

ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ФЕРИТ-ГРАНАТОВИХ ПЛІВОК ДЛЯ МАГНЕТООПТИЧНОГО КОНТРОЛЮ МАТЕРІАЛІВ

О. П. Максименко¹, Т. І. Вороняк¹, І. В. Стасишин¹, І. І. Сиворотка²

¹ Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів;

² НВП “Електрон-Карат”, Львів

E-mail: maksymenko@ipm.lviv.ua

З допомогою поляризаційного мікроскопа створено установку для дослідження характеристик двох типів ферит-гранатових плівок з хімічним складом $\text{Lu}_{1,51}\text{Ho}_{0,56}\text{Bi}_{0,93}\text{Fe}_{4,1}\text{Al}_{0,9}\text{O}_{12}$. Експериментально визначено параметри петлі гістерезису, залишкову намагненість та поле насичення плівок. Встановлено період їх доменної структури та розроблено компактний пристрій для візуалізації дефектів у сталевих зразках. За його допомогою виконано серію експериментів на тестових зразках зі затисненими тріщинами різних розмірів та отримано їх магнетооптичні зображення.

Ключові слова: магнетооптичні зображення, ефект Фарадея, виявлення тріщини, петля гістерезису.

EVALUATION OF THE CHARACTERISTICS OF FERRITE GARNET FILMS FOR MAGNETO-OPTICAL CONTROL OF MATERIALS

O. P. Maksymenko¹, T. I. Vroniak¹, I. V. Stasyshyn¹, I. I. Syvorotka²

H. V. Karpenko Physico-Mechanical Institute of the NAS of Ukraine, Lviv;

² SRC “ELECTRON-KARAT”, Lviv

A setup based on a polarization microscope was developed to study the characteristics of two types of ferrite-garnet films with the chemical composition of $\text{Lu}_{1,51}\text{Ho}_{0,56}\text{Bi}_{0,93}\text{Fe}_{4,1}\text{Al}_{0,9}\text{O}_{12}$. The parameters of the hysteresis loop, values of residual magnetization, and the saturation field of the studied films were determined experimentally. The domain structure period was established, and a compact device for visualizing defects in steel samples was created. Using this device, a series of experiments were conducted on test samples with cracks of various sizes, and magneto-optical images of the cracks were obtained.

The hysteresis loop of the two types of ferrite-garnet films was constructed in the “magnetization coefficient–magnetic field induction” coordinates. The magnetization coefficient was calculated based on the relative change in the area of bright and dark domains when the external magnetic field, directed perpendicular to the film plane, was varied.

The efficiency of using two types of films, grown under different technological conditions but having the same chemical composition, in non-destructive testing methods was analyzed. It was found that the investigated films had the same domain period, but their residual magnetization and saturation field values varied significantly.

Diagrams of the experimental setup and the developed device, as well as the characteristics of some of their components, are presented. To generate the magnetic field in the test samples, a coil wound on a U-shaped ferrite core, pressed against the sample surface on the opposite side relative to the crack location was used. The experiments were conducted under constant magnetic fields of varying intensity.

The device was tested on specially prepared test samples with pre-grown cracks of known sizes. The tests demonstrated that films with smaller residual magnetization and saturation field values were more sensitive to detecting defects such as enclosed cracks.

Keywords: magneto-optical image, Faraday effect, non-destructive testing, detection crack, hysteresis loop.

Вступ. Ферит-гранатові плівки використовують у пристроях неруйнівного контролю для виявлення прихованих дефектів типу мікротріщин, корозійних уражень, змін у структурі сталі, залишкових деформації поверхні металу та під-

© О. П. Максименко, Т. І. Вороняк, І. В. Стасишин, І. І. Сиворотка, 2024

поверхневих дефектів. Особливої уваги заслуговує їх здатність фіксувати магнетні фази в парамагнетних матеріалах, які суттєво пришвидшують їх деградацію і руйнування [1]. Перевагою магнетооптичних сенсорів (МОС) за використання таких плівок є велика площа спостереження (ділянка поверхні, яку одночасно контролюють) та висока просторова роздільна здатність, яку визначає період доменної структури матеріалу плівки, а також порівняно малі магнетні поля (МП) насичення.

