



ROZPRAWA DOKTORSKA

mgr inż. Ernest Brzozowski

Wyznaczenie stałych mechanicznych, piezoelektrycznych i
dielektrycznych kryształu $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ z pomiarów
akustycznych fal powierzchniowych

Promotor: prof. dr hab. inż. Waldemar Soluch

Warszawa 2011

Składam podziękowania dla

*Pana Profesora Tadeusza Łukasiewicza i
Doktora Andrzeja Kłosa z Zakładu
Technologii Monokryształów Tlenkowych
za wykonanie kryształów tlenoboranu
neodymowo- wapniowego.*

*Koleżanek i Kolegów Technologów za
wytworzenie linii opóźniających.*

*Promotora
Profesora Waldemara Solucha za opiekę
naukową i twórcze dyskusje.*

Spis treści

1 Wstęp.....	2
2 Technologia wyciągania kryształu $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$, jego struktura i podstawowe własności...4	
3 Fale akustyczne w kryształach piezoelektrycznych.....	10
3.1 Akustyczne fale objętościowe.....	10
3.2 Akustyczne fale powierzchniowe.....	13
4 Metody wyznaczania stałych materiałowych.....	17
4.1 Metody oparte o akustyczne fale objętościowe	18
4.2 Metody oparte o akustyczne fale powierzchniowe.....	20
5 Metoda wyznaczenia stałych materiałowych z pomiarów akustycznych fal powierzchniowych.....	23
5.1 Obliczenia wstępne i wybór orientacji do pomiarów	26
5.2 Pomiary akustycznych fal powierzchniowych dla wybranych orientacji.....	37
6 Metoda i wyznaczenie stałych dielektrycznych.....	41
7 Wyznaczenie stałych mechanicznych i piezoelektrycznych.....	47
8 Zastosowania kryształu $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ w technice akustycznych fal powierzchniowych....	61
Podsumowanie.....	66
Literatura.....	67

1 Wstęp

Pomiary stałych mechanicznych, piezoelektrycznych i dielektrycznych kryształów z grupy tlenoboranów ziem rzadkich sprawiają wiele problemów gdy są wykonywane powszechnie stosowaną metodą spektroskopii impedancyjnej. Metoda ta polega na pomiarze częstotliwości rezonansowych akustycznych fal objętościowych generowanych w płaskorównoległych płytkach i belkach. Wyznaczone na tej podstawie stałe materiałowe są obarczone znacznymi błędami wynikającymi z niedokładności wymiarów płytek oraz przybliżeń we wzorach wiążących wymiary z częstotliwościami rezonansowymi. Ponadto stałe są wyznaczone w pewnej kolejności. Do wyznaczenia niektórych stałych potrzebne są wartości stałych wyznaczonych uprzednio, co powoduje kumulację błędów, szczególnie w przypadku kiedy sieć przestrzenna kryształu należy do układu o niskiej symetrii, opisaną tensorami zawierającymi wiele elementów niezerowych. W niniejszej pracy zaproponowano wyznaczenie stałych materiałowych na podstawie pomiaru prędkości i współczynnika sprzężenia elektromechanicznego akustycznych fal powierzchniowych (AFP). Do generacji AFP wykorzystane zostaną przetworniki międzypalczaste naniesione na jednostronnie polerowane płytki krystaliczne. Precyzja wymiarów przetworników wykonanych w procesie fotolitografii oraz możliwość pomiaru parametrów AFP w różnych kierunkach krystalograficznych pozwoli na dokładniejsze wyznaczenie stałych materiałowych.

Kryształ tlenoboranu neodymowo - wapniowy $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ [w skrócie: NdCOB] należy do klasy przestrzennej C_m - układ jednoskośny, grupa punktowa m , w której występuje 13 niezależnych stałych mechanicznych s_{ij}^E , 10 stałych piezoelektrycznych d_{kl} i 4 dielektryczne ε_{mn}^S (rys. 1), gdzie $i, j, l = 1, 2, \dots, 6$; $k, m, n = 1, 2, 3$.

$$s_{ij} = \begin{bmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} & 0 & s_{15} & 0 \\ & s_{22} & s_{23} & 0 & s_{25} & 0 \\ & & s_{33} & 0 & s_{35} & 0 \\ & & & s_{44} & 0 & s_{46} \\ & & & & s_{55} & 0 \\ & & & & & s_{66} \end{bmatrix} \quad \text{a)}$$

$$d_{kl} = \begin{bmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{24} & 0 & d_{26} \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & 0 & d_{35} & 0 \end{bmatrix} \quad \text{b)}$$

$$\varepsilon_{mn} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & \varepsilon_{13} \\ & \varepsilon_{22} & 0 \\ & & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \quad \text{c)}$$

Rys. 1 Macierze stałych materiałowych w klasie C_m : a) stałe mechaniczne, b) stałe piezoelektryczne, c) stałe dielektryczne

W literaturze doniesienia na temat powyższego kryształu ukazują się od 2006 roku [1, 2, 3, 4, 5]. W [1, 2, 5] przedstawiono technologię wyciągania i wyniki badań propagacji AFP dla wybranych orientacji względem osi krystalograficznych. W [3] podano wymiary komórki elementarnej oraz zmierzone metodą spektroskopii impedancyjnej stałe mechaniczne, dielektryczne i wybrane stałe piezoelektryczne. W [4] przedstawiono wyniki badań podstawowych własności fizycznych NdCOB i podano kompletny zestaw stałych zmierzonych podobnie jak w [3] metodą spektroskopii impedancyjnej. Pomimo zastosowania tej samej metody pomiarowej stałe materiałowe podane w pracach [3] i [4] różnią się. Proponowana w niniejszej pracy metoda oparta o akustyczne fale powierzchniowe zostanie wykorzystana do wyznaczenia stałych materiałowych kryształu NdCOB. Uzyskane dane zostaną porównane i zweryfikowane z wynikami podanymi w literaturze [3, 4].

2 Technologia wyciągania kryształu NdCOB, jego struktura i podstawowe własności

Kryształ NdCOB należy do rodziny tlenoboranów wapniowych opisanych ogólnym wzorem RCOB, gdzie *R* oznacza pierwiastek z grupy ziem rzadkich, np. Gd, Nd, Y, La, Pr, Sm, Eu, Dy, Ho, Er [5]. Kryształy tego typu wykazują nieliniowe własności optyczne i znajdują zastosowanie w laserach pracujących z wykorzystaniem harmonicznych. Ponieważ sieć przestrzenna kryształu NdCOB jest niecentrosymetryczna (oś polarna, brak środka symetrii), występuje w nim efekt piezoelektryczny.

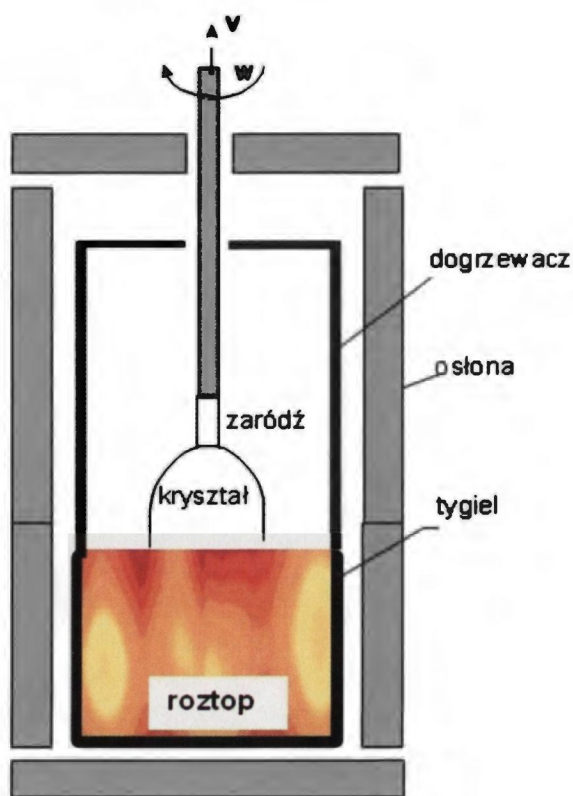
NdCOB badany w niniejszej pracy wyciągano metodą Czochralskiego w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych (ITME) w Zakładzie Monokryształów Tlenkowych. Metoda Czochralskiego została opracowana przez profesora Jana Czochralskiego. Początkowo była wykorzystywana do otrzymywania kryształów metali ze stopionego materiału (roztopu). Później była ona stosowana do otrzymywania kryształów półprzewodnikowych, a kolejnym etapem rozwoju tej technologii było uzyskanie monokryształu tlenkowego CaWO₄. Obecnie metoda Czochralskiego jest szeroko stosowana w produkcji objętościowych materiałów tlenkowych do celów optycznych i w przemyśle elektronicznym: lasery, urządzenia nieliniowe, pasywne, scyntylatory, podłoża.

Otrzymywanie monokryształów metodą Czochralskiego jest możliwe wtedy, gdy składniki topią się kongruentnie a roztop znajduje się w równowadze termodynamicznej, przez co najmniej kilkadziesiąt godzin.

Urządzenie służące do wzrostu monokryształów metodą Czochralskiego schematycznie przedstawiono na rys.2. Stopiony materiał umieszczony jest w tyglu, który może być grzany indukcyjnie, oporowo lub w inny sposób. W przypadku pierwszej, przeważnie stosowanej metody tygiel musi być metalowy, aby mogły w nim powstawać prądy wirowe. Do roztopu od góry wprowadzana jest zaródź w postaci monokrystalicznego pręta o odpowiedniej orientacji. Po wyrównaniu temperatur i ustaleniu się równowagi termodynamicznej na granicy ciecz – ciało stałe, pręt jest wprawiany w obroty i wyciągany do góry. W warunkach istniejącego gradientu temperatury na granicy roztopu i ciała stałego wytwarza się strefa przechłodzenia, w której następuje krystalizacja materiału na zarodzi. Atomy i cząsteczki przyłączają się do zarodzi w położeniach najkorzystniejszych energetycznie i powielają jej budowę przestrzenną.

W procesie wzrostu kryształu istotną rolę gra rozkład temperatur, który jest zapewniany

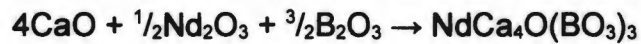
przez odpowiednią budowę urządzenia do wyciągania (rys.2). Tygiel, w którym znajduje się roztop obudowany jest osłonami w postaci litej lub sproszkowanej ceramiki. Przestrzeń nad tygłem zamknięta jest dogrzewaczem i również obudowana ceramiką. Dogrzewacz stanowi zamkniętą rurę metalową, w której powstają prądy wirowe. Dogrzewacz wraz z obudową ceramiczną decyduje o uzyskanym rozkładzie temperatur wewnątrz układu.



Rys. 2 Urządzenie do wyciągania monokryształów

Jako materiały wyjściowe wsadu do wyciągania NdCOB wykorzystano następujące związki chemiczne: tlenek neodymu Nd_2O_3 o czystości 5N, węgiel wapnia CaCO_3 o czystości 4N i tlenek boru B_2O_3 o zawartości wody poniżej 200 ppm. Materiały te poddano wygrzewaniu w celu usunięcia resztek wody i zaabsorbowanych gazów. Tlenek neodymu wygrzewano w temperaturze 700°C w czasie 4 godzin a węgiel wapnia w temperaturze 300°C w czasie 3 godzin. Następnie z wygrzanych materiałów przygotowano naważkę o proporcjach stechiometrycznych. Po wymieszaniu składników prowadzono syntezę w fazie stałej. Najpierw rozłożono CaCO_3 na CaO i CO_2 w procesie wygrzewania w temperaturze 950°C przez 12 godzin. Produkt wygrzewania ponownie mieszano i prasowano pod

ciśnieniem 100 atm. W następnym wygrzewaniu w 1250°C przeprowadzono reakcję syntezy:



Ponieważ NdCOB topi się kongruentnie w 1470°C, proces krystalizacji prowadzono w tyglu irydowym. Jako zaródź zastosowano kryształ o orientacji $\langle 010 \rangle$. Wzrost przebiegał w kierunku osi krystalograficznej b . Wybór osi b był podyktowany tym, że jest ona prostopadła zarówno do osi a i c . Szybkość wzrostu kryształu wynosiła od 0,8 do 1 mm/godz przy prędkości obrotowej od 15 do 20 obr/min. Po wyciągnięciu kryształ chłodzono do temperatury pokojowej z rampingiem 15 – 75°C/godz. Gotowy kryształ ma amarantowe zabarwienie, długość ok. 50mm, średnicę 20 – 25 mm, kąt rozwarcia stożka 120°. Przykładowe zdjęcie jednego z kryształów pokazano na rys. 3.

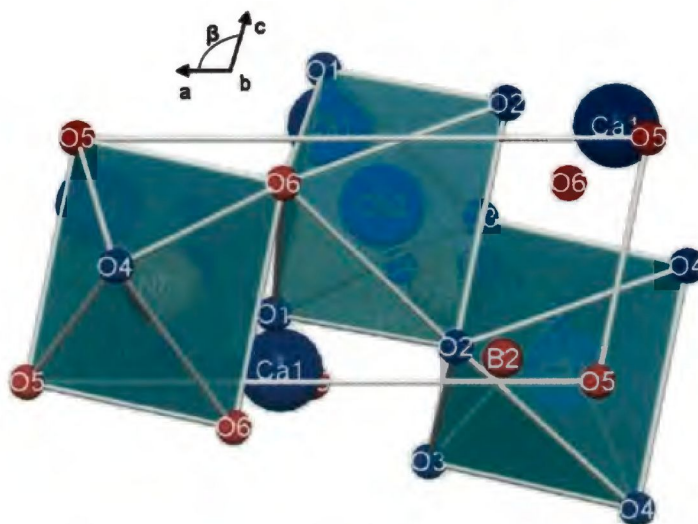


Rys. 3 Kryształ NdCOB wyciągnięty w ITME

Stałe sieci a , b , c i promień jonowy r neodymu zostały wyznaczone [3, 4, 5] z wykorzystaniem dyfrakcji promieni X (tab.1). Różnice w danych pochodzących od różnych autorów prawdopodobnie są spowodowane dokładnością zastosowanych przyrządów. Komórkę elementarną wraz z zaznaczonymi kierunkami osi krystalograficznych, położeniami i rozmiarami jonów schematycznie przedstawiono na rys. 4. Ponieważ promień jonowy Nd^{3+} jest duży w porównaniu z promieniami jonów sąsiadujących, w sieci krystalicznej NdCOB występują duże naprężenia. Są one powodem wysokiej łupliwości kryształu w płaszczyźnie $\langle 20\bar{1} \rangle$.

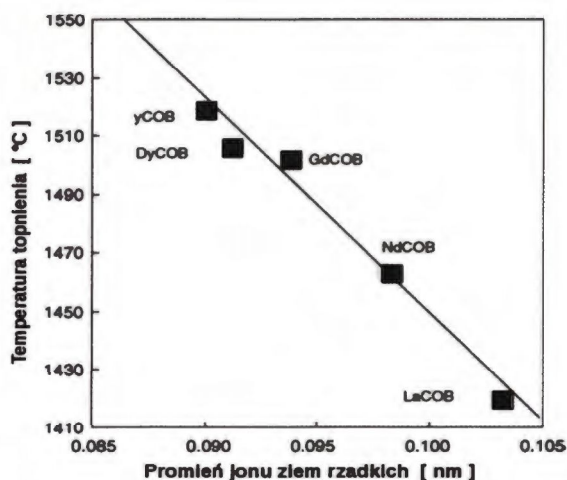
Tab.1. Stałe sieci NdCOB

a	b	c	β [°]	r [Å]	Literatura
[Å]					
8,13	16,06	3,59	101,4	---	[3]
8,145	16,08	3,607	101,37	0,995	[4]



Rys. 4 Komórka elementarna NdCOB [4]

Promień jonu pierwiastka ziem rzadkich wpływa znacząco na temperaturę topnienia danego kryształu RCOB [1]. Im większy promień jonowy tym niższa temperatura topnienia (rys. 5).



Rys. 5 Temperatura topnienia kryształów RCOB w funkcji promienia jonu R⁺ [1]

Twardość wyznaczona przez F. Yu *i inni* [4] za pomocą mikrotestera HXS-1000A dla powierzchni prostopadłej do osi krystalograficznej b wynosi 5.40 w skali Mohra.

Gęstość NdCOB może być wyznaczona metodą Archimedesesa lub na podstawie badań struktury molekularnej. W metodzie Archimedesesa szukana gęstość jest wyliczana z zależności:

$$\rho = \frac{m_0 \cdot \rho_w}{m_0 - m'} \quad (1)$$

gdzie m_0 jest masą kryształu w powietrzu, m' jest masą kryształu po zanurzeniu w wodzie destylowanej o temperaturze pokojowej a ρ_w jest znaną gęstością wody.

Druga metoda wyznaczania gęstości opiera się na zależności:

$$\rho = \frac{m \cdot Z}{abc \cdot \sin \beta} \quad (2)$$

gdzie m jest masą molową kryształu, Z jest liczbą molekuł w komórce elementarnej – w przypadku NdCOB liczba ta wynosi 2, natomiast a , b , c i β są stałymi sieci. Gęstości zmierzone w temperaturze pokojowej różnymi metodami zamieszczono w Tabeli 2.

Tab.2. Gęstość kryształu NdCOB

ρ [g/cm ³]	źródło danych
3,59*	T. Karaki <i>i inni</i> . [3]
3,61* 3,63**	F. Yu <i>i inni</i> . [4]
* wyliczenia ze stałych sieci ** pomiar metodą Archimedesesa	

W klasie Cm występują cztery niezerowe współczynniki rozszerzalności termicznej:

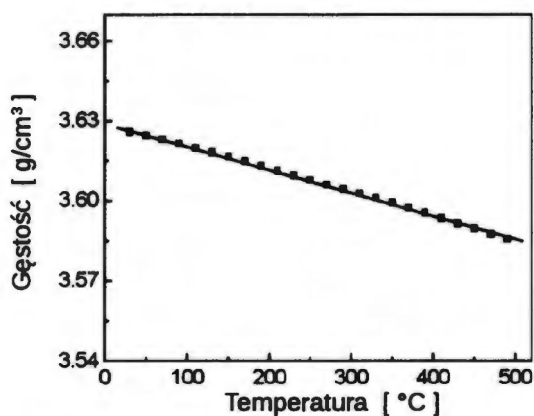
$$\alpha_{ij} = \begin{bmatrix} \alpha_{11} & 0 & \alpha_{13} \\ & \alpha_{22} & 0 \\ & & \alpha_{33} \end{bmatrix} \quad (3)$$

Ich wartości zostały wyznaczone w [4] przy użyciu dylatometru Diamond TMA, Perkin-Elmer na podstawie pomiarów w przedziale temperatur od 25°C do 500°C. Poszczególne współczynniki wyniosły: $\alpha_{11}=8,12$; $\alpha_{22}=5,96$; $\alpha_{33}=10,28$; $\alpha_{13}=0,68$ ppm/°C.

Gęstość w funkcji temperatury może być opisana wzorem [4]:

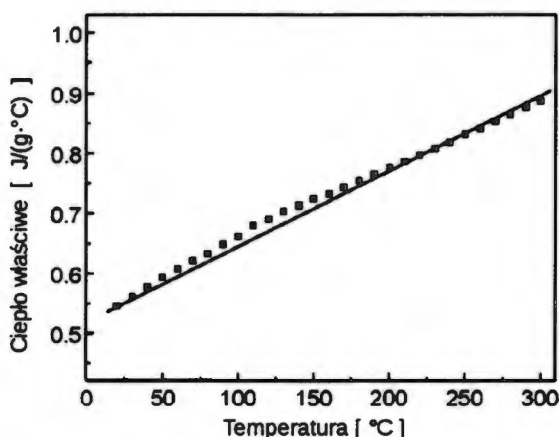
$$\frac{\Delta\rho}{\rho_0} = \frac{\rho - \rho_0}{\rho_0} = (T_{\rho 1})(\theta - \theta_0) + (T_{\rho 2})^2(\theta - \theta_0)^2 + (T_{\rho 3})^3(\theta - \theta_0)^3 \quad (4)$$

gdzie ρ i ρ_0 są gęstościami odpowiednio w temperaturach θ i θ_0 natomiast $T_{\rho 1}$, $T_{\rho 2}$, $T_{\rho 3}$ są temperaturowymi współczynnikami gęstości odpowiednio pierwszego, drugiego i trzeciego rzędu. Na podstawie pomiarów gęstości NdCOB (rys.6) w przedziale temperatur od 20°C do 500°C F. Yu *et al.* [4] wyznaczyli następujące wartości współczynników: $T_{\rho 1} = -22,6$ ppm/°C; $T_{\rho 2} = 1,98$ ppb/°C; $T_{\rho 3} = -10,09$ ppt/°C, które są porównywalne ze współczynnikami kwarcu: $T_{\rho 1} = -34,92$ ppm $T_{\rho 2}(T\rho)^2 = 15,9$ ppb/°C; $T_{\rho 3} = 5,3$ ppt/°C.



