

## ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ МИКРОСТРУКТУРЫ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ АКУСТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

*В.М.Левин, Р.Г.Маев, Т.А.Сенюшкина*

Получены акустические изображения поверхности и подповерхностного слоя иттриевой керамики  $Y - Ba - Cu - O$  с разрешением  $\sim 1$  мкм. Дается интерпретация этих изображений. На основе количественных методов акустической микроскопии получена оценка скорости рэлеевской волны на поверхности отдельного кристаллита.

За последние годы методами сканирующей акустической микроскопии проведены измерения локальных упругих и других физических характеристик объектов различной природы<sup>1-3</sup>. Получены изображения как поверхности, так и подповерхностных слоев материалов, в том числе и оптически непрозрачных, на глубинах до нескольких сотен микрон. Разрешение на акустических изображениях варьируется от 20 мкм до 0,5 мкм в зависимости от используемой частоты ультразвука. С таким же разрешением измеряются локальные значения скорости и затухания звука, а также локальная анизотропия образца<sup>4</sup>.

Методы акустической микроскопии представляют большой интерес для исследования высокотемпературных сверхпроводящих материалов, поскольку дают возможность изучать упругие и другие физические свойства как образца в целом, так и составляющих его отдельных кристаллитов. Эти методы позволяют изучать процессы деградации и старения,

выявлять при температурных измерениях корреляцию упругого поведения кристаллитов с процессами структурных и фазовых превращений в них и т. п.

В качестве первого шага нами был проведен анализ микроструктуры иттриевой керамики  $Y - Ba - Cu - O$ . Работы проводились на отражательном акустическом микроскопе на частотах  $1 \div 1,3$  ГГц (разрешение  $\sim 1$  мкм) и  $0,2$  ГГц (разрешение  $\sim 7$  мкм).

Исследовались образцы как с полированной, так и с естественной поверхностью. Измерения проводились при комнатной температуре ( $T = 20^\circ C$ ). В качестве иммерсионной среды использовалась вода (плотность  $\rho = 1$  г/см<sup>3</sup>, скорость звука  $c = 1,5$  км/с). На рис. 1 приведены акустические изображения структуры полированной поверхности образца (рис. 1 а) и изображение, полученное при смещении акустической линзы по направлению к объекту на  $1,6$  мкм (рис. 1 б) с разрешением  $\sim 1$  мкм. Отчетливо видна микроструктура керамики — отдельные кристаллиты и поры между ними. Области, занятые кристаллитами, имеют светлую окраску, области пор — темную. При смещении фокуса акустической линзы на глубину  $1 \div 2 \lambda$  ( $\lambda$  — длина звуковой волны) изображения кристаллитов практически не изменяются, возникает только их оконтуривание за счет интерференционных эффектов. В то же время смещение фокуса позволяет лучше разрешать внутреннюю структуру поры, связанную, по-видимому, с наличием в поре мелкодисперсного материала.



Рис. 1. Акустические изображения полированного образца иттриевой керамики на частоте  $f = 1,3$  ГГц, разрешение  $\sim 1$  мкм, поле зрения —  $100 \times 80$  мкм: а — поверхность ( $z = 0$ ), светлые области — кристаллиты, темные — поры; б — изображение, полученное при смещении линзы по направлению к объекту на  $1,6$  мкм ( $z = -1,6$ ). На акустические изображения нанесена запись выходного сигнала при одномерном сканировании

Контраст акустического изображения определяется особенностями локального отражения звука. Используя данные <sup>5</sup> об интегральных плотностях и скоростях звука в иттриевой керамике ( $\rho = 6 \text{ г/см}^3$ ,  $c_L = 4,2 \text{ км/с}$ ,  $c_T = 2,4 \text{ км/с}$ ), определим характер отражения фокусированного звука на границе раздела вода – отдельный кристаллит. Фокусированный пучок представляет собой совокупность ультразвуковых лучей в пределах апертурного угла  $\theta = 50^\circ$ . Для лучей, падающих по нормали, коэффициент отражения  $R$  близок к 1:  $R = (\rho_T c_L - \rho c) / (\rho_T c_L + \rho c) = 0,9$  и мало чувствителен к вариациям значений параметров как на поверхности отдельного кристаллита, так и при переходе от одного кристаллита к другому. Угловая зависимость коэффициента отражения выражена слабо вплоть до критического угла  $\theta_T$ , определяемого скоростью поперечного звука в образце ( $\theta_T = \arcsin(c/c_T)$ ). Для иттриевой керамики критический угол  $\theta_T = 39^\circ$  попадает внутрь апертуры акустической линзы. Лучи, падающие под углами, близкими к критическому, возбуждают вытекающую релеевскую волну, которая, переизлучаясь, принимается линзой. Однако влияние релеевской волны на формирование выходного сигнала  $V$  микроскопа существенно лишь при заметном смещении  $z$ -поверхности объекта из фокуса по направлению к линзе. В нашем случае влияние релеевской волны начинает сказываться при  $z > 2 \div 3 \text{ мкм}$ . Таким образом, из-за значительной величины коэффициента отражения при помещении поверхности образца вблизи фокуса, области кристаллитов видны как светлые участки с четкими границами.