За останні роки технологія магнетооптичного неруйнівного контролю (МОК) на основі ефекту Фарадея значно розширила межі застосування, що пов'язано з розробленням нових високочутливих МОС, а також енергоощадних технологій їх виготовлення. Серед таких технологій – метод формування магнеточутливого шару на кристалічних підкладках з галій-гадолінієвого гранату у насичених розчинах [2] та плівки з дрібнодисперсних частинок різних за хімічним складом гранатів на полімерній підкладці, які отримують за допомогою високооберткових центрифуг [3].

Застосуванню МОК також сприяє поява різноманітних матричних відеосенсорів з високою швидкістю реєстрації, просторовою роздільною здатністю та чутливістю у видимому діапазоні оптичного випромінювання. Спочатку МОК виявляли наскрізні тріщини [4] у металевих конструкціях та заклепкових з'єднаннях авіаційної техніки [5, 6], а МОС використовували для візуалізації просторових неоднорідностей МП [7], зокрема, у радіоелектронній промисловості для контролю розподілу високочастотних струмів у електронних компонентах та надпровідниках [8].

З появою МОС стало можливим застосувати цей метод для виявлення невеликих локальних структурних змін у сталі за механічних і температурних впливів [1]; залишкових деформацій матеріалу під час зварювання та механічної обробки [9, 10]; прихованих дефектів у зварних швах [11]; мікротріщин [12, 13], а також корозійних ушкоджень поверхні, зокрема, глибокими пітингами [14].

Мета цього дослідження – вивчити чутливість двох типів ферит-гранатових плівок з однаковим хімічним складом $\text{Lu}_{1,51}\text{Ho}_{0,56}\text{Bi}_{0,93}\text{Fe}_{4,1}\text{Al}_{0,9}\text{O}_{12}$, але вирощених за різних технологічних умов, та порівняти магнетооптичні зображення дефектів типу мікротріщин, отриманих з їх допомогою. Зокрема, оцінити вплив умов вирощування плівок на здатність МОС виявляти та візуалізувати мікрodefekти, що важливо для подальшого вдосконалення технологій МОК.

Визначення характеристик намагнетченості ферит-гранатових плівок. Для оцінювання чутливості ферит-гранатових плівок до зовнішнього МП створили експериментальну установку (рис. 1). В ній для візуалізації доменної структури плівок використовували цифрову відеокамеру Pixelink PL-A661 з розміром пікселя матричного фотосенсора 6×6 мкм, форматом кадру 640×512 пікселів та мікрооб'єктив від металографічного мікроскопа з 40-кратним збільшенням. За такої оптичної схеми масштаб зображень становив $0,66$ мкм/піксел. Джерелом світла слугувала галогенна лампа потужністю 20 Вт. Формували паралельний пучок світла об'єктивом, у фокусі якого розмістили спіраль розжарення галогенної лампи. За допомогою дзеркала цим пучком освітлювали плівкові зразки. Як поляризатор та аналізатор вживали поляризаційні призми з комплекту поляризаційного мікроскопа.

Спочатку за отриманими зображеннями визначали період p_0 доменної структури у рівноважному стані (без прикладання зовнішнього МП). Для обох типів плівок середнє його значення становило ~ 6 мкм. Лабіринтну структуру доменів у рівноважному стані, одержану за допомогою розробленої установки, ілюструє рис. 2. На зображенні також можна виявити дефекти МОС, які проявляються у вигляді чорних точок і сірих плям.

Далі спеціальною котушкою (див. рис. 1), яка містила 6000 витків мідного дроту, у площині плівки МОС створювали зовнішнє намагнетчувальне поле. Магнетну індукцію B , яку змінювали регулюванням струму I в обмотці стабілізатором струму, розраховували за виразом

$$B = K_b \cdot I \approx 0,5 \cdot I, \quad (1)$$

де K_b (мТ/мА) – стала котушки. Змінюючи значення та напрям струму I в обмотці котушки у межах ± 200 мА, змінювали зовнішнє МП у площині МОС у діапазоні ± 100 мТ.

