

ИМПУЛЬСНЫЕ АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ СКОРОСТЕЙ УПРУГИХ ВОЛН В КРИСТАЛЛАХ
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волькейштейн, Ф.Ф. Физико-химия поверхности полупроводников [Текст] / Ф.Ф. Волькейштейн. – М.: Наука, 1973 – 399 с.
2. Зимин С.П. Классификация электрических свойств пористого кремния [Текст] / С.П.Зимин // Физика и техника полупроводников. – 2000. - №3. С. 359-1363.
3. Горячев Д.Н. Свободные люминесцирующие слои пористого кремния [Текст] / Д.Н. Горячев, Л.В. Беляков // Физика и техника полупроводников. – 2010. - №12. С. 1636 - 1639.
4. Гаврилов С.А. Изменение механизма формирования слоев пористого кремния при анодной поляризации [Текст] / С.А. Гаврилов, В.А. Караванский, И.Н. Сорокин, Н.Н. Мельник // Электрохимия. – 2009. - №9. – С. 364-369.
5. Буллах Б.М. Взаимосвязь морфологии пористого кремния с особенностями спектров комбинационного рассеяния света [Текст] / Б.М. Буллах, Н.Е.Корсунская // Физика и техника полупроводников. – 2002. №5. –С. 587-592.

Студентка 5 курса Е.М. Назарова – evgesha_nazarova@mail.ru. К.т.н., проф. В.А. Юзова – yuzovav@yandex.ru, тел.8 (391) 2-498 -203. Студент 5 курса В.В. Гаврилов – vovka_gavrilov@mail.ru ФГАОУ ВПО «Сибирский федеральный университет», каф. «Приборостроение и наноэлектроника».

УДК 534.2; 53.08

ИМПУЛЬСНЫЕ АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ СКОРОСТЕЙ УПРУГИХ ВОЛН В КРИСТАЛЛАХ

П.П. Турчин, А.А. Парфенов, Н.А. Токарев, А.Е. Нестеров,
А.Ю. Тарасова, К.С. Александров

На основе эхо-импульсного метода разработана автоматизированная экспериментальная установка для измерения скоростей упругих волн в кристаллах. Определены скорости акустических волн в пьезоэлектрике $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ и сегнетоэластиках $\text{K}\text{Pb}_2\text{Br}_5$ и $\text{Rb}\text{Pb}_2\text{Br}_5$

Ключевые слова: эхо-импульсный метод, автоматизированные измерения, упругость, монокристаллы.

Введение

Прямые измерения скоростей объемных акустических волн (ОАВ) являются наиболее эффективным методом изучения упругих свойств монокристаллов и других твердых тел [1, 2]. Известны применения таких измерений для определения упругости горных пород [3], композиционных и керамических материалов [4] и др. Определение скоростей звука в материалах, подверженных внешним воздействиям, либо в меняющихся термодинамических условиях, дает информацию о нелинейных характеристиках твердых тел [5-8]. Наиболее полные представления об особенностях рассматриваемых измерений в однородных и анизотропных средах позволяют получить исследования распространения упругих волн в монокристаллах.

Для определения скоростей ОАВ разработаны различные динамические экспериментальные методы – резонансные, фазовые, интерферометрические [1,2,9] – каждый из которых имеет собственную точность и чувствительность. Но наибольшее распространение для исследований упругих свойств монокристаллов получил эхо-импульсный

метод [1,10], точность которого при абсолютных измерениях составляет 10^{-4} , а при относительных 10^{-6} .

Особенности автоматизированных измерений первыми тремя методами описаны в [9]. Подходы и требования к цифровым измерениям импульсными методами изучены в [10]. Вместе с тем являются актуальными вопросы точности автоматизированных измерений, временной стабильности цифровых данных при процессорном управлении акустическими исследованиями, а также новые функциональные возможности детектирования и обработки сигнала, предоставляемые современной цифровой техникой.

В работе исследуются особенности автоматизированных ультразвуковых измерений скоростей упругих волн в монокристаллах эхо-импульсным методом, реализованным на основе цифрового осциллографа DPO 72004 с применением внешней стабилизации его тактовой частоты. Выполнено сопоставление значений скоростей ОАВ в исследованном ранее аналоговом методом тригональном пьезоэлектрике $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ [6] и измеренными разработанным методом. Получены экс-

РАЗДЕЛ III. ИЗМЕРЕНИЯ В ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУКАХ И ТЕХНИКЕ

периментальные значения скоростей ОАВ в тетрагональном $RbPb_2Br_5$ и моноклинном KPb_2Br_5 сегнетоэластиках.