Rys.6. Gęstość NdCOB w funkcji temperatury [4]

Ciepło właściwe, wyznaczone w [4] przy użyciu różnicowego kalorymetru skaningowego Diamond DSC, Perkin-Elmer Co, w 20°C wynosi 0,55 J/(g·°C) i wzrasta liniowo w funkcji temperatury (rys. 7). Pomiarzy zostały wykonane przy rampingu 5°C/min. W 300°C ciepło właściwe wynosi 0,89 J/(g·°C). Liniowy charakter zależności $C_p(\theta)$ trudno jest wyjaśnić na bazie teorii sieci.



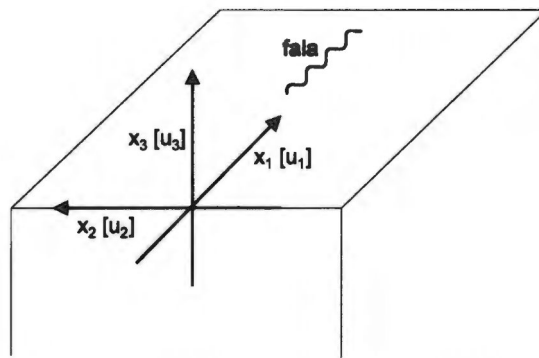
Rys. 7 Ciepło właściwe NdCOB w funkcji temperatury [4]

Duża wartość C_p charakteryzująca NdCOB jest pożądana w aplikacjach wysokotemperaturowych, ponieważ niszczące kryształ gradienty temperaturowe są odwrotnie proporcjonalne do ciepła właściwego.

3 Fale akustyczne w kryształach piezoelektrycznych

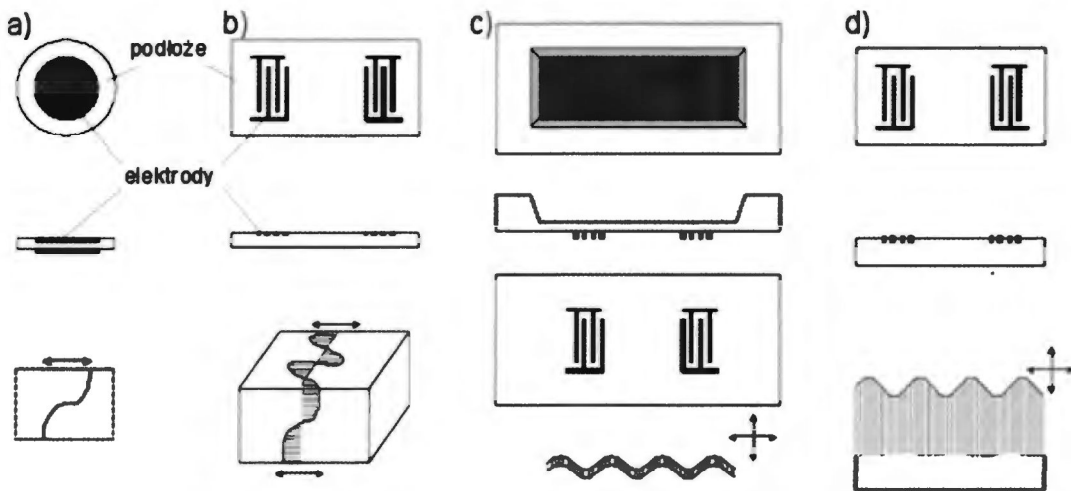
3.1 Akustyczne fale objętościowe

Fale akustyczne różnią się charakterem drgań, płaszczyznami polaryzacji przemieszczeń cząstek ośrodka, płaszczyznami symetrii oraz mogą występować w różnych modach. Do ich generacji stosowane są przetworniki piezoelektryczne realizowane w postaci elektrod metalowych naniesionych na podłoże piezoelektryczne. Typ generowanej fali zależy od materiału podłoża, orientacji krystalograficznej i geometrii przetwornika. Przemieszczenia cząstkowe fali są określone przez cztery parametry: trzy składowe wektora przemieszczeń mechanicznych (rys. 8) – podłużna u_1 , poprzeczna u_2 i pionowa u_3 oraz potencjał elektryczny φ .



Rys. 8 Składowe wektora przemieszczeń

Akustyczne fale wzbudzone w podłożu piezoelektrycznym można podzielić na fale objętościowe, płytowe, powierzchniowe i pseudopowierzchniowe [6, 7].



Rys. 9 Przetworniki z falami różnego rodzaju [7]

W nieograniczonej przestrzeni piezoelektrycznej występują trzy podstawowe fale objętościowe: dwie fale poprzeczne – wolna i szybka oraz fala podłużna znacznie szybsza od poprzecznych. W przestrzeni ograniczonej dwiema równoległymi płaszczyznami (rys.9 a) propagowane są fale poprzeczne (ang. thickness shear mode – TSM), których przemieszczenia odbywają się równolegle do powierzchni a propagacja w kierunku prostopadłym do powierzchni. Do fal płytowych (rys.9 b, c) są zaliczane:

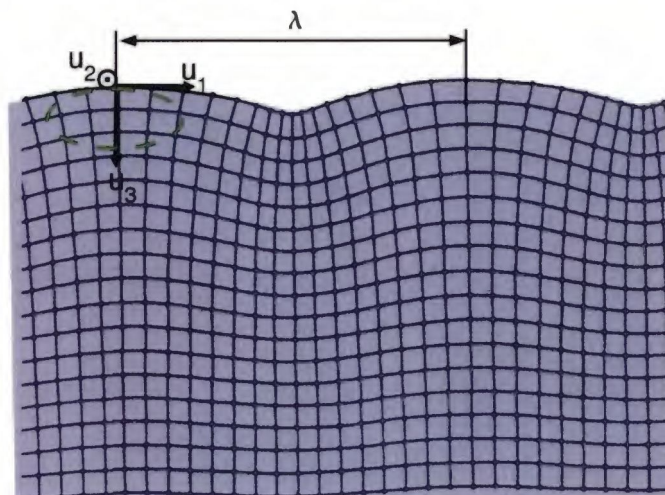
- akustyczne mody płytowe (AMP) (ang. acoustic plate modes – APM). Grubość d płyty, w której mogą być propagowane fale AMP wynosi kilka długości fali. Wśród modów płytowych można wyróżnić fale poprzeczne horyzontalne (ang. shear horizontal – SH-APM), które rozchodzą się zarówno w kierunku prostopadłym jak i równoległym do powierzchni płyty przy czym przemieszczenia są równoległe do powierzchni płyty.
- fale giętne (ang. flexural plate wave – FPW), zwane także asymetrycznymi falami Lamba. Grubość d płyty, w której fale te mogą być propagowane wynosi kilka procent długości fali. Są to fale poprzeczne o przemieszczeniach w płaszczyźnie prostopadłej do powierzchni płyty i kierunku propagacji równoległym do płyty.

Do typu powierzchniowego zaliczane są:

- akustyczne fale powierzchniowe (AFP) (ang. surface acoustic wave – SAW)
- akustyczne fale pseudopowierzchniowe (AFPP) (ang. pseudo-surface acoustic wave – PSAW)
- akustyczne poprzeczne fale powierzchniowe (APFP) (ang. surface transverse wave – STW).

W przypadku AFP (rys.9 d) wektor przemieszczeń ma trzy składowe niezerowe przy czym dominujące są składowe podłużna u_1 i pionowa u_3 . Kierunek propagacji AFP jest równoległy do powierzchni ośrodka [8]. Prędkość AFP jest nieco mniejsza od prędkości pierwszej objętościowej fali poprzecznej rozchodzącej się w tym samym kierunku. AFP są nazywane również falami Rayleigh'a na cześć uczonego, który w 1885 roku uzasadnił teoretycznie ich istnienie. Ich cechą charakterystyczną jest pofałdowanie powierzchni ośrodka (rys.10). Cząstki poruszają się po torach eliptycznych a amplituda przemieszczeń maleje wykładniczo w funkcji odległości od powierzchni. AFP rozchodzą się w warstwie powierzchniowej, której grubość wynosi mniej niż 10 długości fali λ . Ponieważ w ośrodku piezoelektrycznym fala jest sprzężona z potencjałem elektrycznym, warunki elektryczne na powierzchni kryształu mają znaczący wpływ na prędkość propagacji. W przypadku zwarcia

powierzchni przy pomocy cienkiej warstwy idealnego przewodnika o znikomej masie prędkość fali ulegnie zmniejszeniu.



Rys. 10 Deformacja ośrodka z AFP typu Rayleigh'a

Fale AFPP wykazują większą prędkość niż AFP i również posiadają trzy niezerowe składowe wektora przemieszczeń. Ich cechą charakterystyczną jest występowanie odpromieniowania energii w głąb podłoża. W Tabeli 3 zebrano charakterystyczne parametry omawianych fal.

Tab. 3 Charakterystyczne parametry fal

Rodzaj fali	Typ fali	Składowa przemieszczeń w stosunku do kierunku propagacji	Składowa przemieszczeń w stosunku do powierzchni ośrodka	Grubość ośrodka
TSM	Objętościowy	Poprzeczna	Równoległa	$d = \lambda/2$
FPW	Płytkowy	Poprzeczna	Prostopadła	$d \ll \lambda$
SH-APM	Płytkowy	Poprzeczna	Równoległa	$d = (3+10) \lambda$
AFP	Powierzchniowy	Poprzeczna	Prostopadły	$d \gg \lambda$
AFPP	Pseudo-powierzchniowy	Poprzeczna + podłużna	Prostopadła + podłużna	$d \gg \lambda$
APFP	Powierzchniowy	Poprzeczna	Równoległa	$d \gg \lambda$

3.2 Akustyczne fale powierzchniowe

W kryształach piezoelektrycznych występuje sprzężenie się oddziaływań mechanicznych z elektrycznymi. Odształcenie kryształu spowodowane np. przyłożeniem siły powoduje, że pojawia się w nim potencjał i pole elektryczne. Zjawisko to nazywa się efektem piezoelektrycznym prostym. Natomiast umieszczenie kryształu w polu elektrycznym spowoduje odształcenie i naprężenia mechaniczne. Zjawisko to nazywa się efektem piezoelektrycznym odwrotnym. Powyższe oddziaływania są opisane równaniami konstytutywnymi w postaci [9, 10]:

$$\mathbf{S} = \mathbf{s}^E : \mathbf{T} + \mathbf{d} \cdot \mathbf{E} \quad (5)$$

$$\mathbf{D} = \mathbf{d} : \mathbf{T} + \boldsymbol{\varepsilon}^T \cdot \mathbf{E} \quad (6)$$

gdzie: \mathbf{T} jest tensorem naprężeń [N/m^2], \mathbf{S} jest tensorem odształceń [–], \mathbf{E} jest wektorem natężenia pola elektrycznego [V/m], \mathbf{D} jest wektorem indukcji elektrycznej [C/m^2], \mathbf{s}^E jest tensorem sprężystości [m^2/N] przy $\mathbf{E} = 0$, \mathbf{d} jest tensorem podatności piezoelektrycznej [C/N], $\boldsymbol{\varepsilon}^T$ jest tensorem przenikalności elektrycznej [F/m] przy naprężeniu $\mathbf{T} = 0$

lub w postaci:

$$\mathbf{T} = \mathbf{c}^E : \mathbf{S} - \mathbf{e} \cdot \mathbf{E} \quad (7)$$

$$\mathbf{D} = \mathbf{e} : \mathbf{S} + \boldsymbol{\varepsilon}^S \cdot \mathbf{E} \quad (8)$$

gdzie \mathbf{c}^E jest tensorem sztywności mechanicznej przy $\mathbf{E} = 0$, [N/m^2], \mathbf{e} jest tensorem sztywności piezoelektrycznej [C/m^2], $\boldsymbol{\varepsilon}^S$ jest tensorem przenikalności elektrycznej [F/m] przy odształceniu $\mathbf{S} = 0$.

Pola \mathbf{D} i \mathbf{E} są wektorami, a pola \mathbf{S} i \mathbf{T} tensorami drugiego rzędu. Stałe materiałowe \mathbf{c} i \mathbf{s} są tensorami czwartego rzędu, \mathbf{d} i \mathbf{e} trzeciego a $\boldsymbol{\varepsilon}$ drugiego. Liczba składowych tensora rzędu n wynosi 3^n . Tensory opisujące akusto-elektryczne własności kryształów zebrano w Tabeli 4.

Tab. 4 Tensory pól i akusto-elektrycznych własności kryształu

Wielkość fizyczna	Rząd tensora	Liczba składowych
\mathbf{D}, \mathbf{E}	1	$3^1 = 3$
$\mathbf{T}, \mathbf{S}, \boldsymbol{\varepsilon}$	2	$3^2 = 9$
\mathbf{d}, \mathbf{e}	3	$3^3 = 27$
\mathbf{s}, \mathbf{c}	4	$3^4 = 81$

Równania konstytutywne (5), (6) w zapisie tensorowym przyjmują następującą postać:

$$S_{ij} = s_{ijkl}^E T_{kl} + d_{kij} E_k \quad (11)$$

$$D_i = d_{ikl} T_{kl} + \varepsilon_{ik}^T E_k \quad (12)$$

gdzie: $i, j, k, l = 1, 2, 3$.

Rozwinięcie tego zapisu do jawnej postaci jest uzyskiwane przez sumowanie względem powtarzającego się składnika. Zapis $D_i = \varepsilon_{ik} E_k$ rozwija się do:

$$i = 1; \quad D_1 = \varepsilon_{11} E_1 + \varepsilon_{12} E_2 + \varepsilon_{13} E_3 \quad (13a)$$

$$i = 2; \quad D_2 = \varepsilon_{21} E_1 + \varepsilon_{22} E_2 + \varepsilon_{23} E_3 \quad (13b)$$

$$i = 3; \quad D_3 = \varepsilon_{31} E_1 + \varepsilon_{32} E_2 + \varepsilon_{33} E_3 \quad (13c)$$

Druga postać równań konstytutywnych (7), (8) w zapisie tensorowym wygląda następująco:

$$T_{ij} = c_{ijkl}^E S_{kl} - e_{kij} E_k \quad (14)$$

$$D_i = e_{ikl} S_{kl} + \varepsilon_{ik}^S E_k \quad (15)$$

Ponieważ w strukturze tensorów materiałowych występują elementy symetrii, stworzono zapis tensorów we wskaźnikach zredukowanych. Zapis ten jest tworzony zgodnie z Tabelą 5.

Tab. 5 Macierzowy zapis tensora

Zapis tensorowy	11	22	33	23, 32	31, 13	12, 21
Zapis macierzowy	1	2	3	4	5	6

Tensory stałych materiałowych przyjmują wtedy następujące „dwuwymiarowe” postacie:

$$c_{ijkl} = c_{mn} \quad (16)$$

$$e_{ikl} = e_{im} \quad (17)$$

gdzie: $i, j, k, l = 1, 2, 3$; $m, n = 1, 2, \dots, 6$. Macierz stałych mechanicznych uzyskuje wtedy wymiar 6×6 a stałych piezoelektrycznych 3×6 .

W zapisie macierzowym równania konstytutywne (5), (6) wyglądają następująco:

$$S_m = s_{mn}^E T_n + d_{im} E_i \quad (18)$$

$$D_i = d_{im} T_m + \varepsilon_{ij}^T E_j \quad (19)$$

natomiast równania (7), (8):

$$T_m = c_{mn}^E S_n - e_{im} E_i \quad (20)$$

$$D_i = e_{im} S_m + \varepsilon_{ij}^S E_j \quad (21)$$

a związki między poszczególnymi stałymi są następujące:

$$c_{mp}^E s_{pn}^E = I_{mn} \quad (22)$$

$$d_{in} = e_{im} s_{mn}^E \quad (23)$$

$$e_{im} = d_{in} c_{mn}^E \quad (24)$$

$$\varepsilon_{ij}^T - \varepsilon_{ij}^S = d_{im} e_{jm} \quad (25)$$

gdzie: $i, j = 1, 2, 3$; $m, n = 1, 2, \dots, 6$; I_{mn} jest macierzą jednostkową.

Podstawową wielkością charakteryzującą AFP jest prędkość. Oblicza się ją numerycznie algorytmem podanym przez J. Campbell'a i W. Jones'a [11] (w skrócie C.-J.) przy założeniu, że propagacja AFP o pulsacji w przebiega w bezstratnej półprzestrzeni piezoelektrycznej (rys. 10, p.3.1) opisanej tensorami materiałowymi c_{ijkl} , e_{ijk} , ε_{ik} (gdzie $i, j, k, l = 1, 2, 3$) oraz gęstością ρ . Wektor przemieszczeń mechanicznych u_j i potencjał ϕ spełniają równania różniczkowe:

$$c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \cdot \partial x_i} + e_{kij} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x_k \cdot \partial x_i} = \frac{\partial^2 u_j}{\partial t^2} \quad (26)$$

$$e_{ikl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \cdot \partial x_i} - \varepsilon_{ik} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x_k \cdot \partial x_i} = 0 \quad (27)$$

Zakłada się rozwiązanie powyższych równań w postaci:

$$u_j = \beta_j \cdot \exp\left(-\alpha \frac{\omega x_3}{v}\right) \cdot \exp\left[i\omega \left(t - \frac{x_1}{v}\right)\right] \quad (28)$$

$$\phi = \beta_4 \cdot \exp\left(-\alpha \frac{\omega x_3}{v}\right) \cdot \exp\left[i\omega \left(t - \frac{x_1}{v}\right)\right] \quad (29)$$

gdzie v jest szukaną prędkością fali, α jest tłumiennością, β_j ($j=1,2,3$) i β_4 są amplitudami odpowiednio wektora przemieszczeń mechanicznych i potencjału. Układ równań (26) i (27) uzupełniany jest o mechaniczne i elektryczne warunki brzegowe obowiązujące na powierzchni $x_3 = 0$. Warunki mechaniczne: powierzchnia $x_3 = 0$ jest swobodna, zatem składowe T_{3j} tensora naprężeń są równe zero:

$$T_{3j}|_{x_3=0} = 0 \quad j = 1, 2, 3 \quad (30)$$

Warunki elektryczne: powierzchnia $x_3 = 0$ jest elektrycznie rozwarta zatem potencjał Φ jest ciągły na granicy $x_3 = 0$:

$$\Phi_3|_{x_3=0}^+ = \Phi_3|_{x_3=0}^- \quad (31)$$

i ciągła jest składowa normalna indukcji elektrycznej D_3 .

Po podstawieniu równań falowych (28) i (29) do równań różniczkowych (26) i (27) otrzymywany jest układ czterech równań jednorodnych z niewiadomymi β_j , ($j = 1, 2, 3, 4$), którego wyznacznik W powinien równać się zero aby istniało nietrywialne rozwiązanie. Wyznacznik ten jest funkcją prędkości v oraz stałych materiałowych ρ , c_{ij} , e_{kl} , ϵ_{mn} , tutaj zapisanych w postaci macierzowej zgodnie z Tabelą 4. Prędkość przy powierzchni otwartej (swobodnej) v_o wyznaczana jest z warunku zerowania się wyznacznika W :

$$W(v_o) = 0 \quad (32)$$

W niniejszej pracy równanie (47) jest rozwiązywane metodą kolejnych przybliżeń. Prędkość v_m przy powierzchni metalizowanej (zwartej) oblicza się analogicznie jak v_o , tylko że przy warunku brzegowym elektrycznym zwartym:

$$\Phi|_{x_3=0} = 0 \quad (33)$$

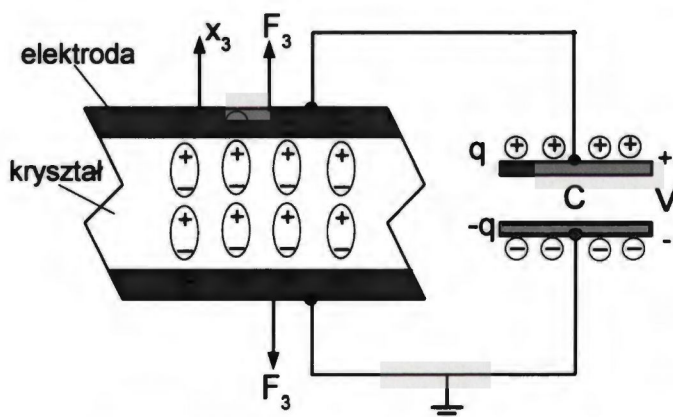
Współczynnik sprzężenia elektromechanicznego dla AFP może być obliczony z zależności:

$$K_o^2 = 2 \cdot \frac{v_o - v_m}{v_o} \quad (34)$$

Ponadto za pomocą algorytmu [11] można obliczyć amplitudy wektora przemieszczeń i kąt przepływu mocy (kąt między prędkością fazową a grupową).