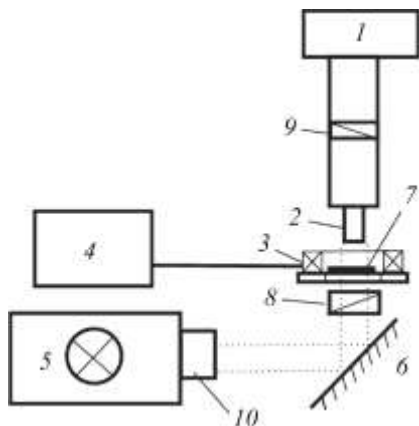


Рис. 1. Схема установки для дослідження ферит-гранатових плівок:
 1 – цифрова відеокамера Pixelink PL-A661;
 2 – мікрооб'єктив;
 3 – котушка;
 4 – стабілізатор струму;
 5 – галогенна лампа;
 6 – поворотне дзеркало;
 7 – об'єкт дослідження;
 8 – поляризатор;
 9 – аналізатор;
 10 – об'єктив.

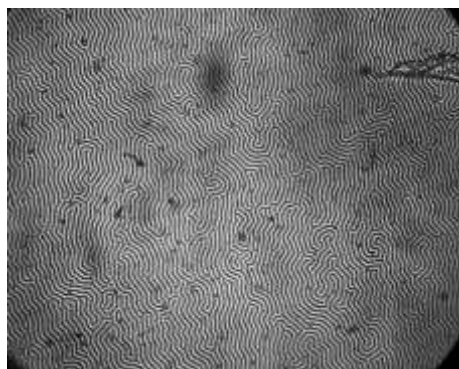


Рис. 2. Доменна структура плівки.

доменів під час зміни зовнішнього МП, направленого перпендикулярно до площини плівки, за виразом

$$K_S = \frac{2S_w - S_\Sigma}{S_\Sigma}, \quad (2)$$

де $S_\Sigma = S_w + S_b$ – сумарна площа доменів.

Під час розрахунку цього коефіцієнта використовували зареєстровані за різної інтенсивності зовнішнього МП зображення, готуючи їх у такій послідовності. Спочатку реєстрували низку пробних і визначали оптимальний рівень експозиції, за якої інтенсивність світлих доменів на зображеннях не перевищувала 220 градацій яскравості (за повного діапазону відеокамери 255 градацій). На зображеннях вибирали ділянки, де відсутні значні неоднорідності яскравості та дефекти МОС, які впливають на чутливість доменної структури до зміни МП. Під час опрацювання зображень без МП використовували алгоритм автоматичного пошуку порога бінаризації, за якого площі світлих і темних доменів на вибраній ділянці були практично рівні $S_w \approx S_b$. Застосувавши визначений так поріг бінаризації для всіх наступних зображень, зареєстрованих за дії різного за інтенсивністю зовнішнього МП, розраховували відносну зміну площі світлих S_w і темних S_b доменів та визначали за виразом (2) коефіцієнт намагненості. Середнє його

значення обчислювали на різних ділянках зображення, розміщених ближче до його центра, де освітлення було рівномірне.

Для кожного типу плівок будували залежність середнього значення K_S від інтенсивності МП (рис. 3).

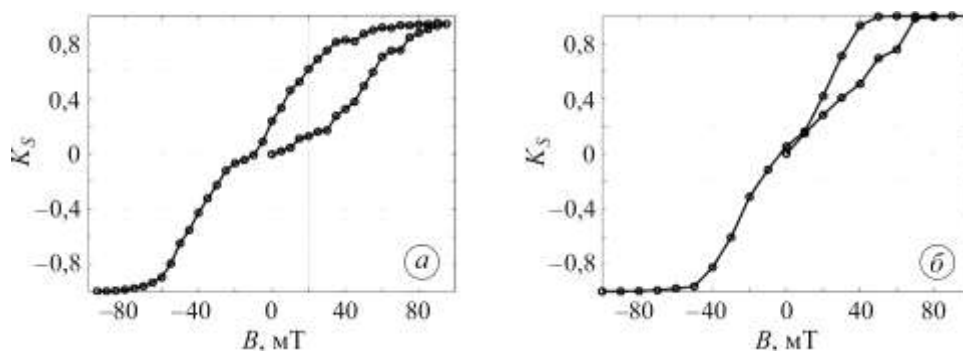


Рис. 3. Залежність коефіцієнта намагненості першого (а) та другого (б) типів плівок від зовнішнього магнетного поля.