Скорости упругих волн и материальные постоянные

Измерения скоростей акустических волн и определение материальных констант выполняется в образцах монокристаллов, ориентированных относительно кристаллофизических осей координат [7, 11]. Тем самым задается соответствие направлений распространения ОАВ с ориентацией тензоров материальных свойств. Связь между материальными постоянными пьезоэлектриков и скоростями звука устанавливается уравнениями Кристоффеля [5,7]

$$(\Gamma_{il} - \lambda \delta_{il}) U_l = 0, \quad (1)$$

где $\Gamma_{il} = C_{ijkl}^E n_j n_k + \frac{e_i e_l}{\varepsilon^*}$, C_{ijkl}^E - тензор модулей упругости, $e_i = e_{nik} n_i n_k$ и $e_l = e_{pln} n_p n_n$ - пьезоэлектрические векторы (равны нулю в centrosymmetric средах), e_{nik} - пьезоэлектрические постоянные, $\varepsilon^* = \varepsilon_{rs}^n n_r n_s$ - свертка тензора диэлектрической проницаемости ε_{rs}^n , n_i - единичный вектор волновой нормали. Величины скоростей ОАВ v и векторы их поляризации в анизотропных средах отвечают собственным значениям $\lambda = \rho v^2$ и собственным векторам U_l тензора Кристоффеля Γ_{il} и находятся путем решения системы уравнений (1).

Экспериментальные значения скоростей упругих волн позволяют найти значения материальных постоянных (обратная задача кристаллоакустики) в соответствии с уравнениями (1), записанными для различных n_i [3,12].

Автоматизированный эхо-импульсный метод

В данной работе путем модификации стандартной аналоговой измерительной схемы для исследования скоростей ОАВ импульсным методом [5] сконструирована автоматизированная установка (рисунок 1), которая обеспечивает фиксацию в памяти осциллографа последовательности отраженных в образце импульсов.

Короткий (30 нс) импульс с генератора 1 подается на пьезопреобразователь 3 и после многократного отражения в образце 4 серия отраженных импульсов регистрируется осциллографом 6. Вместо стробируемого усилителя [10, 13, 14] или ограничителя сигнала

и узкополосного усилителя [5] в схеме применен широкополосный ограничитель-усилитель сигнала 2 (рисунок 2), изготовленный по планарной технологии на основе малощумящего высокоскоростного операционного усилителя с низким коэффициентом искажений AD8099 [15]. Тем самым ограничивается амплитуда зондирующего импульса до входного уровня напряжения осциллографа 6 и повышается чувствительность метода при регистрации сигналов малой амплитуды.

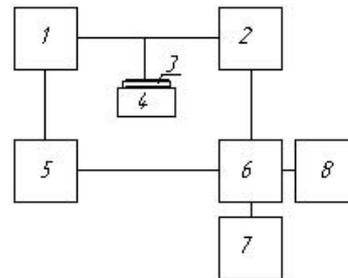


Рисунок 1 - Блок-схема автоматизированного метода. 1 – генератор импульсов Г5-66, 2 – ограничитель-усилитель сигнала, 3 – пьезопреобразователь ($f_{рез.}=30$ МГц), 4 – образец, 5 – задающий генератор AFG 3252, 6 – осциллограф DPO 72004, 7 – рубидиевый стандарт частоты FS725, 8 – персональный компьютер

Рубидиевый стандарт частоты 7 обеспечивает температурную стабилизацию тактовой частоты осциллографа 6. Задающий генератор 5 запускает генератор 1, синхронизирует развертку осциллографа 6 и позволяет управлять временем запуска зондирующих импульсов. Экспериментальное значение скорости ОАВ в реализованной методике находится по известной длине образца l и измеренному времени распространения импульса в образце $\tau : v = \frac{l}{2\tau}$.