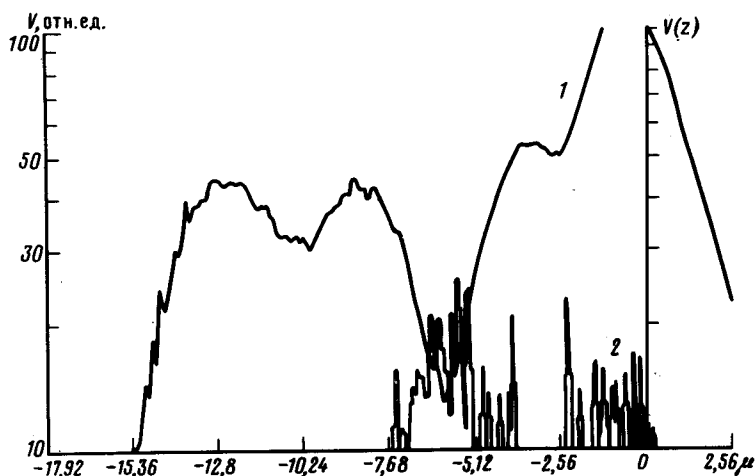


Рис. 2.  $V(z)$  – кривые: 1 – область кристаллита; 2 – область поры. Частота  $f = 1 \text{ ГГц}$

Акустические изображения областей между кристаллитами, так называемых пор, формируются в результате отражения фокусированного ультразвукового пучка от границы иммерсионной жидкости, проникшей на ту или иную глубину в пору. Такая граница является, в принципе, идеальным отражателем, однако наличие в поре мелкодисперсного порошка исходного материала керамики приводит к эффективному рассеянию ультразвука и резкому уменьшению выходного сигнала акустического микроскопа. Другой причиной уменьшения сигнала при формировании изображения поры являются переотражения от внутренних граней поры. В результате, отражение от областей пор значительно меньше отражения от кристаллитов, и эти области выглядят на акустических фотографиях темными. Рассеяние назад при дифракции фокусированного пучка на малых частицах материала формирует изображение внутренней структуры поры (см. рис. 1).

Наша интерпретация светлых и темных областей на акустических изображениях подтверждается измерениями зависимости выходного сигнала  $V$  от смещения  $z$ -поверхности образца относительно фокуса (рис. 2). В случае кристаллита (кривая 1 на рис. 2) выходной сигнал формируется за счет интерференции зеркально отраженных лучей с лучами, переизлученными с поверхности релеевской волны. Зависимость такого сигнала от координаты носит характер правильных затухающих осцилляций с периодом, определяемым скоростью релеевской волны  $c_R$  на поверхности кристаллита <sup>1</sup>. Используя выражение для расстояния  $\Delta z$  между минимумами кривой  $V(z)$  <sup>6</sup>:

$$\Delta z = \frac{\lambda_0}{2\left(1 - \sqrt{1 - \frac{c^2}{c_R^2}}\right)},$$

где  $\lambda_0$  – длина волны в воде, мы оценили величину  $c_R$  на поверхности кристаллита. Наша оценка  $c_R = 2,3$  км/с оказалась близкой к величине  $c_R$ , рассчитанной по значениям  $c_L$  и  $c_T$ , полученным в <sup>5</sup> интегральными методами.

Поведение выходного сигнала в области поры принципиально иное (кривая 2 на рис. 2). Сигнал имеет вид хаотических осцилляций, его амплитуда существенно меньше. Осцилляции не имеют характерного периода, выходной сигнал нельзя интерпретировать в рамках модели отражения сходящихся акустических пучков от плоских поверхностей. По-видимому, такой характер зависимости связан с рассеянием звука на неоднородностях, размеры которых меньше или порядка длины звуковой волны.

Приведенные результаты демонстрируют перспективы использования акустической микроскопии для изучения микроструктуры высокотемпературной сверхпроводящей керамики и для измерения локальных упругих свойств подобных материалов.

Авторы благодарят Л.А.Чернозатонского и В.А.Зайца за полезное обсуждение результатов работы.

#### Литература

1. *Heiserman J.E., Quate C.F.* The Scanning Acoustic Microscope, *Frontiers in Physical Acoustics*, 1986, XCIII Corso, Soc. Italiana di Fisica – Bologna – Italy.
2. *Proceedings of the First Joint Soviet–West Germany International Symposium on Photometry and Acoustic Microscopy in Science*, ed. R.G.Mayev and M.Hoppe, Moscow, 1985.
3. *Briggs A.* An introduction to scanning acoustic microscopy *Microscopy Handbooks* 12, Oxford: Alden Press, 1985.
4. *Kushibiki J., Chubachi N.* IEEE Transaction on Sonics and Ultrasonics, 1985, SU-32, 189.
5. Головашкин А.И., Данилов А.А., Иваненко О.М. и др. Письма в ЖЭТФ, 1987, 46, 273.
6. *Atalar A.* J. Appl. Phys., 1979, 50, 8237.