Виявили, що перший тип плівок має більшу залишкову намагненість (~ 10 мТ) та інтенсивніше поле насичення (85 мТ) порівняно з другим, для якого залишкова намагненість (~ 3 мТ) та інтенсивність МП насичення (65 мТ), за якого відбувається повна переорієнтація магнетних доменів, суттєво менші. Отже, цей тип магнетооптичної плівки чутливіший до зміни МП. Тому його доцільніше застосовувати, щоб визначити просторовий розподіл швидкозмінних МП малої інтенсивності.

Візуалізація втомної тріщини у тестових зразках. Для ефективнішого виявлення прихованих дефектів з допомогою ферит-гранатових плівок створено макет переносного пристрою, сконструйованого так, щоб можна було легко змінювати МОС (рис. 4). Тут поляризоване світло потрапляє на світлоподільник, де його частина відбивається і спрямовується на магнетооптичну плівку. Плівка контактує з досліджуванним об'єктом, який знаходиться під дією МП котушки. Внаслідок цього впливу просторовий розподіл поляризації світла змінюється. Відбите від МОС світло проходить через світлоподільник у зворотному напрямку, а далі – через поляризаційну призму, яка виконує роль аналізатора, попадає в об'єктив. Таким чином, об'єктив формує в фотокамері магнетооптичне зображення.

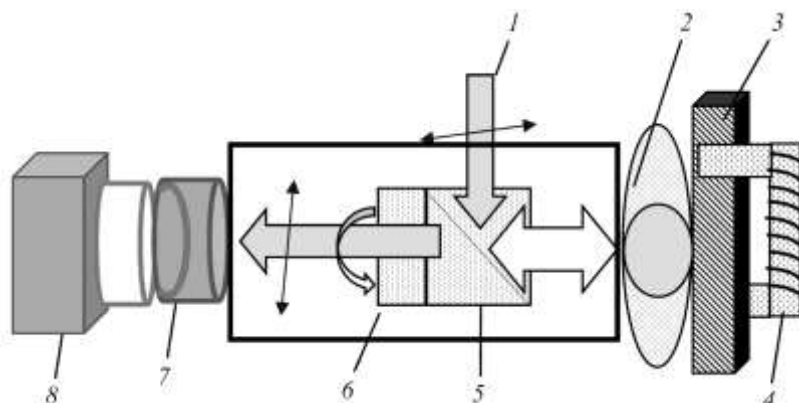


Рис. 4. Схема переносного пристрою для магнетооптичного контролю: 1 – джерело поляризованого світла; 2 – МОС; 3 – об'єкт дослідження; 4 – котушка намагнення; 5 – світлоподільник; 6 – поляризаційна призма; 7 – об'єктив; 8 – фотокамера.

Випробовували макет на спеціально підготовлених чотирьох тестових зразках, виготовлених зі сталі 38ХС (див. рис. 5а). У зразках під циклічним навантаженням виростили тріщини різних розмірів (див. табл.), що виходили на поверхню зразків з одного боку і перетинали всю їх ширину. Оскільки ширина тріщин була незначна, то візуально їх можна було спостерігати тільки за допомогою мікроскопа з великим збільшенням (рис. 5б). Товщина всіх зразків 10 мм, ширина 20 мм, а довжина ~ 50 мм. Поверхня зразків, на яку виходили тріщини, була відполірована, що давало змогу досліджувати магнетооптичні плівки без дзеркального покриття.

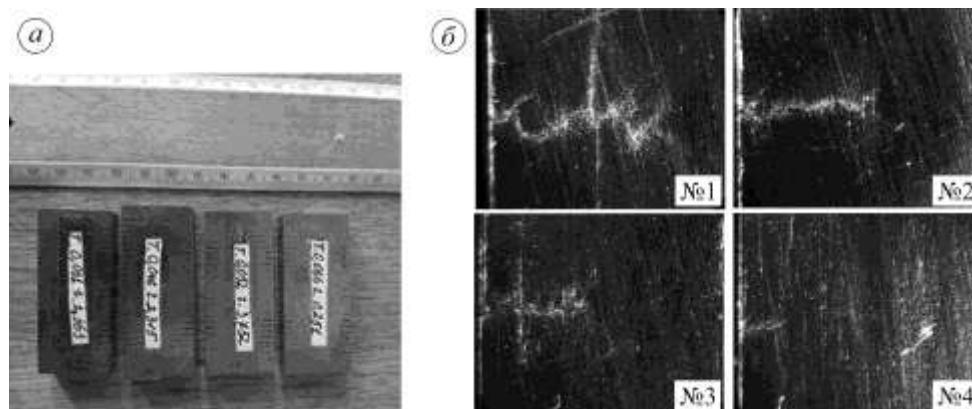


Рис. 5. Загальний вигляд зразків (а) та тріщини на їх торці (б).