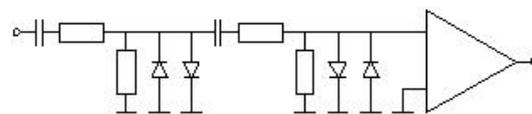


Рисунок 2 - Логическая схема ограничителя-усилителя сигнала

Осциллограф 6 позволяет производить оцифровку сигнала с максимальной частотой дискретизации 50 ГГц по одному каналу. На частоте акустических измерений 30 МГц и при частоте дискретизации 12,5 ГГц на один период регистрируемого сигнала (рисунок 3) приходится более 400 точек, что превышает минимальный предел [10] при цифровой записи. Также существенно упрощаются возможности аппроксимации и цифровой фильтрации сигнала.

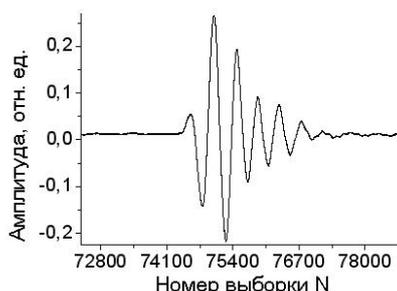


Рисунок 3 - Цифровое изображение эхо-импульса. Частота дискретизации 12,5 ГГц, количество усреднений 1000

Измерение скоростей звука импульсным методом в монокристаллах, где затухание звука, как правило, невелико, приводит к регистрации достаточно большой (30-50 и более) серии отраженных импульсов. Тем не менее, существующие нескоррелированные помехи приводят к дополнительным погрешностям, которые в [5] устраняются применением узкополосного усилителя на частоте измерений. В нашем случае использована функция «усреднение» осциллографа 6, которая позволяет получать среднее значение двух последовательных сигналов. Применение рубидиевого стандарта частоты исключает временные флуктуации регистрируемых импульсов.

Поддержка стандарта GPIB осциллографом 6 делает возможным процесс управления измерениями и обработки данных с персонального компьютера 8. Для ускорения и упрощения измерения τ в среде LabView разработан графический редактор (рисунок 4). Он позволяет отобразить с выбранным разрешением по времени любые два (левое и правое окна сверху рисунок 4) из серии отраженных импульсов (нижнее окно рисунок 4) и определить значение τ путем совмещения курсоров 1 и 2 с подобными фрагментами соседних импульсов, либо среднее значение τ для произвольного числа эквидистантных импульсов.

Тем самым становится возможным определение задержки сигнала в образце (временного интервала между импульсами) путем обработки цифровых данных в графическом редакторе при удаленном доступе.

Экспериментальные исследования скоростей звука

Для измерений скоростей ОАВ использовались образцы монокристаллов в виде прямоугольных параллелепипедов с линейными размерами около 1-2 см. Плоскопараллельность граней образцов была не хуже $\pm 3\text{мк}$. Точность кристаллографической ориентировки. П.П. ТУРЧИН, А.А. ПАРФЕНОВ, Н.А. ТОКАРЕВ, А.Е. НЕСТЕРОВ, А.Ю. ТАРАСОВА, К.С. АЛЕКСАНДРОВ

ки составляла $\pm 3'$. Для проведения эксперимента были взяты исследованные нами ранее [6] образцы монокристаллов $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ (точечная симметрия 32) и монокристаллы сегнетоэластиков RbPb_2Br_5 (4/mmm) и $\text{KРb}_2\text{Br}_5$ (2/m) [16], выращенные из стехиометрических составов методом Бриджмена-Стокбаргера. Последние два монокристалла являются предельными случаями твердых растворов $\text{K}_x\text{Rb}_{1-x}\text{Pb}_2\text{Br}_5$ перспективных для лазерной генерации в среднем ИК-диапазоне и относятся к семейству APb_2X_5 (A=K, Rb; X=Cl, Br) [12, 16]. Все измерения выполнены при комнатной температуре.

Сравнительные результаты измеренных значений скоростей ОАВ в монокристалле $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ аналоговым [5] и разработанным цифровым методом приведены в таблице 1. Значения скоростей ОАВ для всех кристаллофизических направлений и типов поляризаций исследованных волн совпадают в пределах экспериментальной погрешности для обоих методов. Погрешность определения скоростей не превышает 1 м/с в [6] и 2 м/с в настоящей работе. Этот результат демонстрирует эквивалентность примененных для измерений методов.