4 Metody wyznaczania stałych materiałowych

Istnieje wiele metod wyznaczania stałych mechanicznych i piezoelektrycznych kryształów. Można je podzielić na metody bezpośrednie i pośrednie. Bezpośredni pomiar stałych mechanicznych wykonuje się za pomocą specjalistycznego drogiego sprzętu, który wytwarza w kryształach naprężenie i jednocześnie mierzy odkształcenie. W bezpośrednim pomiarze stałych piezoelektrycznych wykorzystywany jest efekt piezoelektryczny prosty lub odwrotny. W pierwszym przypadku (rys. 11) wytwarzane jest naprężenie za pomocą siły F i mierzony ładunek q zgromadzony na powierzchni [12]. W drugim przypadku kryształ jest umieszczany w polu elektrycznym a mierzone jest jego odkształcenie. Metody bezpośrednie są rzadko stosowane do wyznaczania wartości stałych materiałowych. Głównie są one wykorzystywane do określania zwrotów osi układu odniesienia (x_1, x_2, x_3). W pomiarze d_{33} zilustrowanym na rys. 11 znaki ładunków są poprawne dla $d_{33} > 0$ i $F_3 > 0$, natomiast dla $d_{33} < 0, F_3 > 0$ lub $d_{33} > 0, F_3 < 0$ znaki ładunków będą odwrotne.



Rys. 11 Zasada bezpośredniego pomiaru stałych piezoelektrycznych

W metodach pośrednich do wyznaczenia stałych materiałowych wykorzystywane są fale akustyczne, których parametry zależą od własności sprężystych ośrodka. W piezoelektrykach fale te łatwo jest wygenerować za pomocą metalowych elektrod. Jeżeli badany materiał nie jest piezoelektrykiem to fale wzbudza się w nim przy użyciu odpowiedniego generatora drgań, którym przeważnie jest przetwornik piezoelektryczny. Rodzaj wzbudzanych fal może być dowolny, ale stosowane są przeważnie akustyczne fale objętościowe (AFO) lub akustyczne fale powierzchniowe (AFP).

4.1 Metody oparte o akustyczne fale objętościowe

Związek między prędkością v AFO rozchodzącej się w kierunku $\vec{l}=(l_1, l_2, l_3)$ a stałymi materiałowymi jest dany równaniem Christoffela [13]:

$$(\Gamma_{ij} - \rho v^2 l_{ij})v_j = 0 \quad (35)$$

gdzie: $i, j = 1, 2, 3$; v_j są składowymi prędkości cząstek ośrodka, l_{ij} jest macierzą jednostkową, elementy Γ_{ij} macierzy Christoffela są dane zależnością:

$$\Gamma_{ij} = l_{iK} \left(c_{KL} + \frac{e_{Kj} l_j}{l_i \epsilon_{ij} l_j} \right) l_{Lj} \quad (36)$$

gdzie: $K, L = 1, 2, \dots, 6$;

$$l_{iK} = \begin{bmatrix} l_1 & 0 & 0 & 0 & l_3 & l_2 \\ 0 & l_2 & 0 & l_3 & 0 & l_1 \\ 0 & 0 & l_3 & l_2 & l_1 & 0 \end{bmatrix} \quad (37)$$

$$l_{Lj} = \begin{bmatrix} l_1 & 0 & 0 \\ 0 & l_2 & 0 \\ 0 & 0 & l_3 \\ 0 & l_3 & l_2 \\ l_3 & 0 & l_1 \\ l_2 & l_1 & 0 \end{bmatrix} \quad (38)$$

Równanie (50) jest jednorodne i posiada nietrywialne rozwiązanie kiedy jego wyznacznik spełnia warunek:

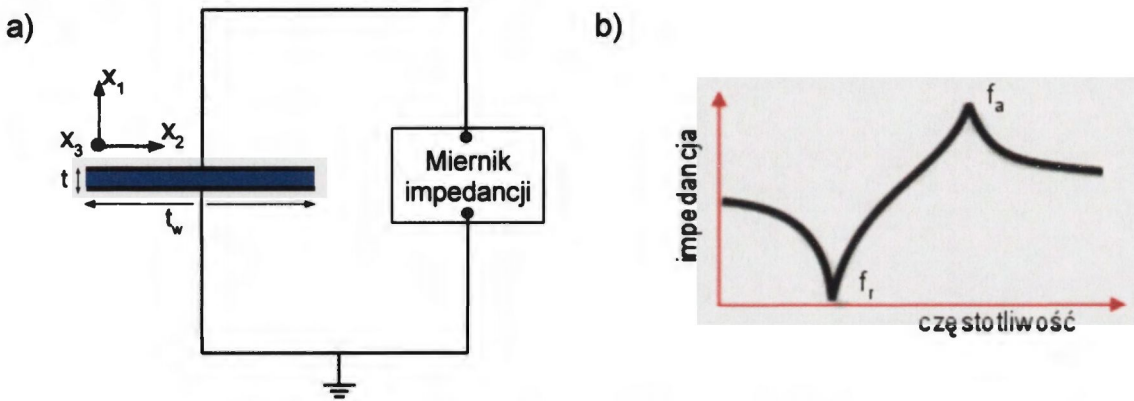
$$\det(\Gamma_{ij} - \rho v^2 l_{ij}) = 0 \quad (39)$$

Z warunku (54) oblicza się trzy wartości własne v_j określające prędkości fazowe trzech wzajemnie prostopadle spolaryzowanych AFO. Prędkości te są analityczną funkcją kierunku propagacji i stałych materiałowych. Mierząc prędkości AFO w odpowiednio dobranych kierunkach krystalograficznych można więc wyznaczyć stałe materiałowe. Prędkość fali w płytce piezoelektrycznej (rys.12a) wygodnie jest mierzyć poprzez obserwację przebiegu jej impedancji w funkcji częstotliwości. Dla częstotliwości drgań własnych amplitudy przemieszczeń cząstek płytki są największe co powoduje powstanie ekstremum impedancji. Na pomiarach impedancji oparta jest metoda spektroskopii impedancyjnej. Jako pierwszy do klasy jednoskośnej zastosował ją W. P. Mason [14]. Badał kryształy $C_6H_{14}N_2O_6$ i $K_2C_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ o symetrii *jednoskośnej 2* opisanej przez

13 stałych mechanicznych, 8 piezoelektrycznych i 4 dielektryczne. Dla AFO podłużnej częstotliwość rezonansu płytki o grubości t jest dana wzorem:

$$f_r = \frac{v}{2t} = \frac{1}{2t\sqrt{\rho s'_{22}}} \quad (40)$$

gdzie s'_{22} jest elementem tensora s_{ij} w układzie odniesienia (x_1, x_2, x_3) .



Rys. 12 Pomiar impedancji płytki piezoelektrycznej a) i typowe spektrum impedancyjne b)

Do wyznaczenia stałych piezoelektrycznych niezbędna jest zależność wiążąca współczynnik sprzężenia elektromechanicznego ze stałymi materiałowymi:

$$K = \frac{d_{12}}{\sqrt{\frac{\epsilon_{11}}{4\pi} s_{22}}} \quad (41)$$

Wyrażenie na współczynnik sprzężenia elektromechanicznego zawiera stałą s_{22} wyznaczoną uprzednio z f_r oraz stałą ϵ_{11} , którą wyznacza się z pomiaru pojemności. Współczynnik K wyznacza się z pomiaru różnicy między częstotliwością rezonansową i antyrezonansową:

$$\Delta f = f_r - f_a \quad (42)$$

$$K^2 = \frac{\pi^2}{4} \frac{\Delta f}{f_r} \left[1 + \left(\frac{4 - \pi^2}{4} \right) \frac{\Delta f}{f_r} + \left(\frac{\pi^2 - 4}{4} \right) \left(\frac{\pi^2}{4} \right) \left(\frac{\Delta f}{f_r} \right)^2 + \dots \right] \quad (43)$$

Zależności (55)-(58) pozwalają na wyznaczenie stałych mechanicznych nie związanych z poprzecznymi AFO. Aby wyznaczyć stałe ścinania należy zmierzyć częstotliwości rezonansowe poprzecznych AFO:

$$f_r = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{c_{66}^{c,E}}{\rho}} \cdot \sqrt{\frac{1}{t^2} + \frac{1}{t_w^2}} \quad (44)$$

gdzie t_w jest szerokością płytki, natomiast $c_{66}^{c,E}$ jest stałą sztywności wyznaczoną z drgań konturowych, których częstotliwość zależy zarówno od grubości i szerokości płytki. Stała ta jest związana z ze stałymi s_{ij} zależnością:

$$c_{66}^{c,E} = \frac{(-1)^{k+l} \cdot \Delta_{k+l}}{\Delta} \quad (45)$$

gdzie Δ_{k+l} jest minorem wyznacznika:

$$\Delta = \begin{vmatrix} s_{11}^E & s_{13}^E & s_{15}^E \\ s_{13}^E & s_{33}^E & s_{35}^E \\ s_{15}^E & s_{35}^E & s_{55}^E \end{vmatrix} \quad (46)$$

W drgającej płytce występują jednocześnie fale podłużne i poprzeczne powodujące występowanie trzech lub więcej pików rezonansowych. Piki przypisuje się do odpowiednich rodzajów drgań na podstawie porównania spektrum impedancji płytki przed i po skróceniu któregoś z jej wymiarów. Jeżeli zmniejszymy np. szerokość płytki z rys. 12a, to częstotliwość pików rezonansowych odpowiadających AFO podłużnej pozostanie bez zmian, natomiast częstotliwość pików odpowiadających drganiom konturowym, zależnym od szerokości t_w ulegnie zmianie zgodnie ze wzorem (59). Metoda spektroskopii impedancyjnej została wykorzystana przy wyznaczaniu stałych materiałowych kryształów z grupy tlenoboranów ziem rzadkich należących do klasy *jednoskośnej m*, w której w odróżnieniu od *jednoskośnej 2* występuje 10 stałych piezoelektrycznych. Stałe tlenoboranu gadolinowo-wapniowego (GdCOB) jako pierwszy wyznaczył Y.Wang i inni [15]. Jednakże wyniki obliczeń prędkości AFP na podstawie tych stałych odbiegają od wyników pomiarów średnio o 300 m/s w płaszczyznach X i Z, a w płaszczyźnie Y różnice dochodzą nawet do 1000 m/s. Stałe [15] z wykorzystaniem spektroskopii impedancyjnej skorygował T.Nishida i inni [16,17] uzyskując zadowalającą zgodność obliczeń z pomiarami AFP. Stałe tlenoboranu lantanowo-wapniowego (LaCOB) wyznaczył zespół kierowany przez H. Shimizu [18]. Pomimo tego, że członkowie zespołu [18] posiadali doświadczenie w stosowaniu spektroskopii impedancyjnej, poprawne wartości stałych podali dopiero w [19].

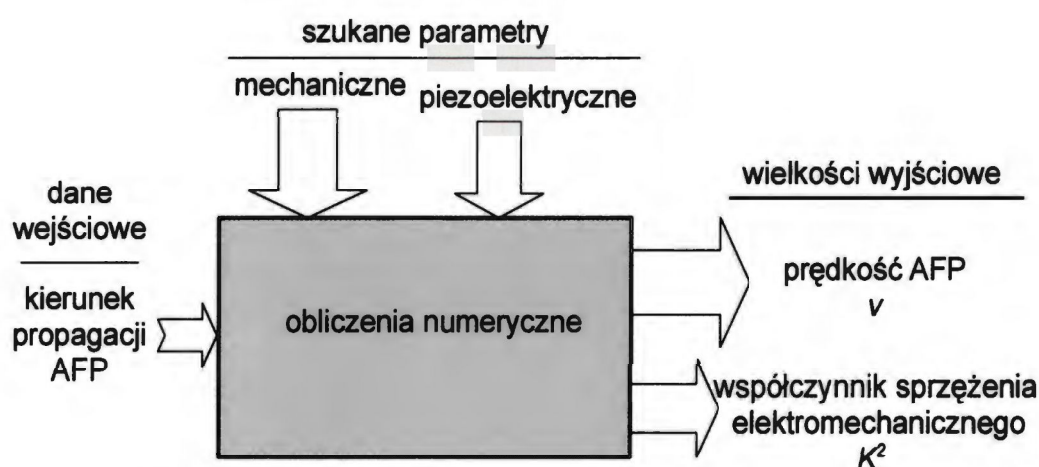
4.2 Metody oparte o akustyczne fale powierzchniowe

Prędkość AFP w kryształach jest związana z jego stałymi materiałowymi poprzez zależności numeryczne. Nie można więc podać w jawnej postaci zależności odwrotnej, na podstawie której ze znanych prędkości i kierunków propagacji wyznaczy się stałe materiałowe. Można natomiast sprawdzić czy parametry ośrodka wyznaczone z pomiarów AFO będą

nadawać się do symulacji numerycznych AFP w tymże ośrodku. Idąc dalej, jeśli w AFP wystąpią niezbyt duże różnice między obliczeniami a pomiarami, to można dokonać dopasowania parametrów ośrodka do pomiarów prędkości. Pierwsza publikacja na ten temat ukazała się w 1988 roku [20]. Autorzy [20] znając dokładne prędkości AFP w powszechnie stosowanym niobianie litu (LiNbO_3) i przyjmując jako punkt startowy stałe materiałowe dostępne w literaturze dokonali ich korekcji metodą najmniejszych kwadratów. W [21] w podobny sposób, ale uzyskując jeszcze większą precyzję poprawiono stałe niobianu litu i tantalanu litu (LiTaO_3). Poprawę precyzji uzyskano dzięki laserowym pomiarom prędkości AFP w płaszczyźnie obrotowego cięcia 128°YX , w której prędkość jest czuła na zmiany wszystkich stałych mechanicznych i piezoelektrycznych. Ponieważ obydwa wymienione kryształy są silnymi piezoelektrykami o dużym współczynniku sprzężenia elektromechanicznego K^2 , stałe piezoelektryczne mają duży wpływ na prędkość AFP i różnicę prędkości występującą między powierzchnią swobodną i metalizowaną. Fakt ten umożliwia korekcję stałych piezoelektrycznych na podstawie pomiaru K^2 z różnicy prędkości AFP przy powierzchni swobodnej i metalizowanej. W słabych i średnich piezoelektrykach, np. w kwarcu (SiO_2) takiej możliwości nie ma. Do tego, żeby wnioskować coś o stałych piezoelektrycznych konieczny jest inny sposób pomiaru, czuły na małe wartości K^2 . W roku 2010 Sturtevant i da Cunha [22] wykorzystali AFP w pomiarach współczynników temperaturowych stałych mechanicznych kryształu LGT ($\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Ta}_{0,5}\text{O}_{14}$). Wartości wszystkich 6 stałych mechanicznych LGT w temperaturze pokojowej są znane. Autorzy [22] wyznaczyli wartości stałych w zadanej temperaturze minimalizując różnicę między zmierzoną a obliczoną prędkością AFP. Orientacje pomiarowe dobrali tak, żeby uzyskać jak największą czułość prędkości na wszystkie stałe mechaniczne. Zastosowanie AFP w badaniach temperaturowych w porównaniu do AFO znacznie upraszcza eksperyment od strony technicznej.

5 Metoda wyznaczenia stałych materiałowych z pomiarów akustycznych fal powierzchniowych

Zakładamy, że znana jest gęstość masy kryształu piezoelektrycznego oraz przybliżone wartości współczynników elastycznych i piezoelektrycznych zmierzonych metodą spektroskopii impedancyjnej [14]. Następnie wyznaczamy stałe dielektryczne z pomiarów pojemności statycznych przetworników międzypalczastych. Należy zmierzyć tyle różnie zorientowanych przetworników ile jest szukanych stałych dielektrycznych. Pojemności statyczne są związane ze stałymi dielektrycznymi poprzez zależności analityczne. Korekcję współczynników elastycznych i piezoelektrycznych zaczynamy od wyznaczenia kierunków propagacji w jakich będziemy mierzyć prędkość i współczynnik sprzężenia elektromechanicznego AFP. Jako kryterium wyboru orientacji przyjmujemy występowanie jak największych pochodnych prędkości po współczynnikach elastycznych. Pochodne obliczamy na podstawie: znanej gęstości masy, wyznaczonych stałych dielektrycznych oraz przybliżonych wartości stałych elastycznych i piezoelektrycznych. Zakładamy, że stałe piezoelektryczne zdecydowanie słabiej wpływają na prędkość AFP przy powierzchni swobodnej niż stałe elastyczne. Następnie przyjmujemy model zilustrowany na rys.13, w którym stałe elastyczne i piezoelektryczne są szukаныmi parametrami, kierunek propagacji fali jest daną wejściową, a wielkościami wyjściowymi są prędkości v i współczynniki sprzężenia elektromechanicznego K^2 .



Rys. 13 Model zależności między parametrami i danymi

Szukane parametry wyznaczamy metodą najmniejszych kwadratów. Ponieważ mamy dwie wielkości wyjściowe, ustalamy dwie funkcje błędu: sumę kwadratów różnic między obliczonymi v_o a zmierzonymi v_z prędkościami fazowymi AFP przy powierzchni swobodnej:

$$S_v = \sum_n [v_o(n) - v_z(n)]^2 \quad (47)$$

oraz sumę kwadratów różnic między obliczonymi K_o^2 a zmierzonymi K_z^2 współczynnikami sprzężenia elektromechanicznego:

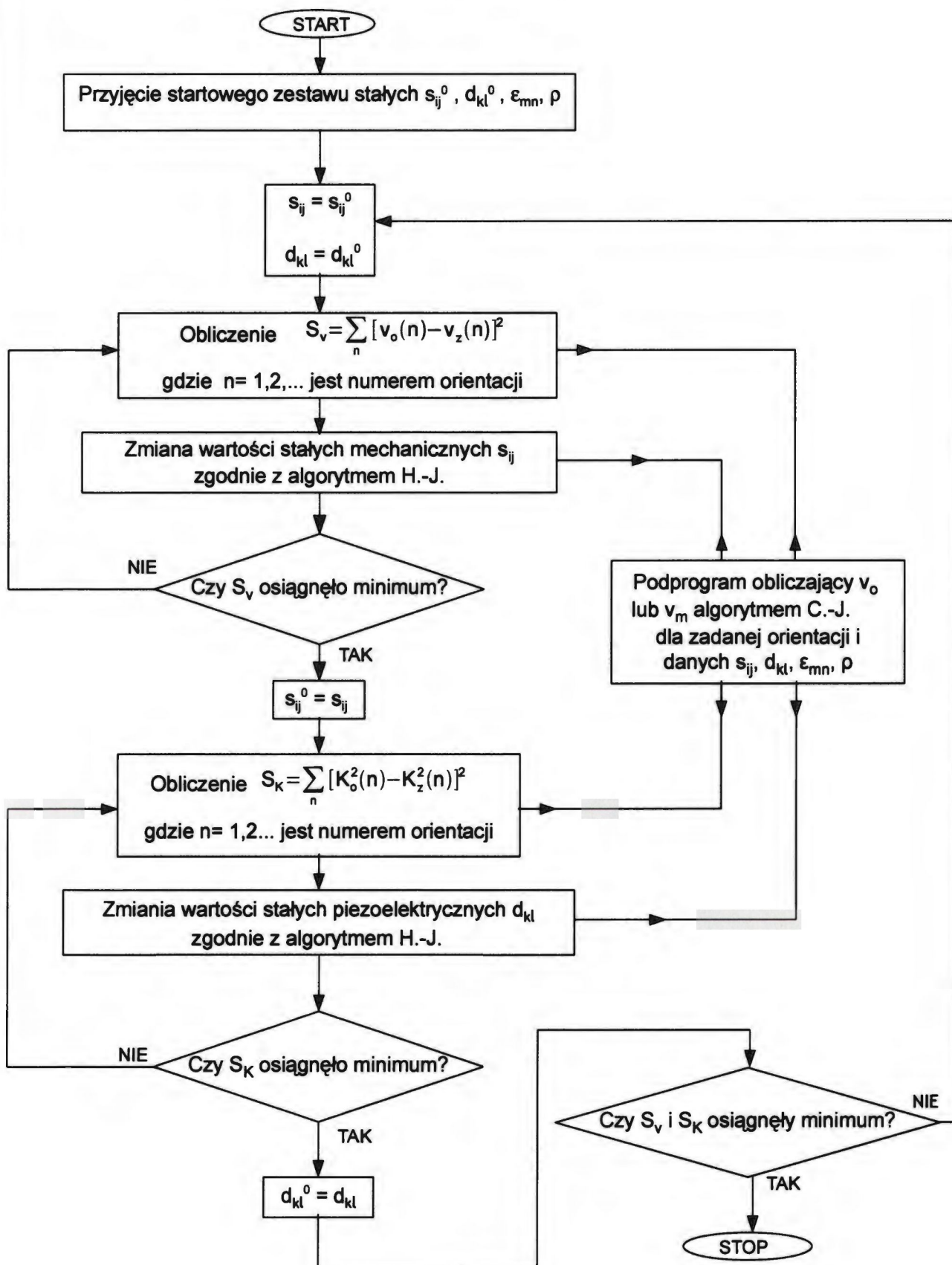
$$S_K = \sum_n [K_o^2(n) - K_z^2(n)]^2 \quad (48)$$

gdzie n jest numerem orientacji.