Розміри тріщин у тестових зразках

Номер зразка (див. рис. 5б)	Ширина, мм	Глибина, мм
1	0,052	3,75
2	0,046	2,32
3	0,031	2,36
4	0,066	0,25

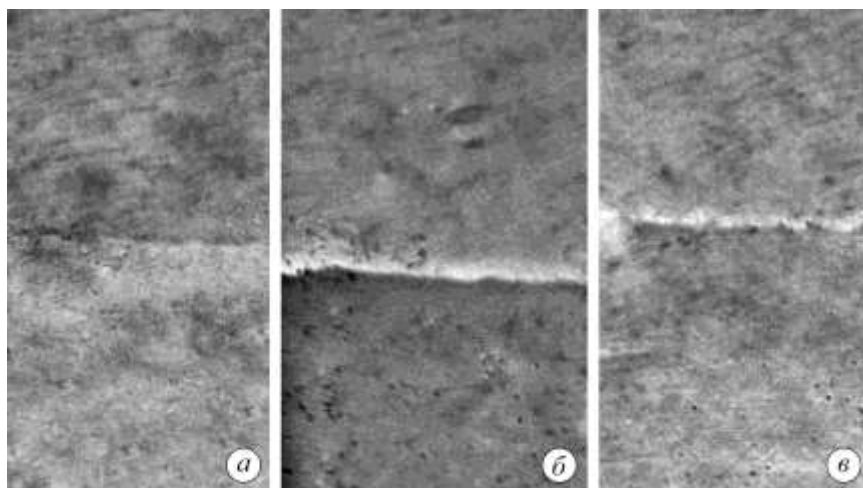


Рис. 6. Магнетооптичні зображення втомної тріщини зразка № 1 за використання першого МОС (а) і втомних тріщин зразків № 1 (б) і № 2 (в) після застосування другого МОС.

Збуджували МП у тестових зразках котушкою, намотаною на п-подібне ферито-ве осердя, яке притискали до поверхні зразка з протилежного до розташування тріщини боку. Під час досліджень використовували постійне МП різної інтенсивності. За протікання в обмотці котушки постійного струму амплітудою 1 А на поверхні зразка біля тріщини виникало МП зі середнім значенням індукції 10 мТ. Отримані магнетооптичні зображення для першого і другого типів ферит-гранатової плівки після їх оброблення і контрастування подано на рис. 6.

Аналізуючи магнетооптичне зображення на рис. 6а, можна зробити висновок, що перший тип МОС недостатньо чутливий, оскільки розташування найбільшої за розмірами тріщина (зразок № 1) ледве помітно. Другий виявився придатнішим і давав можливість спостерігати розташування тріщин у зразках № 1 і 2, але його чутливість була також недостатня, щоб виявити менші тріщини у зразках № 3 і 4.

ВИСНОВКИ

Створено експериментальну установку для дослідження ефективності магнетооптичних характеристик ферит-гранатових плівок в засобах неруйнівного контролю. Для двох типів плівок з однаковим хімічним складом $\text{Lu}_{1,51} \text{Ho}_{0,56} \text{Bi}_{0,93} \text{Fe}_{4,1} \text{Al}_{0,9} \text{O}_{12}$, вирощених у різних технологічних умовах, встановлено залишкову намагненість, інтенсивність поля насичення, а також період доменної структури. Виявлено, що плівки мають однаковий період, а їх залишкова намагненість та інтенсивність поля насичення суттєво відрізнялися – у 3 та 1,5 рази, відповідно.