Полученным автоматизированным экспериментальным методом определены значения скоростей ОАВ в базовых срезах сегнетоэластиков $\text{KРb}_2\text{Br}_5$ и RbPb_2Br_5 (таблица 2). Значения скоростей продольных ОАВ лежат в пределах $1800 \div 2400$ м/с и $1200 \div 1700$ м/с сдвиговых ОАВ в RbPb_2Br_5 и $2200 \div 2600$ м/с и $1300 \div 1600$ м/с в $\text{KРb}_2\text{Br}_5$, соответственно. Можно утверждать, что упругость кристаллов состава APb_2X_5 (A=K, Rb; X=Cl, Br) в среднем растет при наличии ионов в соединении в последовательности $\text{Rb} \rightarrow \text{K} \rightarrow \text{Cl}$. Но эта зависимость не является однозначной для мод SF в направлениях [100] и [010].

Заключение

Разработанный импульсный автоматизированный метод измерения скоростей упругих волн в монокристаллах (рисунок 1) осуществляет все функциональные возможности использованной ранее [5] аналоговой схемы измерений. Таблица 1 демонстрирует эквивалентность (в пределах погрешности метода) данных по скоростям звука, полученных аналоговым [5] и разработанным методами. Результаты не зависят от типа поляризации и направления распространения ОАВ в монокристаллах. Точность проводимых измерений автоматизированным методом достигается внешней стабилизацией тактовой частоты осциллографа.

Использование в экспериментальной схеме цифровых возможностей осциллографа

РАЗДЕЛ III. ИЗМЕРЕНИЯ В ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУКАХ И ТЕХНИКЕ

фа DPO 72004 позволяет без привлечения дополнительных схем автоматизации [10, 17] выполнять единовременное запоминание всей серии отраженных в образце акустических импульсов. Дискретизация сигнала в использованной схеме в режиме real time ос-

циллографа варьируется от минимальной до более 1600 точек на период при частоте измерений 30 МГц. Последующая обработка сигнала становится возможной «удаленным» оператором с привлечением необходимых пакетов математических программ.



Рисунок 4 - Вид окна графического редактора для определения времени задержки между двумя эхо-импульсами (левое и правое окна сверху), отмеченными курсорами 1 и 2 в серии отраженных импульсов (нижнее окно). Пояснения в тексте

Таблица 1 - Скорости OAB (м/с) в монокристалле $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$

\vec{n}	\vec{U}	v , [6]	v , эксперимент
[100]	L	5748,7	5749,4
	SF	3311,5	3310,0
	SS	2379,6	2380,7
[010]	QL	5755,3	5754,2
	QSF	3009,9	3010,2
	SS	2738,2	2738,4
[001]	L	6746,7	6749,7
	S	3052,2	3052,7
$\left[0 \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{1}{\sqrt{2}}\right]$	QL	6312,8	6313,0
	QSF	3332	3331,4
	SS	2431,3	2431,9
$\left[0 -\frac{1}{\sqrt{2}} \frac{1}{\sqrt{2}}\right]$	QL	5963,3	5963,3
	SF	3282,6	3280,9
	QSS	3231,2	3230,3

Таблица 2 - Скорости OAB в монокристаллах состава APb_2X_5 (A=K, Rb; X=Cl, Br)

\vec{n}	\vec{U}	v , м/с		
		RbPb_2Br_5	KPb_2Br_5	KPb_2Cl_5 , [12]
[100]	L	2398,0	2558,8	3010,3
	SS	1231,0	1331,5	1532,8
	SF	1625,7	1516,7	1730,6
[010]	L	2398,4	2238,5	2717,8
	SS	1231,0	1335,7	1521,0
	SF	1626,2	1516,1	1731,3
[001]	L	1828,9	2428,7	2766,2
	SS	1230,2	1331,3	1520,8
			1337,7	1523,6

Выполненные измерения скоростей упругих волн монокристаллов семейства APb_2X_5 (A=K, Rb; X=Cl, Br) демонстрируют корреляцию акустических свойств и позволяют оце-

ИМПУЛЬСНЫЕ АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ СКОРОСТЕЙ УПРУГИХ ВОЛН В КРИСТАЛЛАХ
нить влияние ионов А и Х на упругость этих монокристаллов при комнатной температуре.