Najpierw iteracyjnie minimalizujemy sumę S_v zmieniając tylko współczynniki elastyczne z krokiem t_s a współczynniki piezoelektryczne pozostawiając bez zmian. Po osiągnięciu minimum S_v przechodzimy do minimalizacji sumy S_K . Zmieniamy wtedy współczynniki piezoelektryczne z krokiem t_d , natomiast bez zmian pozostawiamy współczynniki elastyczne. W sąsiedztwie minimum S_v lub S_K krok jest zmniejszany. Procedury minimalizacji powtarzamy aż do momentu, w którym krok będzie mniejszy od pewnej minimalnej wartości wynoszącej eps_s dla stałych elastycznych oraz eps_d dla stałych piezoelektrycznych. Kolejność minimalizacji sum S_v i S_K zilustrowano na rys.14.

Funkcje celu S_v i S_K są nieliniowe względem szukanych parametrów i mogą mieć nieciągłe pochodne lub minima lokalne. Takie właściwości funkcji uniemożliwiają użycie większości popularnych numerycznych algorytmów optymalizacyjnych opartych na gradientach. W tym przypadku sprawdzają się metody poszukiwań prostych. Wybrano algorytm optymalizacyjny Hook-Jeeves'a [23] (w skrócie H.-J.), w którym badanie funkcji jest podzielone na dwa etapy: „próbny” oraz „roboczy”. Na etapie próbnym badane jest lokalne zachowanie się funkcji w niewielkim wybranym obszarze, poprzez wykonywanie kroków wzdłuż wszystkich kierunków (wszystkich zmiennych parametrów modelu). Na etapie roboczym wykonywany jest w ściśle określony sposób krok do następnego obszaru, w którym powtarzany jest etap próbny, lecz tylko w tym przypadku gdy przynajmniej jeden z wykonywanych kroków próbnych skutkowało zmniejszeniem wartości funkcji celu. W przeciwnym razie algorytm wraca do poprzednio badanego obszaru i rozpoczyna

poszukiwanie od nowa, ale przy zmniejszonej długości kroku.



Rys. 14. Kolejność minimalizacji sum S_v i S_k

Poniżej został podany dokładny opis algorytmu H.-J.

Dane startowe:

x^0 – punkt startowy

$[d^1, d^2, \dots, d^n]$ – baza wyjściowa utworzona z wzajemnie ortogonalnych wektorów

t – początkowa długość kroku

b – współczynnik korekcyjny zmniejszający t ; $0 < b < 1$

eps – wymagana dokładność obliczeń minimum

n – liczba zmiennych niezależnych.

Etap próbny

(1) Podstaw $j = 1$ oraz oblicz w punkcie x^0 wartość funkcji $q_0 = f(x^0)$

(2) Wzdłuż kierunku d^k wykonaj krok próbny

$$x^k = x^{k-1} + td^k$$

oraz oblicz wartość funkcji w tym punkcie $q = f(x^k)$

(3) Zbadaj czy krok był pomyślny, tzn. czy $q < q_0$. Jeśli tak, to podstaw q w miejsce q_0 oraz przejdź do wykonania punktu (6), natomiast jeśli nie to (4)

(4) Wykonaj krok próbny w przeciwnym kierunku:

$$x^k = x^k - 2td^k$$

oraz oblicz wartość funkcji w tym nowym punkcie

$$q = f(x^k)$$

(5) Zbadaj czy ten krok był pomyślny. Jeśli tak, to podstaw q w miejsce q_0 oraz przejdź do wykonania punktu (6), natomiast w przeciwnym razie pozostaw bieżący punkt bez zmian, czyli podstaw x^{k-1} w miejsce x^k

(6) Zbadaj czy wykonano kroki we wszystkich kierunkach ortogonalnej bazy, czy $k = n$. Jeśli nie, to podstaw $k = k + 1$ oraz powtórz czynności od punktu (2), natomiast jeśli tak, to przejdź do (7)

(7) Zbadaj czy w wykonywanym cyklu poszukiwania wystąpiły kroki pomyślne, tzn. czy $f(x_{B0}) > f(x^k)$, przy czym w pierwszej iteracji $x_{B0} = x^0$. Jeśli tak, to podstaw x^k w miejsce x_B , który nazywany jest punktem bazowym, oraz przejdź do wykonania etapu roboczego, w przeciwnym razie przejdź do (8)

(8) O ile nie zostało spełnione kryterium na minimum, zbadaj czy realizowana iteracja jest pierwszą iteracją. Jeśli tak, to zmień punkt startowy x^0 i powtórz czynności od

punktu (1), jeśli natomiast nie, to powróć do poprzedniego przeszukiwanego obszaru zgodnie z zasadą $x^0 = x_{B0}$, zmniejsz długość kroku o b , tzn. $t = b \cdot t$ oraz rozpocznij wykonywanie procedury od punktu (1).

Etap roboczy

(1) Wykonaj krok roboczy według reguły:

$$x^0 = x_B + (x_B - x_{B0}) = 2x_B - x_{B0}$$

(2) Podstaw x_B w miejsce x_{B0} oraz wróć do realizacji etapu próbnego

Kryterium zbieżności

Jako kryterium zakończenia działania procedury przyjęto warunek, że aktualna długość kroku t będzie mniejsza od pewnego z góry ustalonego eps.

5.1 Obliczenia wstępne i wybór orientacji do pomiarów

Gęstość NdCOB wyznaczono wykorzystując pomiary stałych sieci krystalicznej i zależność (2). Stałe sieci zmierzono za pomocą promieniowania X (Tab. 6), natomiast masę molową występującą w (2) obliczono na podstawie wzoru chemicznego $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ (Tab. 7).

Tab.6. Zmierzone stałe sieci NdCOB

<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	β [°]
[Å]			
8,12 ± 0,01	16,04 ± 0,01	3,6 ± 0,1	101,4 ± 0,1

Tab.7. Masa molowa NdCOB

pierwiastek	Masa atomowa	Liczba molekuł	Masa molekuł
Nd	144,24	1	144,24
Ca	40,08	4	160,32
O	15,99	10	159,9
B	10,81	3	32,43
Masa atomowa cząsteczki:			496,89

Zmierzona w ten sposób gęstość wyniosła $3,59 \text{ g/cm}^3$ i jest zbliżona do danych literaturowych (Tab.1). Błąd graniczny tego pomiaru wynosi $\Delta\rho = \pm 0,11 \text{ g/cm}^3$.

Startowe stałe materiałowe kryształu NdCOB przyjęto z prac [3, 4]. Do ich wyznaczenia obydwaj zespoły badawcze zastosowały spektroskopię impedancyjną nie podając dokładności pomiaru. Przyjęte stałe startowe zamieszczono w tabelach 8, 9 i 10.

Tab. 8 Startowe stałe mechaniczne

$s_{ij}^0 \text{ [m}^2/\text{N}] \cdot 10^{-12}$						
i \ j	1	2	3	4	5	6
1	8,3	-2,0	3,5	0	-0,9	0
2		7,5	-1,6	0	0,5	0
3			9,4	0	0,9	0
4				34	0	1,0
5					22	0
6						20

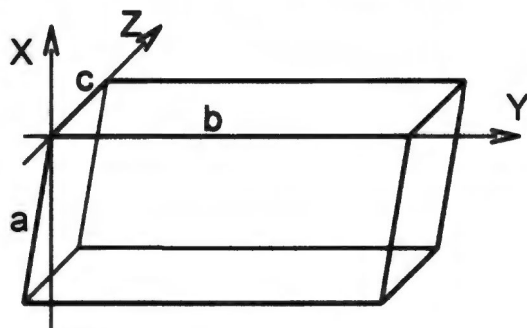
Tab. 9 Startowe stałe piezoelektryczne

$d_{kl}^0 \text{ [C/N}] \cdot 10^{-12}$						
k \ l	1	2	3	4	5	6
1	1,7	3,9	-4,9	0	3,0	0
2	0	0	0	4,5	0	16,5
3	-1,4	-2,5	1,5	0	2,3	0

Tab. 10 Startowe stałe dielektryczne

$\epsilon_{mn}^0/\epsilon_0$			
m \ n	1	2	3
1	9,9	0	-0,8
2		15	0
3			10

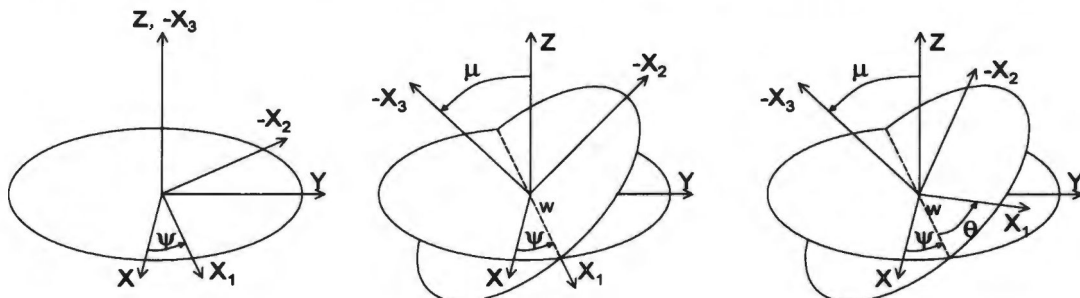
W klasie *jednoskośnej m*, do której należy NdCOB, osie sieci krystalograficznej (a,b,c) są związane z osiami kartezjańskiego prawoskrętnego układu odniesienia (X,Y,Z), zgodnie ze standardem IEEE [15] w następujący sposób: b||Y, c||Z, oś X jest prostopadła do osi Y i Z i tworzy z nimi prawoskrętny układ współrzędnych (rys. 16).



Rys. 16 Związek między osiami (a, b, c) i (X, Y, Z) w klasie *jednoskośnej m*

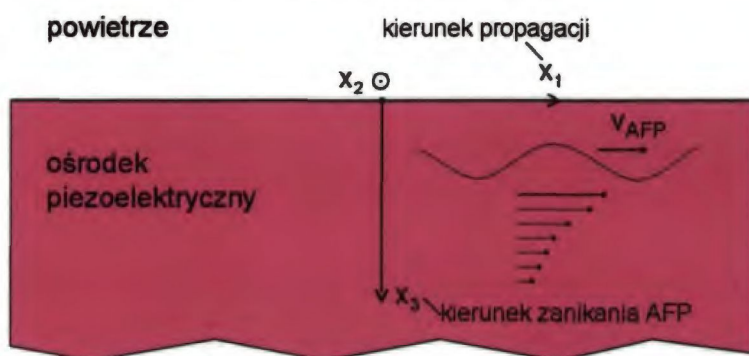
W dalszej części pracy stosowane będą dwa sposoby zapisu orientacji podłoża: za pomocą kątów Eulera [24] i symboliczny. Kąty Eulera są stosowane do określenia wzajemnego położenia dwóch układów współrzędnych (rys. 17). W naszym przypadku jest to układ (X, Y, Z) związany z kryształem i układ (x₁, x₂, x₃) związany z kierunkiem propagacji AFP zwany dalej falowym układem odniesienia (rys. 18). Przecięcie płaszczyzn XY i x₁x₂ wyznacza linię węzłów w. Kąt ψ jest zawarty między osią x₁ a linią węzłów w, kąt μ między osią Z a x₃, kąt θ między linią węzłów a osią x₁. Kierunki przyrostów kątów są zaznaczone na rys. 17. Kąty ψ , μ , θ zmieniają się w granicach od 0° do 360°. W przypadku gdy $\mu = 0^\circ$ lub $\mu = 180^\circ$ przyjmuje się, że linia węzłów pokrywa się z osią x₁. Na podstawie kątów Eulera oblicza się macierz przekształcenia *MP* służącą do transformacji tensorów z jednego układu odniesienia do drugiego:

$$MP = \begin{bmatrix} \cos \psi \cdot \cos \theta - \sin \psi \cdot \cos \mu \cdot \sin \theta & \sin \psi \cdot \cos \theta + \cos \psi \cdot \cos \mu \cdot \sin \theta & \sin \mu \cdot \sin \theta \\ -\cos \psi \cdot \sin \theta - \sin \psi \cdot \cos \mu \cdot \cos \theta & -\sin \psi \cdot \sin \theta + \cos \psi \cdot \cos \mu \cdot \cos \theta & \sin \mu \cdot \cos \theta \\ \sin \psi \cdot \sin \mu & -\cos \psi \cdot \sin \mu & \cos \mu \end{bmatrix} \quad (49)$$



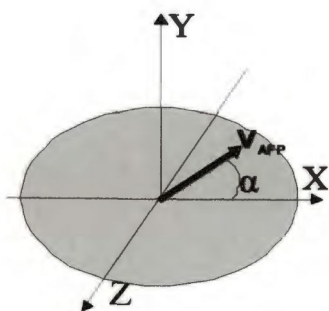
Rys. 17 Kąty Eulera

Prawoskrętny układ współrzędnych związany z kierunkiem propagacji (rys.18) jest wybierany w taki sposób, że kierunek osi x_1 pokrywa się z kierunkiem propagacji fali, oś x_2 jest równoległa do powierzchni a oś x_3 jest prostopadła do powierzchni i zwrócona w głąb kryształu. Fala powierzchniowa Rayleigh'a zależy tylko od zmiennych przestrzennych x_1 i x_3 , przy czym amplituda AFP zanika wykładniczo w kierunku x_3 .



Rys. 18 Układ odniesienia (x_1, x_2, x_3) związany z kierunkiem propagacji AFP

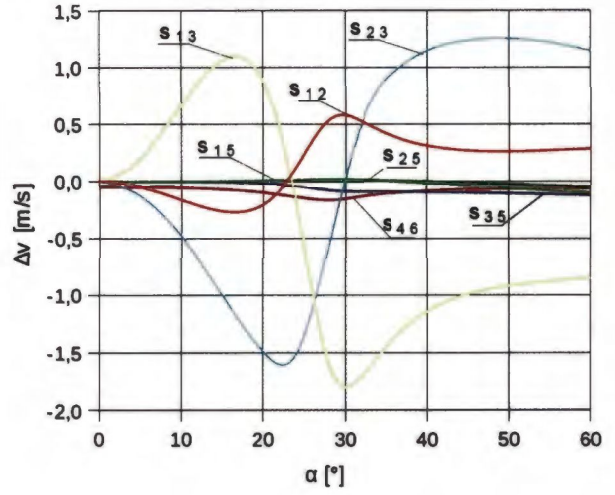
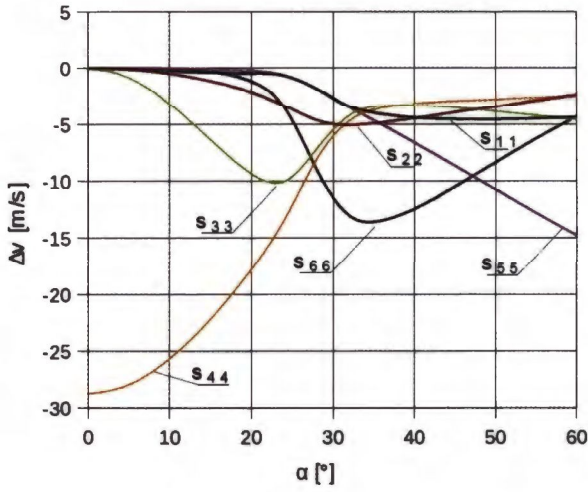
Drugi, symboliczny sposób określania orientacji polega na podaniu osi i kątów wyznaczających płaszczyznę cięcia i kierunek propagacji. Na przykład zapis $YX\alpha$ oznacza podłoże wycięte prostopadle do osi Y, w którym AFP jest propagowana pod kątem α do osi X (rys. 19).



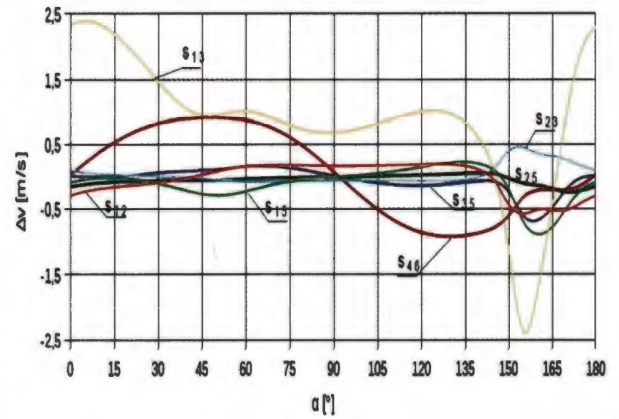
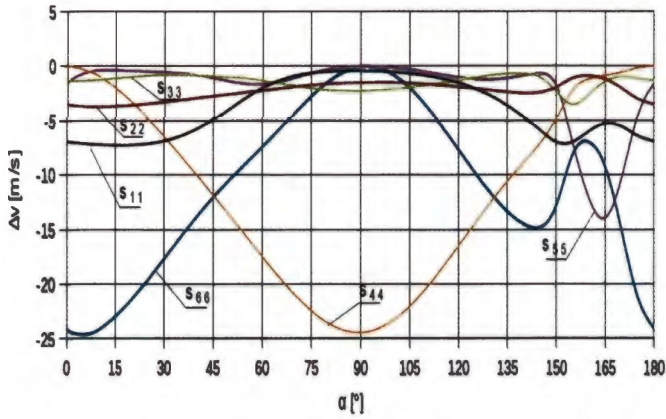
Rys. 19 Orientacja $YX\alpha$

W celu wyznaczenia optymalnych orientacji pomiarowych obliczono zmiany prędkości Δv i współczynnika sprzężenia elektromechanicznego ΔK^2 wywołane zmianami wartości poszczególnych stałych mechanicznych i piezoelektrycznych o $\pm 1\%$. Obliczenia przeprowadzono z wykorzystaniem algorytmu [11] dla trzech płaszczyzn prostopadłych do osi X, Y i Z. Uzyskane wyniki zmian prędkości Δv zaprezentowano na rys. 20 + 23.