Для ефективного виявлення прихованих дефектів з допомогою досліджуваних типів ферит-гранатових плівок створено макет переносного пристрою, який випробувано на спеціально підготовлених тестових зразках з вирощеними тріщинами відомих розмірів. Виявлено, що другий тип плівки чутливіший до дефектів типу закрита тріщина порівняно з першим.

1. Novotný, P.; Machá, P.; Sajdl, P. Diagnostics of austenitic steels by coercivity mapping. *NDT & E International*. **2008**, 41(7), 530–533. <https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2008.05.003>
2. Kasahara, K.; Wang, S.; Ishibashi, T.; Manago, T. Magneto-optical images of submicron-size Bi-substituted YIG patterns prepared by electron-beam irradiated metal-organic decomposition. *Japanese Journal of Applied Physics*. **2019**, 58(6), 060906. <https://doi.org/10.7567/1347-4065/ab1fc7>
3. Hashimoto, R.; Itaya, T.; Uchida, H.; Funaki, Y.; Fukuchi, S. Properties of Magnetic Garnet Films for Flexible Magneto-Optical Indicators Fabricated by Spin-Coating. *Method Materials*. **2022**, 15, 1241. <https://doi.org/10.3390/ma15031241>
4. Tehranchi, M.M.; Hamidi S.M.; Eftekhari, H.; Karbaschi, M.; Ranjbaran, M. The inspection of magnetic flux leakage from metal surface cracks by magneto-optical sensors. *Sensors and Actuators A: Physical*. **2011**, 172(2), 365–368. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2011.09.010>
5. Deng, Y.; Liu, X.; Fan, Y.; Zeng, Z.; Udpa, L.; Shih, W. Characterization of Magneto-Optic Imaging Data. *IEEE transactions on magnetics*. **2006**, 42(10), 3228–3230. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2006.878419>
6. Joubert, P.-Y.; Pinassaud, J. Linear magneto-optic imager for non-destructive evaluation. *Sensors and Actuators A*. **2006**, 129, 126–130. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2005.11.028>
7. Ubizskii, S.B.; Pavlyk, L.P.; Syvorotka, I.I. Performance characteristics of magneto-optic visualization of the spatially irregular magnetic field by means of indicator film method. *Bulletin of Lviv Polytechnic National University*. **2009**, 646, 133–146. (in Ukrainian)
8. Baziljevich, M.; Barness, D.; Sinvani, M.; Perel, E.; Shaulov, A.; Yeshurun, Y. Magneto-optical system for high speed real time imaging. *Rev. Sci. Instrum.* **2012**, 83, 083707. <https://doi.org/10.1063/1.4746255>
9. Agalidi, Yu.S.; Levii, S.V.; Troitskii, V.A.; Posypaiko, Yu.N. Magneto-optic flaw detection in subsurface layers of ferromagnetic products. *Nondestructive Testing and Evaluation*. **2007**, 4, 16–20. (in Russian)
10. Agalidi, Y.; Kozhukhar, P.; Levyi, S.; Turbin, D. Enhanced magneto-optical imaging of internal stresses in the removed surface layer. *Nondestructive Testing and Evaluation*. **2015**, 30(4), 347–355. <https://doi.org/10.1080/10589759.2015.1044527>
11. Li, Y.; Gao, X.; Zhang, Y.; You, D.; Zhang, N.; Wang, C.; Wang, C. Detection model of invisible weld defects by magneto-optical imaging at rotating magnetic field directions. *Optics & Laser Technology*. **2020**, 121, 105772. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105772>

12. Maksymenko, O.P.; Suriadova, O.D. Application of magneto-optical method for detection of material structure changes. *Information Extraction and Processing*. **2021**, 49(125), 32–36. <https://doi.org/10.15407/vidbir2021.49.032> (in Ukrainian)
13. Eftekhari, H.; Tehrani, M.M. Miniaturized Magneto-optical imaging sensor for crack and micro-crack detection. *Optik*. **2020**, 207, 163830. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2019.163830>
14. Cheng Y.; Deng Y.; Bai L.; Chen K. Enhanced Laser-Based Magneto-Optic Imaging System for Nondestructive Evaluation Applications. *IEEE transactions on instrumentation and measurement*. **2013**, 62(5), 1192–1198. <https://doi.org/10.1109/TIM.2012.2220039>

Одержано 06.08.2024