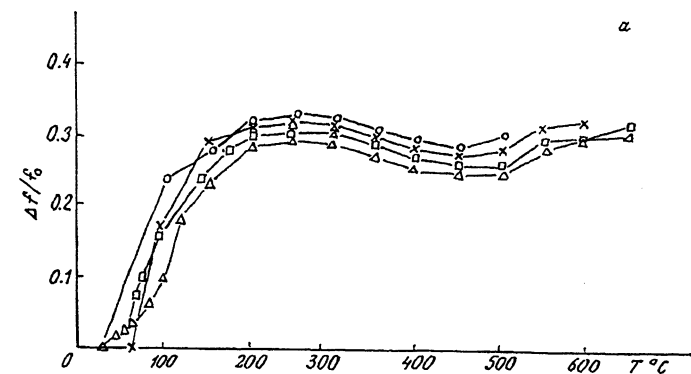


Рис. 4. Зависимость приведенной полуширины резонансной кривой образца от температуры.

По мере того как образец охлаждается до комнатной температуры, резонансная кривая постепенно становится более острой и в конце процесса получается узкая резонансная кривая, значительно более острая, чем до обжига. Наблюдалась хорошая воспроизводимость этих данных на других образцах.

Проведенные исследования показывают, что измерение резонансной частоты изделий из керамики может дать необходимую информацию об их состоянии во время обжига и является перспективным с точки зрения неразрушающего контроля качества, поскольку любые неожиданные изменения в режиме обжига или возникновение дефектов в образце (например, трещин) резко повлияют на форму резонансной

кривой и резонансную частоту. Кроме того, информация, полученная во время таких измерений, может способствовать лучшему пониманию процессов, протекающих в керамике во время ее обжига. В целом, мы считаем, что эти эксперименты демонстрируют большой потенциал фотоакустических методов для контроля обработки материалов в агрессивных средах.

В заключение авторы хотели бы поблагодарить д-ра Тамме (DLR) за любезное разрешение использовать его печь для обжига керамики, а также Д. Гайссе, который выполнил первичные измерения собственных колебаний использованных образцов до обжига с помощью традиционных акустических методов.

Работа выполнена в рамках Российско-Германского межправительственного соглашения о научно-техническом сотрудничестве при частичной поддержке РФФИ (грант 93-02-16204).

Список литературы

- [1] *Егоров С.В., Лямшев Л.М., Пученков О.В.* // УФН. 1990. Т. 160. Вып. 9. С. 111-154.
- [2] *Cielo P., Maldague X., Johar S., Lauzon B.* // Materials Evaluation. 1986. V. 44. May. P. 237-243.
- [3] *Busse G., Binder B., Bohnacker A., Diener L., Elsner P., Karpen W., Ota M., Rippel W., Ritter S., Wu D.* // 13 Stuttgarter Kunststoff-Kolloquim. 17-18 Maerz 93. Huethig-Verlag, Heidelberg. 1993. P. 25-40.

Институт
исследования полимеров
Штуттгартского университета
ФРГ
Институт общей физики РАН
Москва

Поступило в Редакцию
30 марта 1995 г.