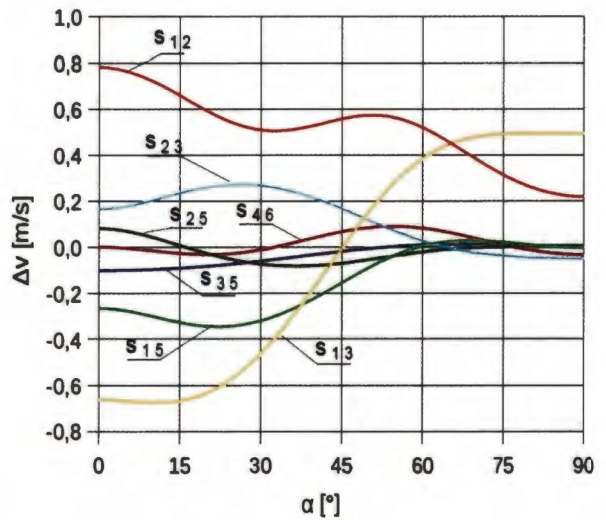
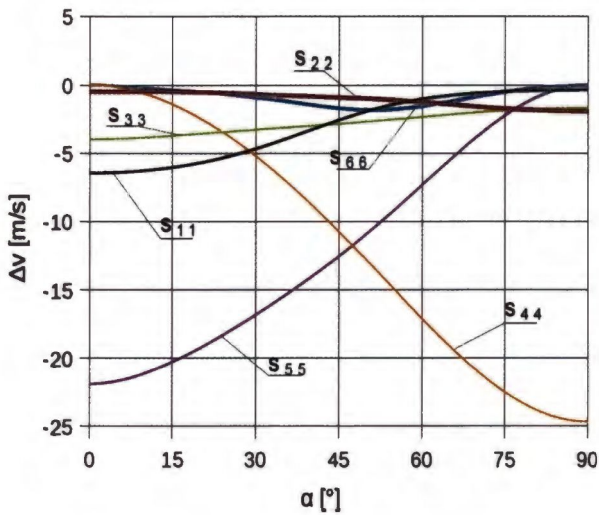
Płaszczyzna X



Płaszczyzna Y

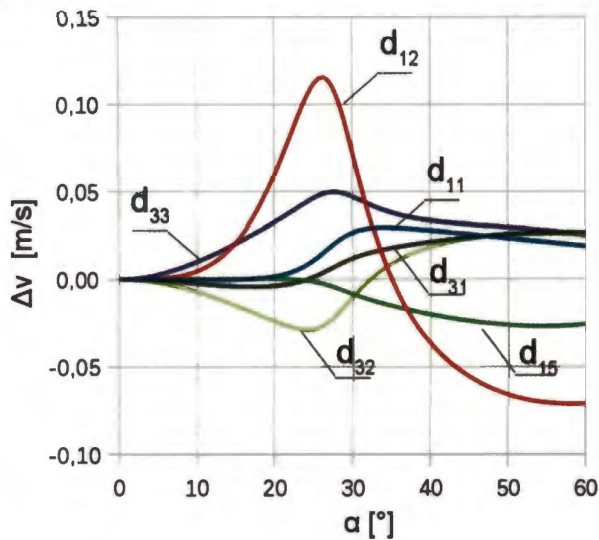
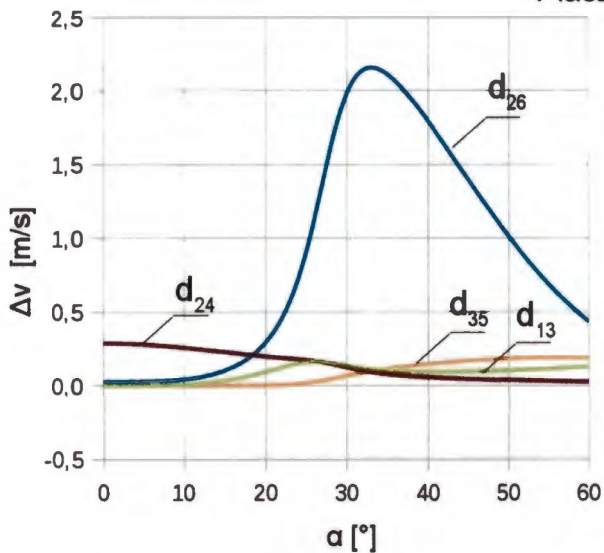


Płaszczyzna Z

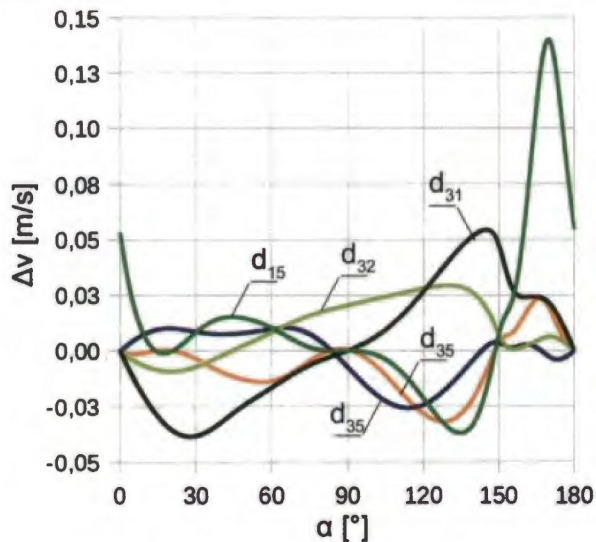
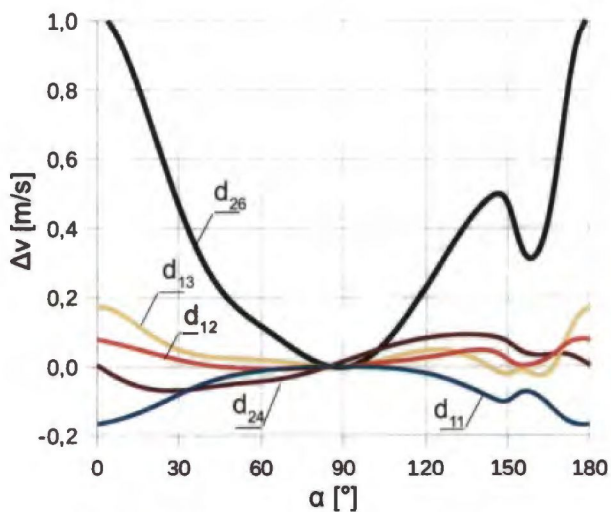


Rys. 20 Czułość prędkości AFP na zmiany stałych mechanicznych

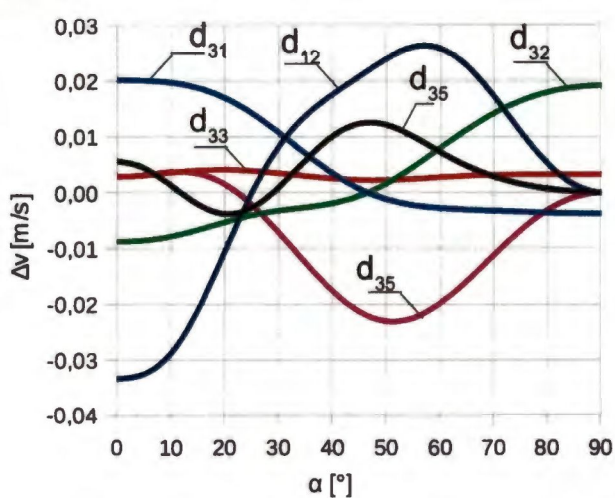
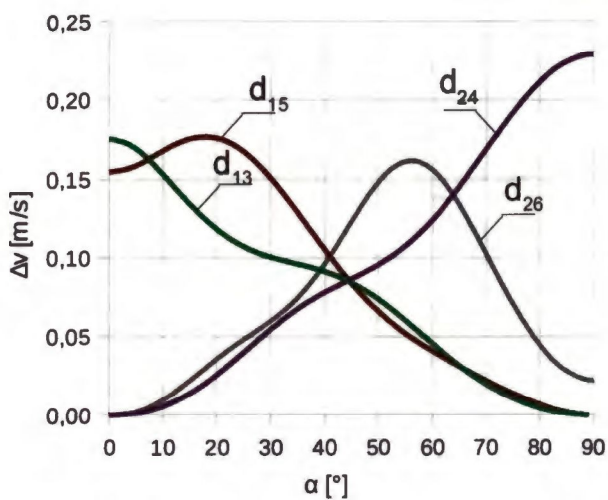
Płaszczyzna X



Płaszczyzna Y

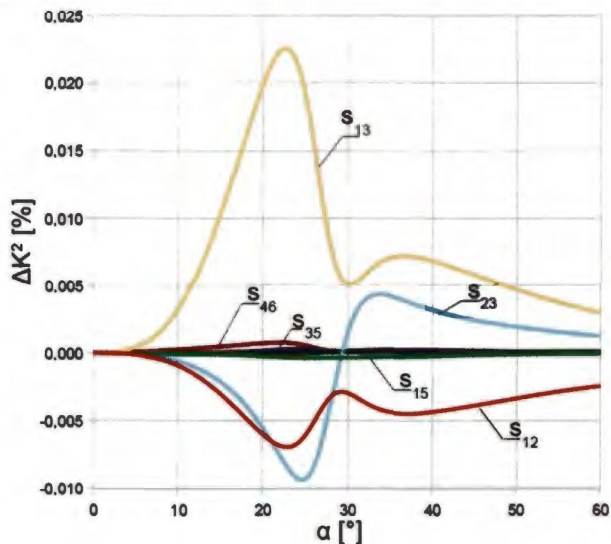
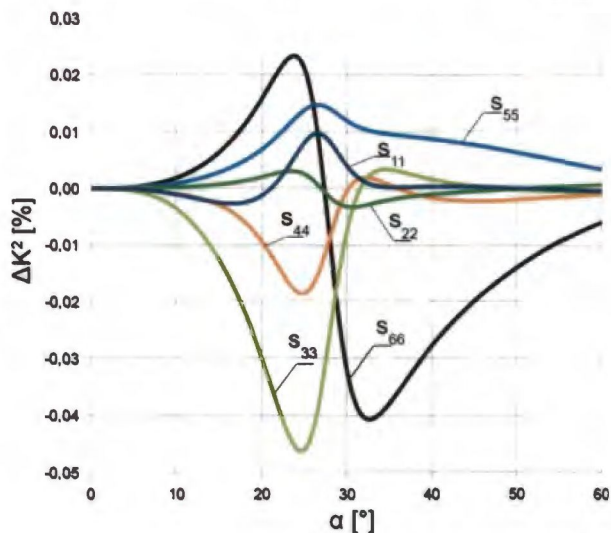


Płaszczyzna Z

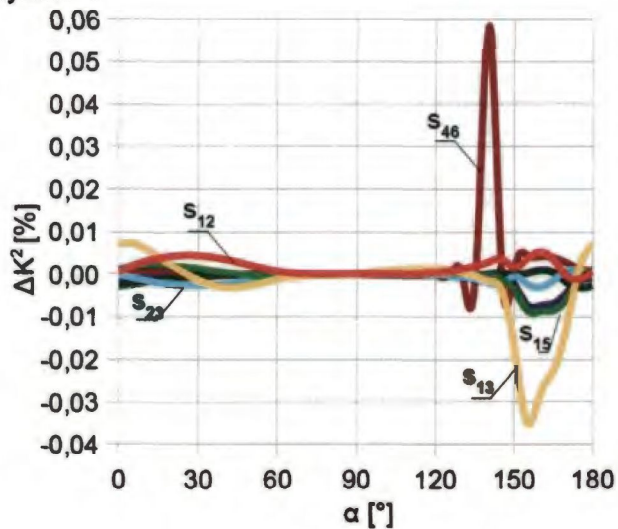
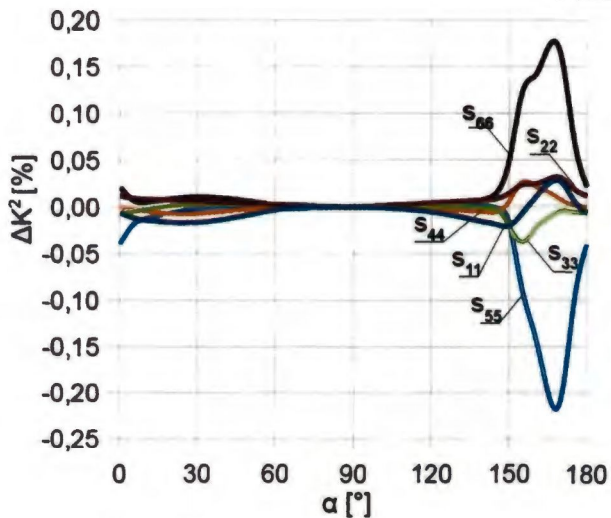


Rys. 21 Czulość prędkości AFP na zmiany stałych piezoelektrycznych

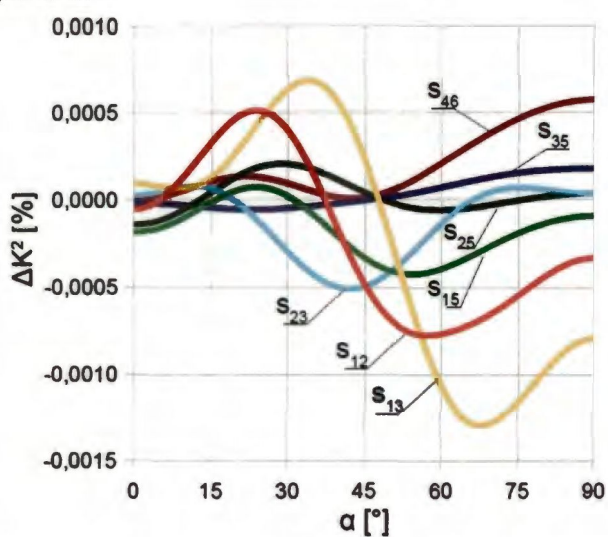
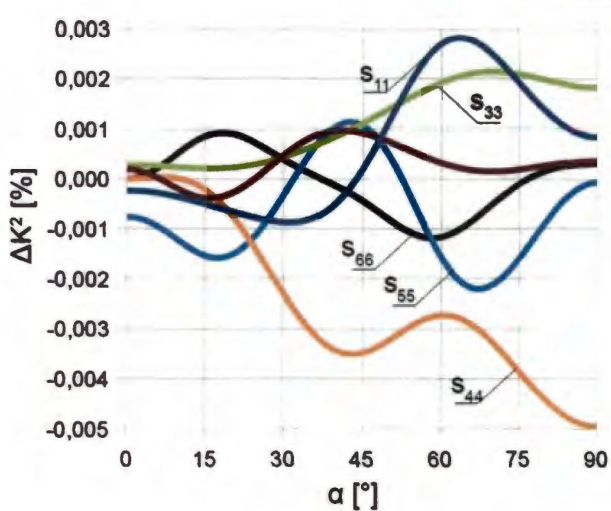
Płaszczyzna X



Płaszczyzna Y

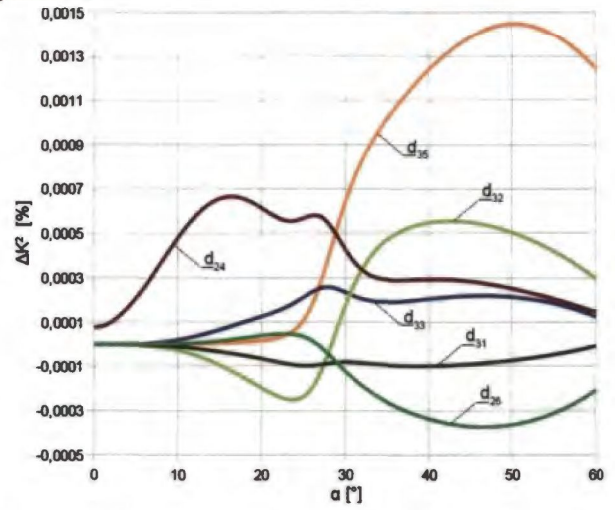
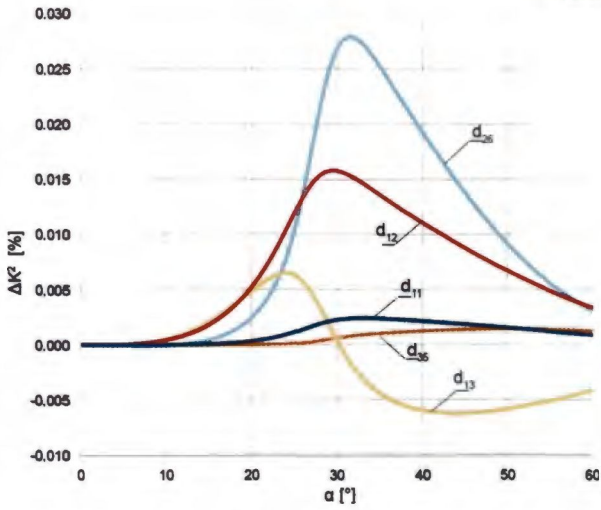


Płaszczyzna Z

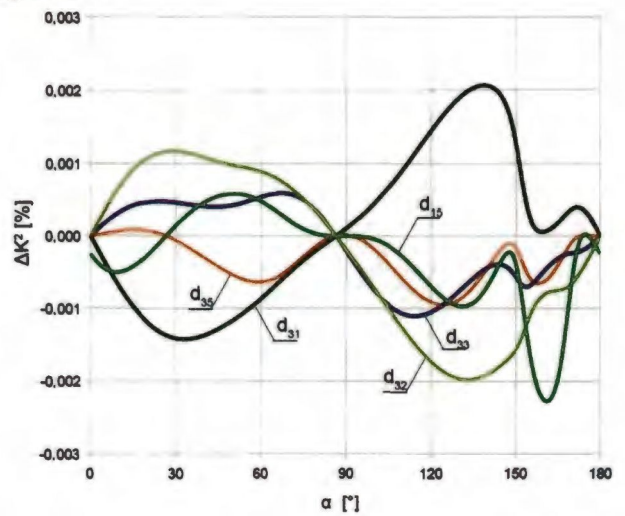
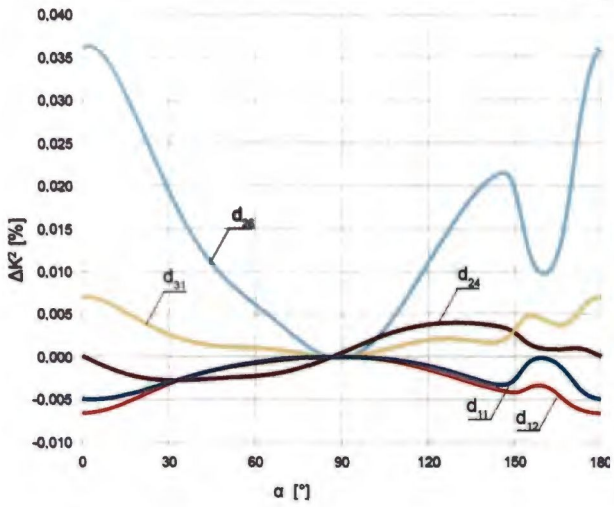


Rys. 22 Czulość współczynnika sprzężenia elektromechanicznego na zmiany stałych mechanicznych

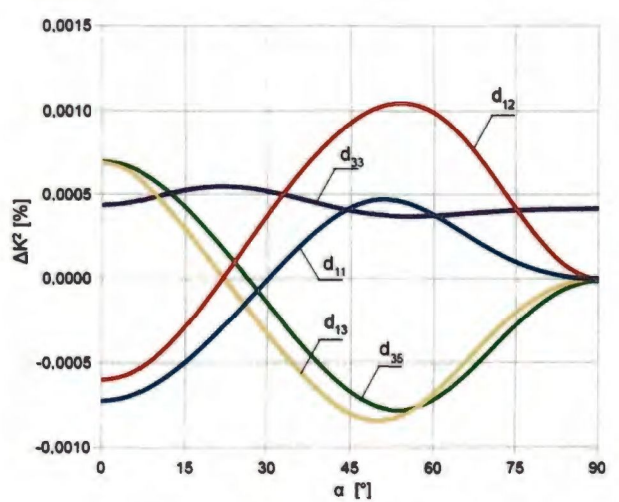
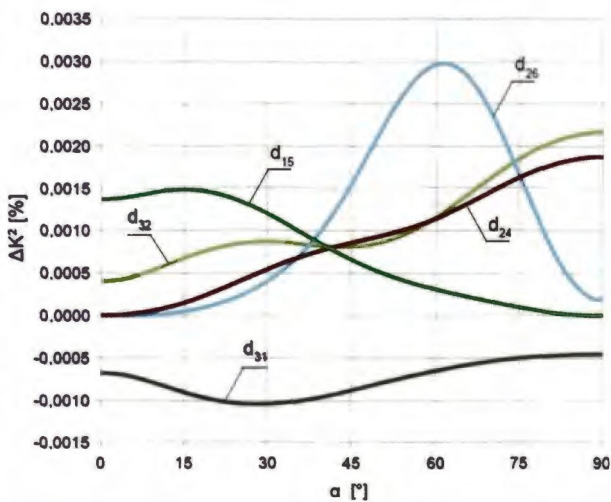
Płaszczyzna X



Płaszczyzna Y



Płaszczyzna Z



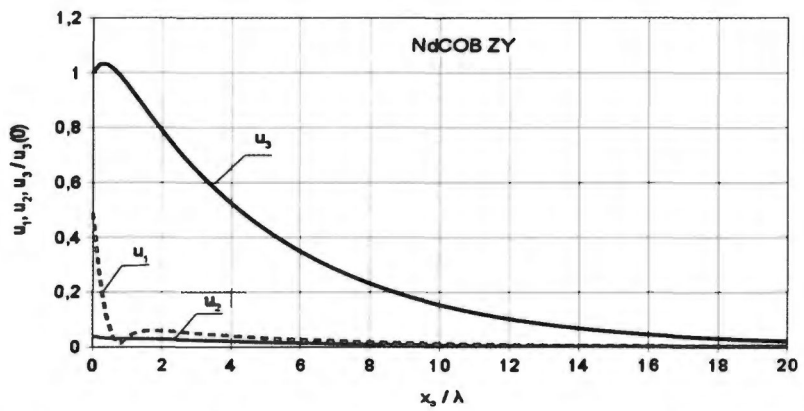
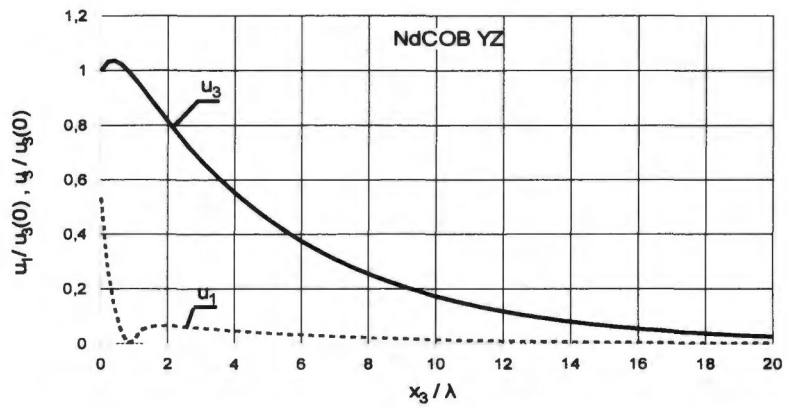
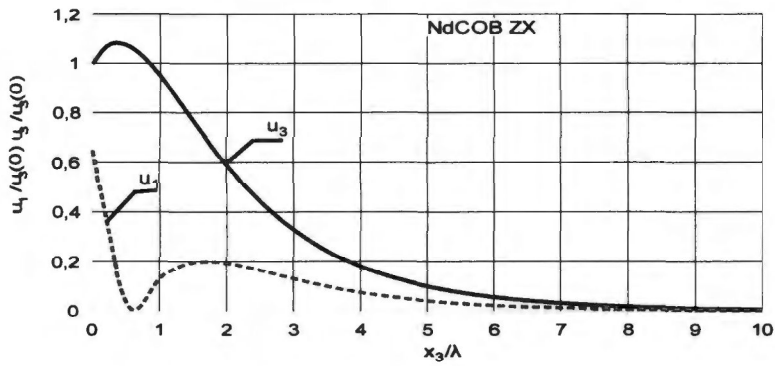
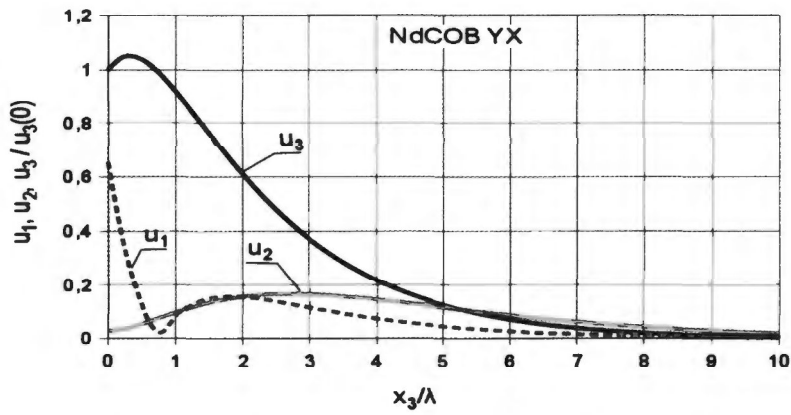
Rys. 23 Czułość współczynnika sprężenia elektromechanicznego na zmiany stałych piezoelektrycznych

Orientacje przeznaczone do pomiarów wybrano na podstawie powyższych kalkulacji oraz założenia, że rozdzielczość pomiaru prędkości AFP z wykorzystaniem linii opóźniającej wynosi 1 m/s. Jeżeli więc przy zmianie danej stałej o $\pm 1\%$ zmiana prędkości wynosi mniej niż 1 m/s, to wyznaczanie tej stałej będzie obciążone błędem względnym ponad $\pm 1\%$. Wszystkie stałe s_{ij} takie, że $i=j$, przy zmianie wartości o $\pm 1\%$ powodują zmianę prędkości dużo większą niż 1 m/s. W przypadku stałych s_{ij} takich, że $i \neq j$, zmiany prędkości nieznacznie przekraczają graniczny 1 m/s. Stałe s_{12} , s_{13} , s_{23} mogą być wyznaczane proponowaną metodą, natomiast stałe s_{15} , s_{25} , s_{35} będą obciążone dużym błędem przypadkowym. W zakresie orientacji obrotowych nie znaleziono kierunków, w których można by ten błąd zredukować. Orientacje wybrane do pomiarów zamieszczono w tabeli 11.