Работа выполнена в рамках Междисциплинарного проекта СО РАН №34 и при поддержке гранта Президента РФ «Ведущие научные школы» НШ-4645.2010.2.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Физическая акустика, т.1, ч.А. Методы и приборы ультразвуковых исследований / под ред. У.Мэзона. – М.: Мир, 1966. – 592 с.
2. Труэлл Р. Ультразвуковые методы в физике твердого тела / Р.Труэлл, Ч.Эльбаум, Б.Чик. – М.: Мир, 1972. – 307 с.
3. Александров К.С. Упругие свойства минералов и горных пород / К.С.Александров, Г.Т.Продайвода. - Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2000. – 354 с.
4. Беломестных В.Н. Упругие и акустические свойства ионных, керамических диэлектриков и высокотемпературных сверхпроводников / В.Н.Беломестных [и др.]. – Томск: STT, 2001. – 226 с.
5. Зайцева М.П. Нелинейные электромеханические свойства ацентричных кристаллов / М.П.Зайцева [и др.]. – Новосибирск: Наука, 1986. – 177 с.
6. Сорокин Б.П. Упругая нелинейность и особенности распространения объемных акустических волн в условиях действия однородных механических напряжений в монокристалле $La_3Ga_5SiO_{14}$ / Б.П.Сорокин, П.П.Турчин, Д.А. Глушков // ФТТ. – 1994. – Т.36. - В.10. - С. 2907-2916.
7. Александров К.С. Эффективные пьезоэлектрические кристаллы для акустоэлектроники, пьезотехники и сенсоров. Т.1 / К.С.Александров, Б.П.Сорокин, С.И.Бурков. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2007. – 501 с.
8. Александров К.С. Эффективные пьезоэлектрические кристаллы для акустоэлектроники, пьезотехники и сенсоров. Т.2 / К.С.Александров, Б.П.Сорокин, С.И.Бурков. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2007. – 428 с.
9. Турчин П.П. Автоматизация акустических методов исследований твердых тел / П.П.Турчин [и др.] // Вестник КрасГУ, сер. физ. мат. науки. – 2006. - №1. – С. 34-41.
10. Коробов А.И. Автоматизированная установка для измерения фазы, скорости и амплитуды ультразвуковых волн в твердых телах / А.И.Коробов [и др.] // Измерительная техника. – 1995. - №9. - С. 60-62.
11. Сиротин Ю.И. Основы кристаллофизики / Ю.И.Сиротин, М.П. Шаскольская. – М.: Наука, 1979. – 640 с.
12. Александров К.С. Колебательный спектр и упругие свойства кристалла KPb_2Cl_5 / К.С.Александров [и др.] // ФТТ. - 2005. - Т.47. - В.3. - С. 512-518.
13. Иваса И. Автоматическая ультразвуковая измерительная система с фазочувствительным детектированием / И.Иваса, Х.Коидзуми, Т.Судзуки // Приборы для научных исследований. – 1988. - №2. – С. 139-146.
14. Тулуз Ж. Автоматическая система для измерения ослабления ультразвука и относительных изменений его скорости / Ж.Тулуз, К.Лоней // Приборы для научных исследований. – 1988. - №3. – С. 98-102.
15. Analog device [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://www.analog.com>. – Загл. с экрана
16. Исаенко Л.И. Исследование влияния постепенного замещения $K \leftrightarrow Rb$ на структуру и фазовый переход в твердых растворах $K_xRb_{1-x}Pb_2Br_5$ / Л.И.Исаенко [и др.] // ФТТ. – 2009. - Т.51. - В.3. - С. 554-557.
17. Turchin P.P. The frequency dependences of velocities and attenuations of elastic waves in heterogeneity mediums examination / P.P.Turchin [and others] // Proc. of "2007 IEEE Int. Ultrasonics Symposium", USA, New York, NY. - 2007. P. 1637-1640.

*Доцент П.П. Турчин тел. 8-391-232-50-94, pavelpturchin@lan.krasu.ru; академик РАН **К.С. Александров** - каф. физики конденсированного состояния вещества Сибирского федерального университета, лаб. кристаллофизики института физики им. Л.В.Киренского СО РАН, г. Красноярск. Зав. лабораториями **А.А. Парфенов**; ст.преподаватель **Н.А. Токарев**; аспирант **А.Е. Нестеров** - каф. физики конденсированного состояния вещества Сибирского федерального университета, г.Красноярск. М.н.с. **А.Ю. Тарасова** - лаб.роста кристаллов института геологии и минералогии им. В.С.Соболева СО РАН, г.Новосибирск.*