Tab. 11 Orientacje wybrane do pomiarów

orientacja	kąty Eulera [°]		
	ψ	μ	θ
XY20°	90	90	20
XY30°	90	90	30
YX	180	90	0
YX10°	180	90	10
YX20°	180	90	20
YX30°	180	90	30
YX40°	180	90	40
YZ	180	90	90
ZX	0	0	0
ZY	0	0	90

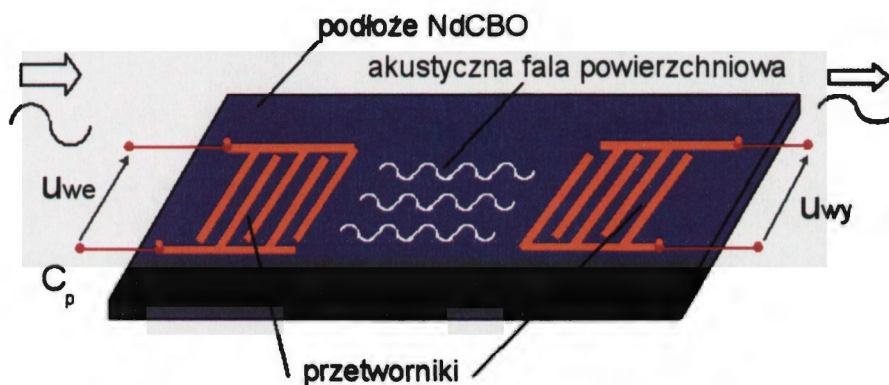
Aby wstępnie przeanalizować własności AFP w wybranych orientacjach obliczono rozkłady amplitud przemieszczeń w głąb podłoża (rys. 24). Z rozkładów tych wynika, że dla orientacji prostych YX, ZX głębokość wnikania AFP wynosi $4 \div 5$ długości fali, natomiast dla orientacji YZ i ZY jest dwa razy większa. W obydwu tych przypadkach AFP nie będzie oddziaływać z dolną powierzchnią płytki o grubości $t = 500 \mu\text{m}$ ($=15,625 \lambda$).



Rys. 24 Rozkłady amplitud przemieszczeń dla orientacji prostych

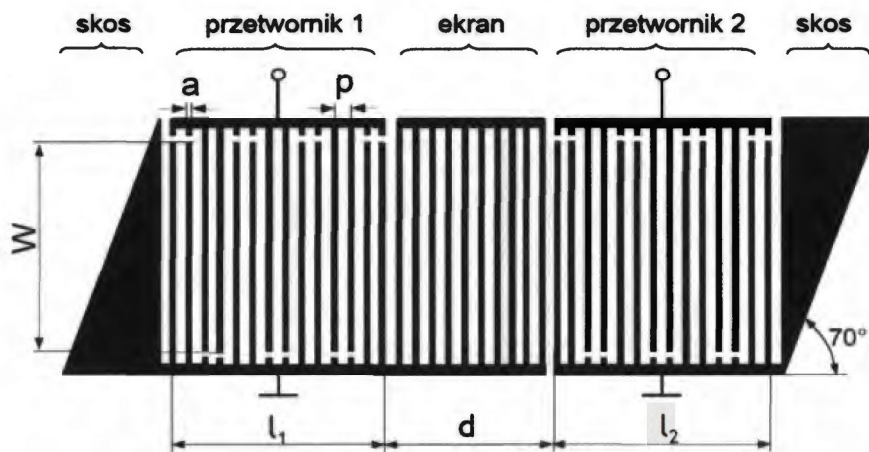
5.2 Pomiary akustycznych fal powierzchniowych dla wybranych orientacji

Typowa linia opóźniająca składa się z dwóch przetworników międzypalczastych naniesionych w formie metalowej warstwy na podłoże wycięte z kryształu piezoelektrycznego (rys.25). W przetworniku kolejne elektrody są podłączone do przeciwległych szyn zbiorczych. Napięcie zmienne u_{we} przyłożone do przetwornika wejściowego wywołuje, poprzez efekt piezoelektryczny prosty, AFP rozchodzącą się po powierzchni kryształu podłożowego. AFP dotarłszy w obszar drugiego przetwornika generuje napięcie poprzez efekt piezoelektryczny odwrotny. Sygnał wyjściowy u_{wy} względem u_{we} jest opóźniony w czasie i słumiony.



Rys. 25 Zasada działania linii opóźniającej

Linia opóźniająca przeznaczona do pomiarów AFP została zaprojektowana tak aby możliwie jak najlepiej wyeliminować potencjalne sygnały zakłócające. Linia ta składa się z przetworników: 1 i 2 oraz ekranu (rys. 26). Funkcją ekranu, którego elektrody są zwarte do masy, jest tłumienie bezpośredniego sygnału elektromagnetycznego występującego między przetwornikami. W przetwornikach jak i w ekranie zastosowano podwójne elektrody eliminujące międzyelektrodowe odbicia fali, które w silnych piezoelektrykach powodują tłumienie sygnału użytecznego. Na krańcach linii opóźniającej umieszczono skosy metalizacji rozpraszające energię AFP, która wychodzi poza obszar przetworników i po odbiciu od krawędzi podłoża wraca jako sygnał zakłócający.



Rys. 26 Konstrukcja linii opóźniającej wykorzystanej do pomiarów

Szczegóły konstrukcyjne wykonanej linii opóźniającej są następujące: okres elektrod $p = 8 \mu\text{m}$, szerokość elektrod $a = 4 \mu\text{m}$ ($= \frac{1}{2} p$), apertura $W = 1,6 \text{ mm}$, długość ekranu $d = 1,2 \text{ mm}$, długości przetworników: $l_1 = l_2 = 2,032 \text{ mm}$, liczba elektrod w przetworniku $N_p = 254$, liczba elektrod w ekranie $N_e = 150$. Ponieważ na długość fali λ przypada 4 elektrody, to $\lambda = 4p = 32 \mu\text{m}$. Grubość warstwy aluminium wynosi $0,1 \mu\text{m}$. W niniejszej pracy elektrody linii opóźniającej wykonano z aluminium naporowanego próżniowo na podłożu NdCOB. Pożądana geometria elektrod została uzyskana przez odpowiednie maskowanie podłoża. Posłużono się tu metodą fotolitografii odwrotnej. Proces technologiczny od momentu pocięcia kryształu na płytce do powstania przetwornika składał się z następujących etapów:

1. Wykonanie maski chrom – szkło

Negatywowa maska kontaktowa chrom – szkło została wykonana przy użyciu elektronolitografu.

2. Wycięcie i przygotowanie płytek podłożowych do maskowania

Kryształ piezoelektryczny został pocięty, pod zadany kąt względem osi krystalograficznych, piłą diamentową na płytce o średnicy $\phi 76\text{mm}$ i grubości $\neq 0,5\text{mm}$. Po wycięciu płytki były polerowane chemiczno - mechanicznie (ang.

CMP chemical mechanical polishing). Następnie przeprowadzane zostało trój etapowe mycie: wstępne, kwaśne i końcowe. Mycie wstępne wykonano przy użyciu wody dejonizowanej oraz detergentów w celu usunięcia resztek past polerskich. Mycie kwaśne przeprowadzano w środowisku stężonego kwasu siarkowego (H_2SO_4) o podwyższonej temperaturze. Ma ono na celu usunięcie zanieczyszczeń organicznych i nieorganicznych. Po kąpieli w kwasie płytki umyto strumieniem wody dejonizowanej pod odpowiednim ciśnieniem. Mycie końcowe stanowiła kąpiel alkaliczno – utleniająca w mieszaninie H_2O , H_2O_2 , NH_3 , podczas której usunięto z powierzchni płytek te zanieczyszczenia, które nie zostały wypłukane podczas kąpieli kwaśnej.

3. Maskowanie płytek podłożowych

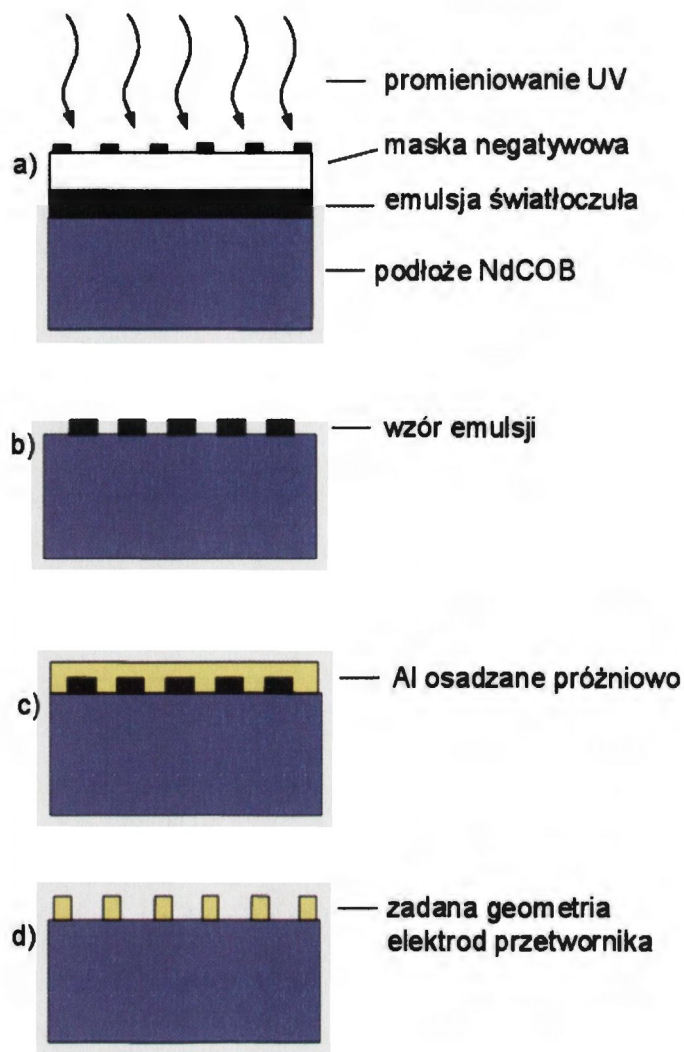
Po oczyszczeniu powierzchni przeprowadzano proces fotolitografii odwrotnej. Na płytkę osadzono, przy użyciu wirówki, emulsję światłoczułą, która następnie została naświetlona przez maskę negatywową promieniowaniem UV o odpowiedniej długości fali (rys.27a). W wyniku naświetlania nastąpiło usieciwienie emulsji odwzorowujące negatyw struktury przetwornikowej. Po czym emulsję wywołało w odpowiednim wywoływaczu, przez co na powierzchni płytki został utworzony wzór (rys.27b).

4. Naparowanie aluminium

Na tak przygotowane podłoże osadzano warstwę aluminium w procesie naparowania próżniowego (rys.27c). Gotowe elektrody przetwornikowe o zadanej geometrii odstonięto w kąpielii acetonowej rozpuszczającej emulsję (rys.27d).

5. Nacinanie płytek na struktury

Struktury na płytce zostały zabezpieczone emulsją przed drobinami podłoża, które zostało pocięte piłą diamentową na fragmenty zawierające pojedyncze struktury. Następnie w kąpielii acetonowej usunięto emulsję zabezpieczającą.



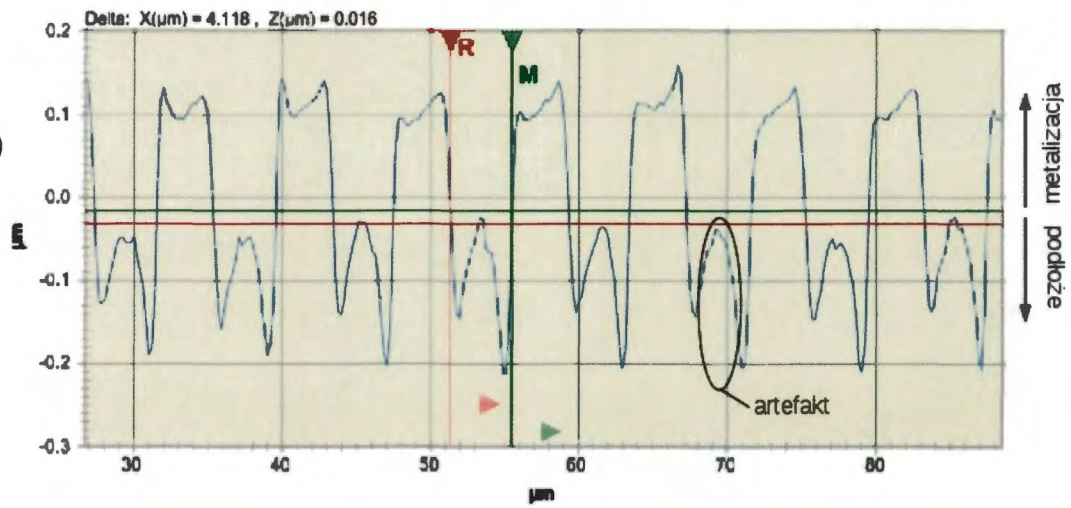
Rys.27 Proces wytwarzania linii opóźniającej

Jakość metalizacji w wytworzonych liniach ma wpływ na pomiar parametrów AFP a więc i na wartość wyznaczanych stałych materiałowych kryształu. Geometrię warstwy aluminium zbadano za pomocą profilometru optycznego Contour GTK1 firmy Veeco. Dokładność odtworzenia wzoru metalizacji w poszczególnych liniach była zbliżona. Przykładowy wynik pomiaru przedstawiono na rys. 28. Przekrój elektrod jest w przybliżeniu prostokątny. Szerokość elektrod i przerw międzyelektrodowych oddziałujących z AFP należy mierzyć na granicy metal-podłoże. Z rys. 28a wynika, że szerokość ta wynosi $4 \pm 0,15 \mu\text{m}$. Widoczne między elektrodami piki są artefaktami wynikającymi ze specyfiki pracy urządzenia w sytuacji kiedy metalizacja lepiej odbija światło niż podłoże.

a)



b)



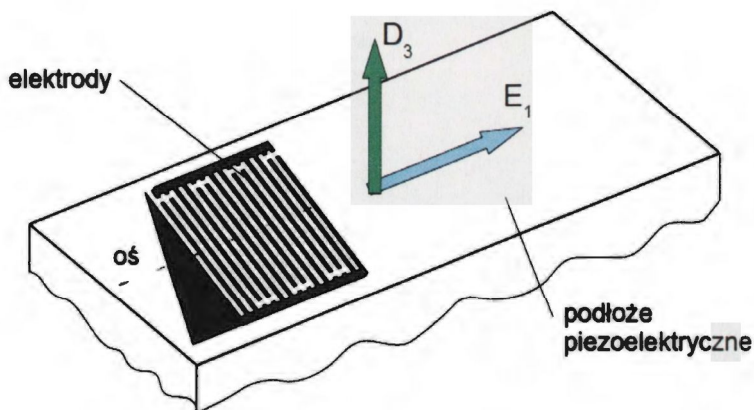
Rys. 28 Profil warstwy metalizacji a) i przekrój elektrod b)

6 Metoda i wyznaczenie stałych dielektrycznych

Efektywna przenikalność podłoża ϵ_e dla dużych liczb falowych jest zdefiniowana zależnością [25]:

$$\epsilon_e = \frac{D_3}{E_1} \quad (50)$$

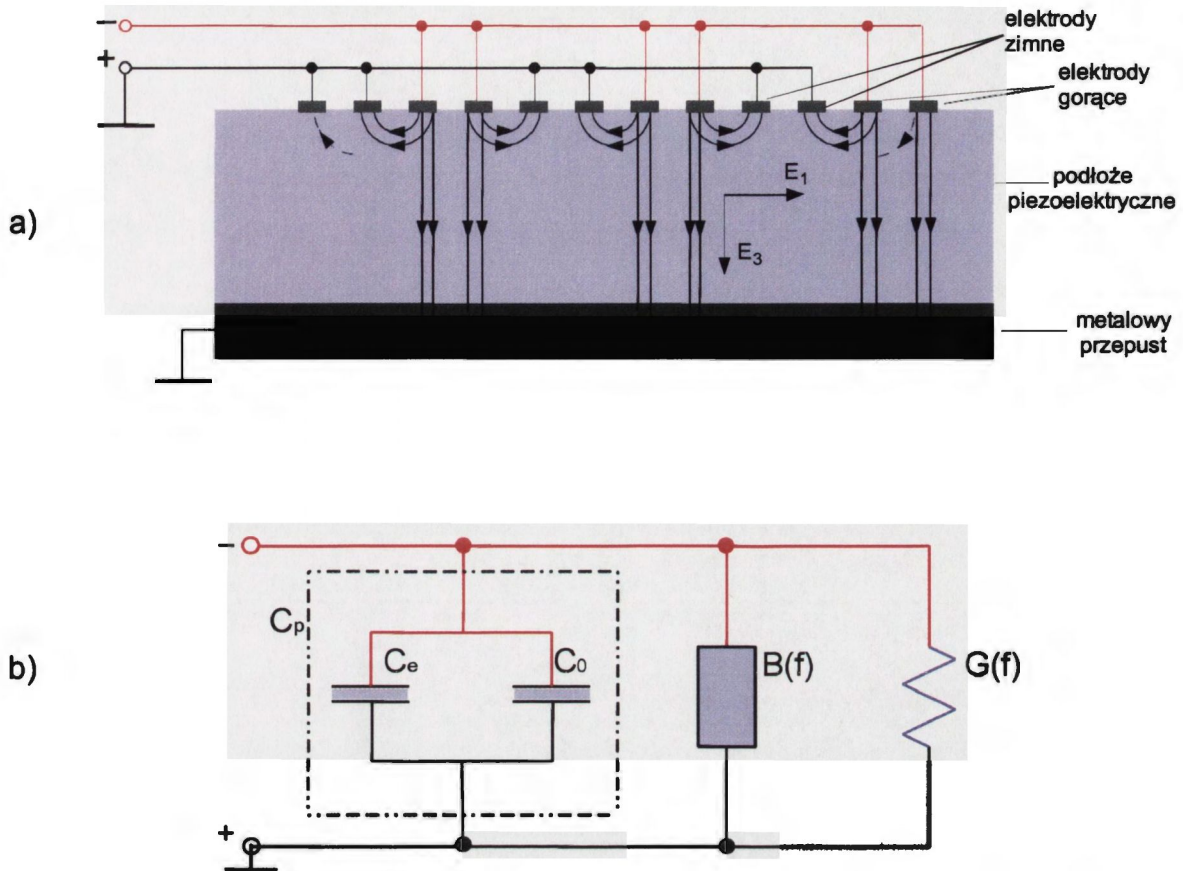
gdzie D_3 jest składową indukcji pola elektrycznego prostopadłą do płaszczyzny podłoża, natomiast E_1 jest składową natężenia pola równoległą do osi przetwornika (rys.29).



Rys. 29. Definicja efektywnej przenikalności podłoża [25]

Z przenikalnością podłoża ϵ_e jest związana pojemność statyczna przetwornika C_p . Możliwe jest wyznaczenie przenikalności podłoża na podstawie pomiaru tej pojemności. Na rys. 30a został schematycznie przedstawiony rozkład pola elektrycznego w przekroju poprzecznym przetwornika [26]. Pole wytworzone przez ładunek między elektrodami gorącymi, podłączonymi do szyny (-) zaznaczonej kolorem czerwonym a metalowym przepustem podłączonym do masy (+) ma tylko składową E_3 . Natomiast pole między elektrodami gorącymi (-) a zimnymi (+) ma dominującą składową E_1 . Schemat obwodu zastępczego wraz z zaznaczonymi pojemnościami, które odzwierciedlają rozkład pola zamieszczono na rys 30b. W skład obwodu zastępczego wchodzi: pojemność statyczna C_p , susceptancja dynamiczna $B(f)$ i konduktancja radiacyjna $G(f)$. Konduktancja radiacyjna modeluje zamianę energii elektrycznej na akustyczną. Susceptancja dynamiczna $B(f)$ ma

wpływ na pojemność widzianą na wejściu obwodu tylko wtedy gdy częstotliwość przy jakiej przeprowadzany jest pomiar leży w okolicy rezonansu AFP lub fali objętościowej.



Rys. 30 Przetwornik międzypalczasty: rozkład pola elektrycznego a) i obwód zastępczy b)

Pojemność statyczna C_p jest sumą pojemności C_0 występującej między elektrodami (-) a przepustem (+) oraz pojemności C_e występującej między elektrodami (-) a (+):

$$C_p = C_0 + C_e \quad (51)$$

Pojemność międzyelektrodowa C_e jest wyrażona zależnością [27, 28]:

$$C_e = N \cdot W (\varepsilon_0 + \varepsilon_e) \cdot \sin(\pi s) \cdot \frac{P_{-s}(\cos \Delta)}{P_{-s}(-\cos \Delta)} \quad (52)$$

gdzie: s jest bezwymiarowym parametrem, który dla podwójnych elektrod wynosi $\frac{1}{4}$, N jest liczbą par sąsiadujących ze sobą elektrod podłączonych do przeciwległych szyn zasilających (liczbą zachodzeń elektrod), ε_0 jest przenikalnością elektryczną próżni, ε_e jest efektywną przenikalnością elektryczną podłoża, $\Delta = \pi \cdot a/p$, $P_{-s}(\pm \cos \Delta)$ jest funkcją Legendre'a, której wartość oblicza się ze wzoru:

$$P_{-s}(\pm \cos \Delta) = \sum_{m=0}^{\infty} \rho_m \quad (53)$$

gdzie:

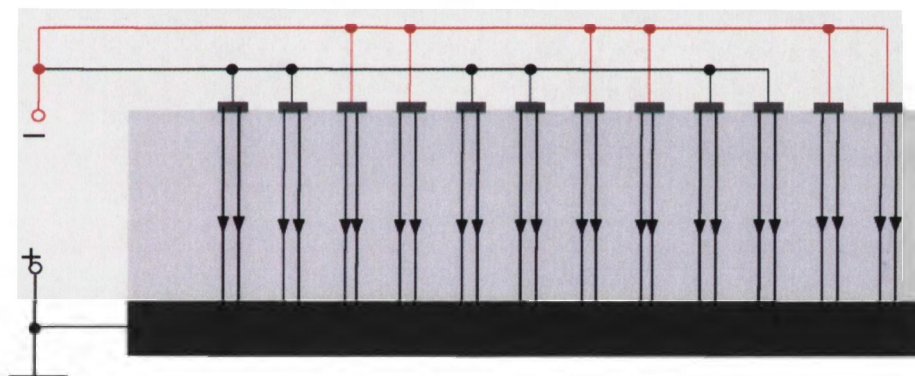
$$\rho_0 = 1, \quad \rho_m = \frac{(m-1+s)(m-s)(1 \mp \cos \Delta)}{2m^2} \cdot \rho_{m-1} \quad (54)$$

W przypadku gdy stosunek szerokości elektrod do ich okresu wynosi $a/p = 1/2$, zależność (52) upraszcza się do postaci [29]:

$$C_e = 0,707 \cdot N \cdot W \cdot (\epsilon_0 + \epsilon_e) \quad (55)$$

Jeżeli zewrzymy elektrody gorące z zimnymi i podłączymy je do zacisku (-) a przepust podłączymy do zacisku (+), to w kryształce pojawi się tylko składowa E_3 pola elektrycznego (rys. 31). Pojemność C_z widziana między zaciskami (-) i (+) wyniesie wtedy $2C_0$. Mierząc pojemność C_z i pojemność C_p możemy wnioskować o wartości C_e na podstawie wzoru:

$$C_e = C_p - \frac{C_z}{2} \quad (56)$$

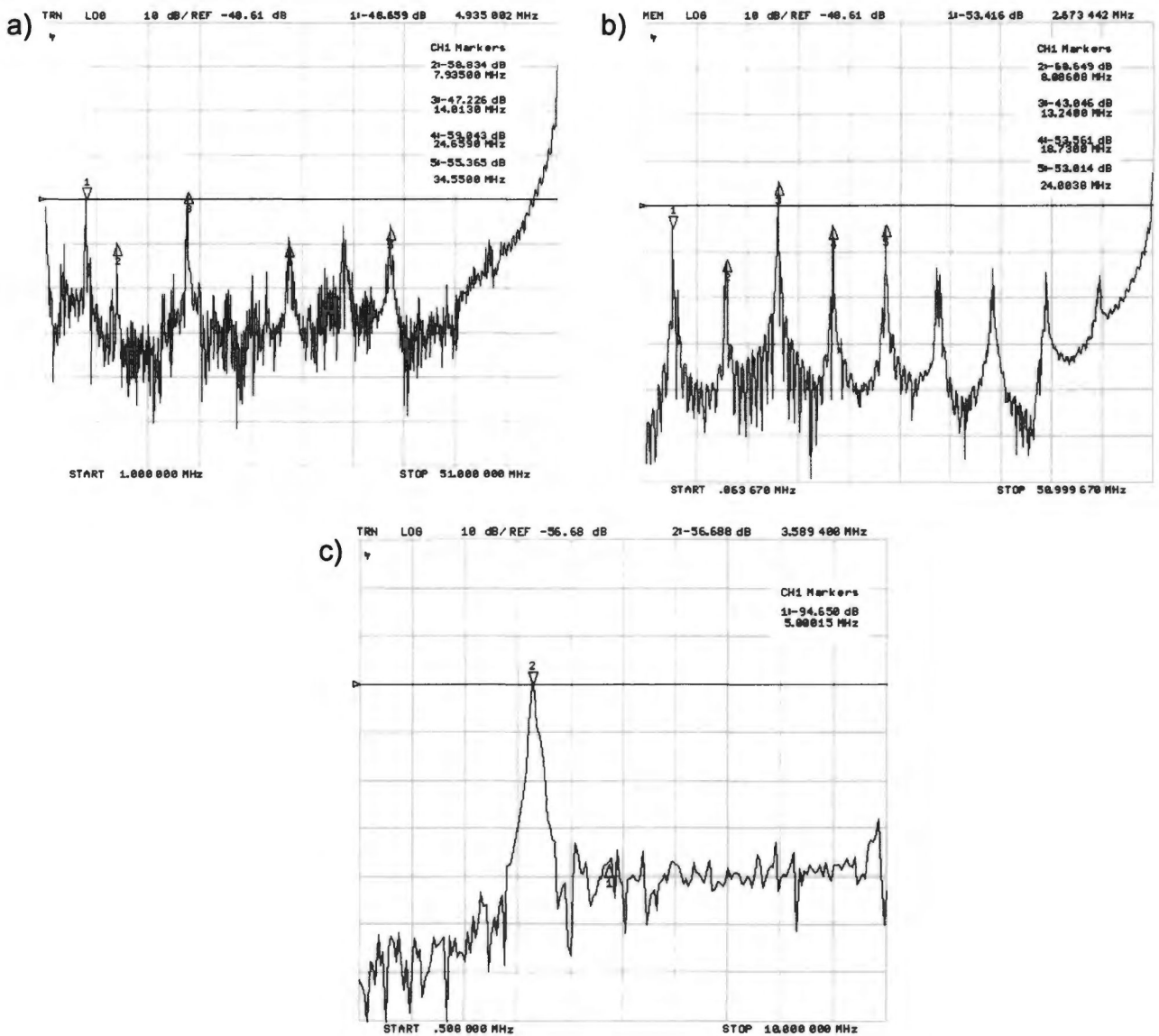


Rys. 31 Rozkład pola elektrycznego w przetworniku o zwartych szynach zasilających

Z porównania zależności (51), (55) i (56) wynika zależność:

$$\epsilon_e = \frac{C_p - \frac{1}{2}C_z}{0,707 \cdot N \cdot W} - \epsilon_0 \quad (57)$$

na podstawie której, z pomiaru pojemności wyznaczano efektywną przenikalność podłoża. Pomiaru pojemności wykonano za pomocą mostka Marconi Instruments. Częstotliwość pomiaru ustawiono na około 5 MHz tak aby nie pokrywała się z częstotliwością pików rezonansowych w widmie fal objętościowych (rys. 32).



Rys. 32 Widmo fal objętościowych w płaszczyźnie X wzbudzanych polem prostopadłym a) i równoległym b) oraz w płaszczyźnie Y c)

Efektywna przenikalność ϵ_e kryształu podłożowego jest związana ze stałymi dielektrycznymi zależnością [32]:

$$\epsilon_e = \sqrt{\epsilon'_{11} \cdot \epsilon'_{33} - (\epsilon'_{13})^2} \quad (58)$$

gdzie ϵ'_{mn} są stałymi przetransformowanymi do falowego układu odniesienia według:

$$\epsilon'_{mn} = \sum_{r,s=1}^3 MP_{mr} \cdot MP_{ns} \cdot \epsilon_{rs} \quad (59)$$

gdzie $m, n, r, s = 1, 2, 3$; MP jest macierzą przekształcenia (49). Stałe dielektryczne względne ϵ_{mn}/ϵ_0 wyznaczono z pomiarów orientacji XZ, YZ, YX i YX40°. Wyniki zebrano i porównano z danymi literaturowymi w tabeli 12.

Tab. 12 Stałe dielektryczne NdCOB

ϵ_{mn}	H.Nakao i inni [3]	F.Yu i inni [4]	zmierzone w niniejszej pracy	Błąd [%]
1 1	9,9	9,9	9,9	3
1 3	-0,8	-1,6	-1,9	15
2 2	15	15,5	15,2	3
3 3	10	10,2	9,5	3

Błąd wyznaczenia stałych oszacowano na podstawie błędu pomiaru pojemności $\delta C_p = 0,4$ pF i wzorów (57)-(58). Różnice między stałymi ϵ_{mn} zmierzonymi w niniejszej pracy a danymi literaturowymi są niewielkie dla stałych o indeksach $m=n$. W przypadku stałej ϵ_{13} występują rozbieżności rzędu 100%. Tak duży błąd jest spowodowany tym, że ϵ_{13} jest dziesięciokrotnie mniejsza od stałych o jednakowych indeksach a jej wartość jest uzyskiwana przez odejmowanie dwóch mało różniących się liczb.

7 Wyznaczenie stałych mechanicznych i piezoelektrycznych

Jeśli w przetwornikach linii opóźniającej szerokości elektrod są równe szerokościom przerw międzyelektrodowych (rys. 26) to związki między prędkością AFP, współczynnikiem sprzężenia elektromechanicznego i efektywną przenikalnością elektryczną podłoża a tłumiennością wtrąceniową, częstotliwością rezonansową i pojemnością przetworników dają się wyrazić zależnościami przedstawionymi poniżej. W czwórnikowym układzie pomiarowym (rys. 33) tłumienność wtrąceniowa TW i opóźnienie grupowe τ mogą być wyrażone zależnościami [27]:

$$TW = -20 \log |A_{12}| \quad (60)$$

$$\tau = -\frac{d\Phi}{d\omega} \quad (61)$$

gdzie $\omega = 2\pi \cdot f$ jest częstotliwością kołową, Φ jest przesunięciem fazowym, natomiast parametr:

$$A_{12} = |A_{12}| \exp(i\Phi) \quad (62)$$

jest zdefiniowany zależnością:

$$A_{12} = \frac{u_2}{u'_2} \quad (63)$$

gdzie u'_2 jest napięciem wyjściowym w sytuacji kiedy obciążenie jest bezpośrednio podłączone do źródła. Przy takim podłączeniu :

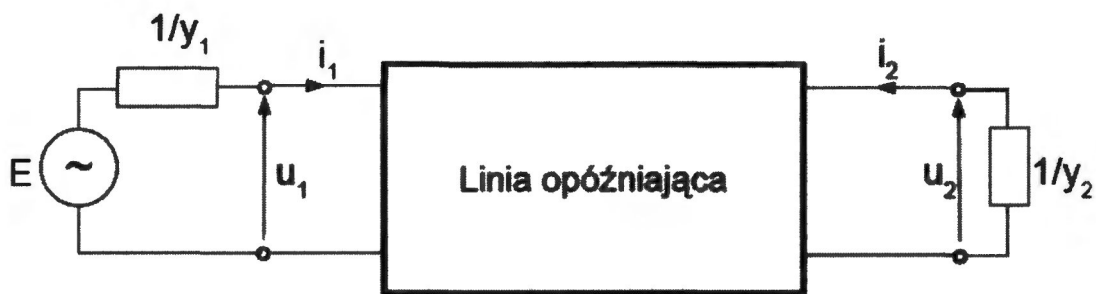
$$\frac{u'_2}{E} = \frac{y_1}{y_1 + y_2} \quad (64)$$

Transmitancja linii opóźniającej może być wyrażona wzorem [30]:

$$\frac{u_2}{E} = \frac{y_1 y_{12}}{y_{12}^2 - (y_1 + y_{11})(y_2 + y_{22})} \quad (65)$$

gdzie y_1 i y_2 są admitancjami źródła i obciążenia w układzie pomiarowym jak na rys.33, $y_{11} = i_1/u_1$ przy $u_2=0$, $y_{22} = i_2/u_2$ przy $u_2=0$ są wejściowymi admitancjami przetworników, $y_{12} = i_2/u_1 = y_{21}$ przy $u_2=0$ jest transadmitancją. Z równań (90)-(92) otrzymuje się, że:

$$A_{12} = \frac{(y_1 + y_2) y_{12}}{y_{12}^2 - (y_1 + y_{11})(y_2 + y_{22})} \quad (66)$$



Rys.33 Linia opóźniająca w czwórnikowym układzie pomiarowym

Wyrażenia wiążące admitancje y_{11} , y_{22} , y_{12} z geometrią elektrod i własnościami podłoża zostały wyprowadzone przy założeniu, że kąt przepływu mocy $\nu=0^\circ$. Admitancja wejściowa przetwornika pierwszego jest dana wzorem:

$$y_{11} = G_1 + i(B_1 + 2\pi \cdot f \cdot C_{e1}) \quad (67)$$

gdzie:

$$G_1 = G_0 N_1^2 \left(\frac{\sin X_1}{X_1} \right)^2 \quad (68)$$

$$B_1 = G_0 N_1^2 \frac{\sin(2X_1) - 2X_1}{2X_1^2} \quad (69)$$

$$G_0 = 2,443 \cdot f_0 \cdot W \cdot (\epsilon_0 + \epsilon_e) \cdot K^2 \quad (70)$$

$$X_1 = \pi N_1 \frac{f - f_0}{2f_0} \quad (71)$$

$$f_0 = \frac{v_e}{4 \cdot p} \quad (72)$$

$$v_e = \frac{v_o}{1 + 0,85 \cdot \frac{v_o - v_m}{v_m}} \quad (73)$$

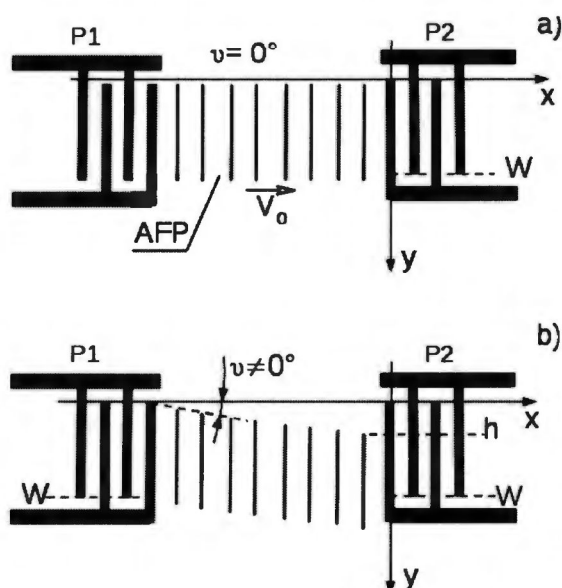
gdzie: f_0 jest częstotliwością rezonansową, dla której długość generowanej AFP jest równa czterem okresom elektrod, C_{e1} jest pojemnością pierwszego przetwornika daną wzorem (55), W jest aperturą (rys.26), p jest okresem elektrod, ϵ_0 jest przenikalnością elektryczną próżni, ϵ_e jest efektywną przenikalnością elektryczną podłoża, N_1 jest liczbą zachodzeń elektrod w pierwszym przetworniku, K^2 jest współczynnikiem sprzężenia elektromechanicznego, v_o , v_m i v_e są prędkościami fazowymi AFP przy powierzchni odpowiednio: otwartej (swobodnej), metalizowanej (zwartej) i częściowo metalizowanej

(obszar elektrod). Zależność (73) nie uwzględnia wpływu masy metalizacji. Uproszczenie to jest uzasadnione, ponieważ jako metal elektrod zastosowano warstwę aluminium o grubości 0,1 μm , której znikoma masa powoduje zmianę prędkości mniejszą od błędu pomiaru. Admitancja wejściowa przetwornika drugiego jest dana zależnościami analogicznymi jak dla pierwszego przetwornika. Transadmitancja dla $\nu=0^\circ$ jest dana wzorem:

$$y_{12}^0 = G_0 N_1 N_2 \cdot \frac{\sin X_1}{X_1} \cdot \frac{\sin X_2}{X_2} \cdot \exp(-i 2\pi \tau_0 \cdot f) \quad (74)$$

$$\tau_0 = \frac{\frac{1}{2}(l_1 + l_2) + d}{v_g} \quad (75)$$

gdzie l_1 , l_2 są długościami przetworników, d jest długością ekranu (rys.26), v_g jest prędkością grupową AFP, dla $\nu=0^\circ$ prędkość $v_g = v_e$, natomiast dla $\nu \neq 0^\circ$ $v_g = v_e \cdot \cos(\nu)$. Zależność (75) oznacza, że opóźnienie zależy proporcjonalnie od odległości jaką AFP pokonuje między geometrycznymi środkami przetworników P1 i P2. Na rys. 34a zobrazowano rozchodzenie się wiązki AFP w linii opóźniającej przy $\nu=0^\circ$. Cała wypromieniowana z P1 wiązka pada wtedy na aperturę przetwornika P2. Natomiast jeśli $\nu \neq 0^\circ$ to P1 wypromieniowuje wiązkę AFP pod kątem ν względem osi (rys. 34b). Wtedy tylko część wiązki AFP pada na aperturę P2 [31,32,33]. Pozostała część mija przetwornik i zostaje rozproszona. Fakt ten ma wpływ na moduł transadmitancji.



Rys. 34 Wiązka AFP padająca na przetwornik przy zerowym a) i niezerowym b) kącie przepływu mocy

W celu uwzględnienia strat transadmitancji wynikających z niezerowego kąta przepływu mocy, wzorując się na rozważaniach z pracy [34], wprowadzono współczynnik strat T zdefiniowany wzorem:

$$T = \frac{i_2^v}{i_2^0} \quad (76)$$

gdzie: i_2^0 oraz i_2^v oznaczają odpowiednio: prąd dostarczany do obciążenia przez przetwornik P2 przy $v = 0^\circ$ oraz przy $v \neq 0$. Transadmitancja z uwzględnieniem strat związanych z kątem przepływu mocy jest dana wzorem:

$$y_{12} = T \cdot y_{12}^0 \quad (77)$$

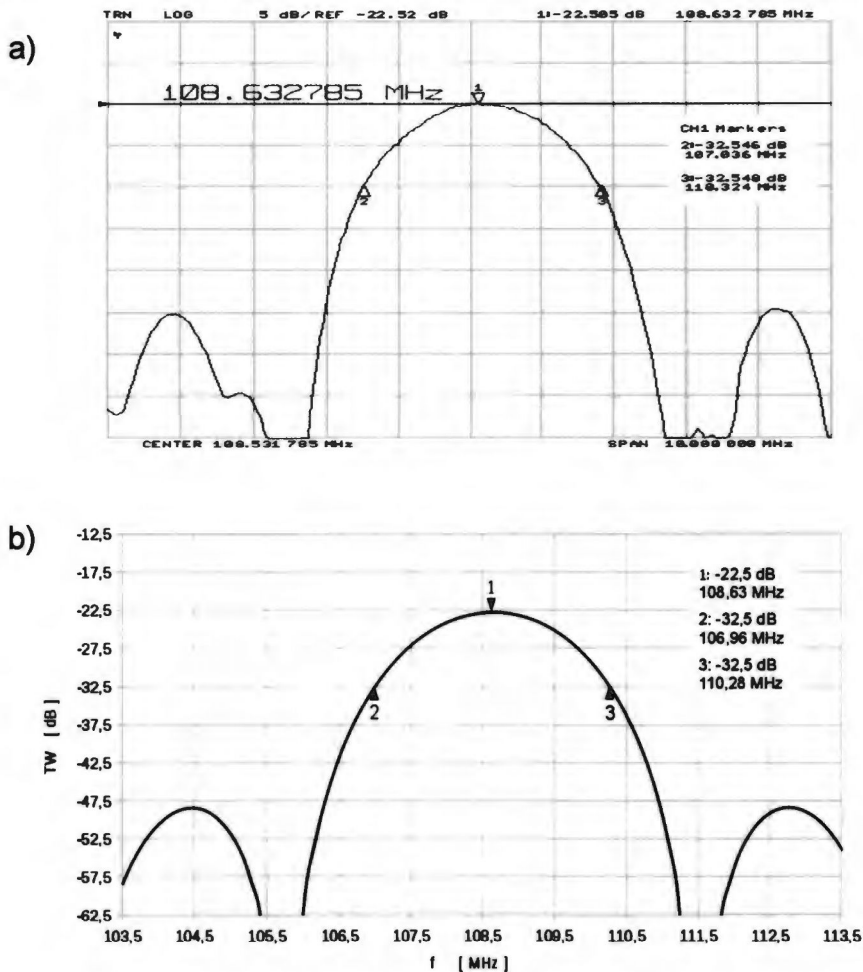
gdzie T jest obliczane według zależności:

$$T = \frac{\cos v \cdot \left| \int_h^W \exp \left[2j \frac{\pi}{\lambda} (x-h) \cos v \right] dx \right|^2}{W^2} \quad (78)$$

w której W jest aperturą, v jest kątem przepływu mocy, λ jest długością fali, $h = d \cdot \operatorname{tg} v$ (rys. 34b). Po obliczeniu współczynnika T na podstawie startowych stałych materiałowych i po podstawieniu wzorów (66) – (78) do zależności (60) uzyskuje się wyrażenie na tłumienność wtrąceniową w funkcji f , v_0 i K^2 . Prędkość fazową przy powierzchni swobodnej i współczynnik sprzężenia elektromechanicznego AFP wyznaczano dobierając v_0 i K^2 tak, żeby obliczona charakterystyka $TW_0(f, v_0, K^2)$ była jak najbliższa charakterystyce zmierzonej $TW_z(f)$. Pomiar charakterystyk amplitudowych $TW_z(f)$ wykonano przy użyciu analizatora sieci Agilent Technologies 8753 ET. Przykładową zmierzoną charakterystykę linii opóźniającej dla orientacji YX10⁰ pokazano na rys.35 a). Widoczny jest na niej listek główny i dwie wstęgi boczne. Markerem 1 oznaczono częstotliwość rezonansową, dla której występuje minimalna tłumienność wtrąceniowa TW_0 (maksymalna transmisja). Markerami 2 i 3 oznaczono szerokość pasma 10 dB. Na rys. 35 b) wykreślono charakterystykę obliczoną. Parametry v_0 i K^2 wyznaczono minimalizując różnicę (112) między pomiarami a obliczeniami w paśmie 10 dB:

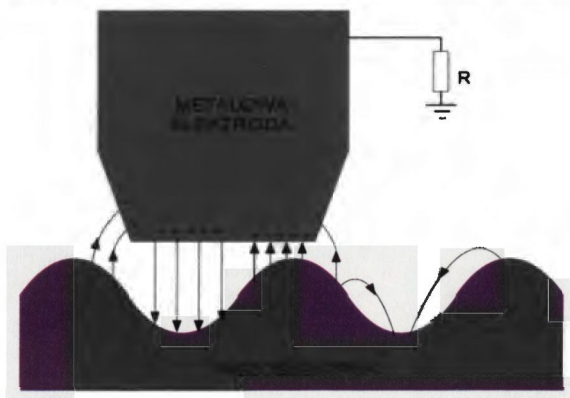
$$R = \sum_i w_i \cdot |TW_0(f_i, v_0, K^2) - TW_z(f_i)| \quad (79)$$

gdzie: $i = -5, \dots, 0, \dots, 5$; $w_0 = 1$, $w_i = 1/i$.



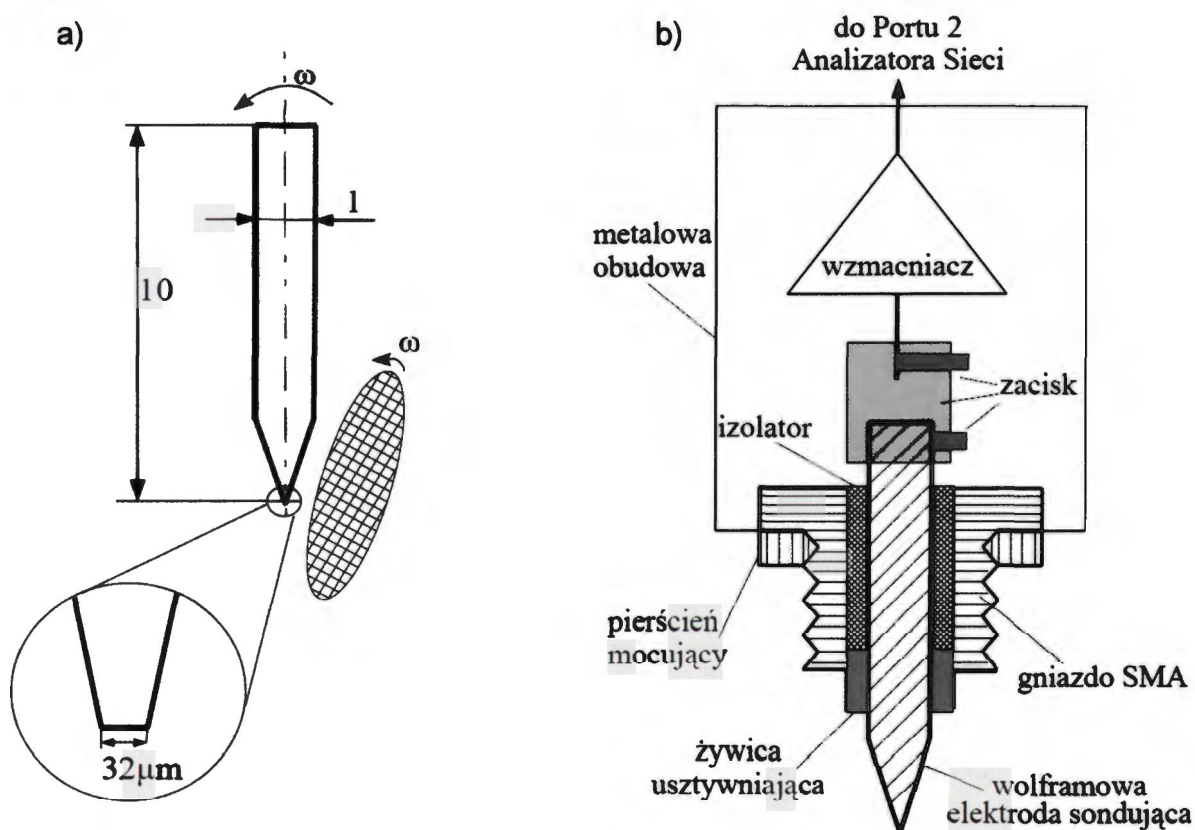
Rys. 35 Zmierzona a) i obliczona b) charakterystyka amplitudowa linii opóźniającej dla orientacji YX10°

Dla orientacji XYθ, YXθ przeprowadzono pomiary kąta przepływu mocy. Posłużono się tu skonstruowaną na potrzeby niniejszej pracy sondą igłową do badania rozkładu amplitudy AFP w płaszczyźnie propagacji [37,38,39]. Zasada działania sondy została zilustrowana na rys.36. AFP rozchodzącej się po powierzchni piezoelektryka towarzyszy pole elektryczne. Jeżeli w zasięgu tego pola umieścimy metalową igłę uziemioną przez rezystancję R, to w igle tej zostaną wygenerowane ładunki elektryczne powodujące przepływ prądu.



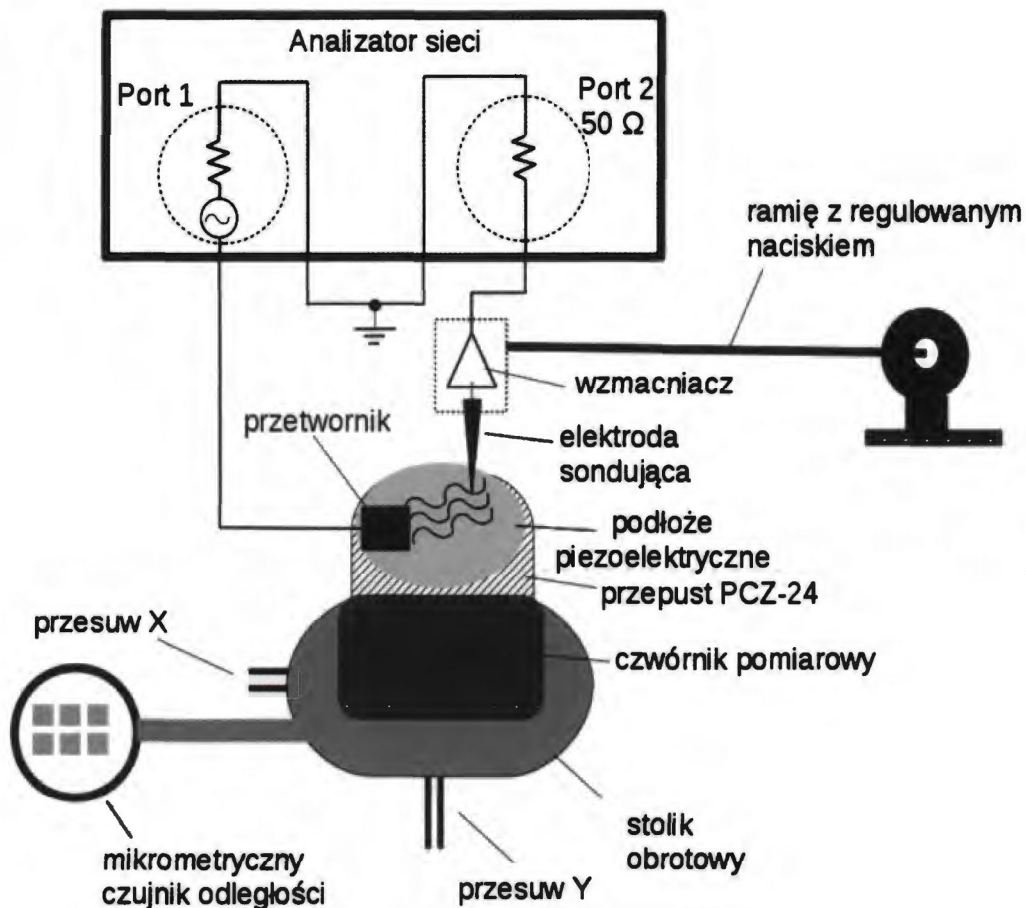
Rys. 36 Zasada działania sondy igłowej

Elektrodę sondującą wykonano z zaostzonego drutu wolframowego o długości $l = 10$ mm i średnicy $\varnothing = 1$ mm. Ostrzenie drutu przeprowadzono za pomocą drobnoziarnistej diamentowej tarczy szlifierskiej wprawiając w ruch obrotowy z prędkością kątową ω zarówno tarczę i drut (rys. 37a). Ostrze elektrody sondującej już po zmontowaniu stanowiska pomiarowego uformowano tak, żeby średnica styku z powierzchnią kryształu była w przybliżeniu równa długości AFP ($\lambda = 32 \mu\text{m}$). Średnica taka zapewnia maksymalnie efektywną zamianę mocy akustycznej na sygnał elektryczny [38, 39].



Rys. 37 Konstrukcja elektrody sondującej a) i głowica sondy b)

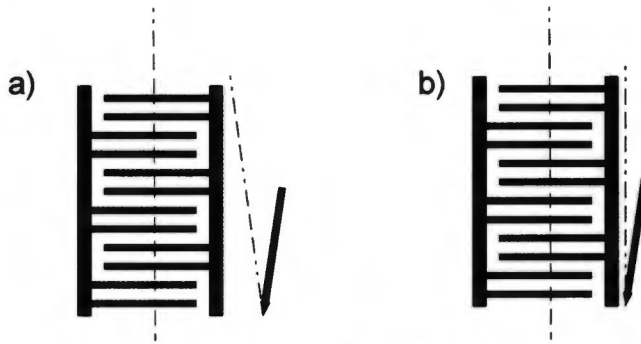
Elektrodę sondującą zamocowano do standardowego złącza typu SMA i usztywniono zalewając żywicą epoksydową (rys. 37b). Następnie za pomocą stalowego zacisku podłączono ją do wejścia wzmacniacza pracującego w układzie wtórnika emiterowego. Wzmacniacz transformuje impedancję elektrody wynoszącą kilkaset $\text{k}\Omega$ na mniejszą, bliższą impedancji portu 50Ω .



Rys. 38 Stanowisko do pomiarów sondą elektryczną

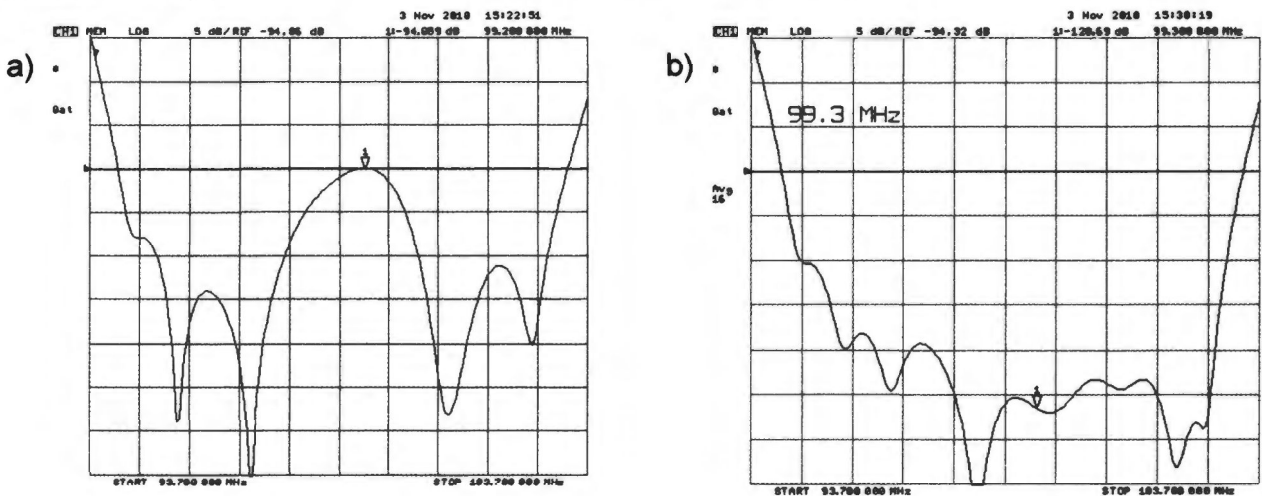
Stanowisko do pomiarów sondą elektryczną (rys. 38) zostało wyposażone w analizator sieci (Agilent Technologies 8753ET), stół obrotowy z przesuwem X-Y regulowanym śrubami mikrometrycznymi o rozdzielczości $5\ \mu\text{m}$, opuszczane ramię z regulacją siły nacisku, zasilacz wzmacniacza, mikroskop optyczny podświetlany, czwórnik pomiarowy. Elektrode sondującą wraz z wzmacniaczem zamocowano do ramienia z regulacją siły nacisku. Badane podłoża zmontowano do przepustów PCZ-24. Połączenia doprowadzające sygnał elektryczny z analizatora do czwórnika wykonano z kabli RG174 i złączy lutowanych w standardzie SMA. Pomiar położenia w kierunku osi X wykonywano przy użyciu czujnika odległości (Sylvac Typ $\mu\text{S 229}$) z dokładnością odczytu $0,1\ \mu\text{m}$. Średnica powierzchni na której elektroda styka się z podłożem powinna być w przybliżeniu równa długości AFP. Średnicę tę modyfikowano poprzez dociskanie elektrody sondującej do podłoża za pomocą ramienia z regulowaną siłą docisku. Najmniejszą tłumienność wtrącenia uzyskano przy spłaszczeniu ostrza elektrody dociskiem wynoszącym $15\ \text{N}$. Dalsze pomiary wykonywano przy docisku $0,001\ \text{N}$.

Sondę justowano tak aby ruch elektrody odbywał się równoległe lub prostopadle do osi przetwornika (rys. 39).



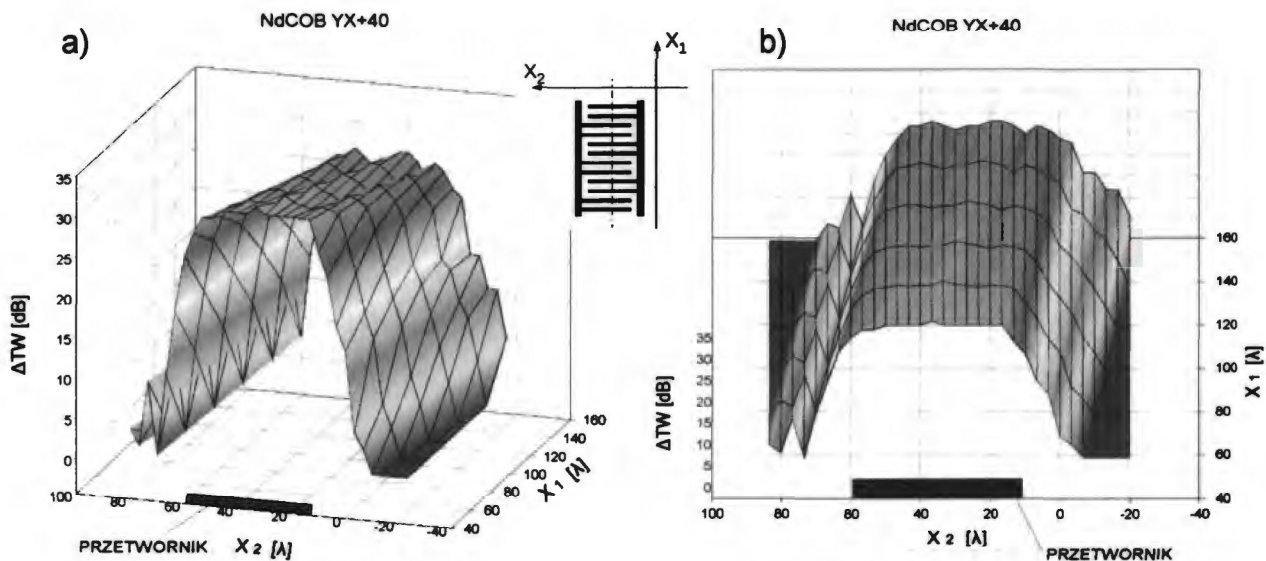
Rys. 39 Ruch sondy nie justowanej a) i justowanej b)

Za pomocą sondy zmierzono kąty przepływu mocy i prędkości fazowe AFP dla orientacji $YX10^\circ$, $YX20^\circ$, $YX40^\circ$, $XY20^\circ$, $XY30^\circ$ kryształu NdCOB. Rozkład amplitudy AFP w podłożu wyznaczono poprzez pomiar tłumienności wtrąceniowej sondy w różnych punktach powierzchni. Charakterystykę amplitudową $TW(f)$ dla przykładowej orientacji $YX+40^\circ$ w sytuacji kiedy sonda znajduje się w aperturze wiązki AFP i poza nią przedstawiono na rys. 40. Prezentowane przebiegi uzyskano po odcięciu zakłócającego sygnału bezpośredniego.



Rys. 40 Charakterystyka amplitudowa sondy w aperturze wiązki AFP a) i poza aperturą b)

Otrzymany rozkład amplitud AFP w płaszczyźnie Y przy wzbudzaniu fali przetwornikiem o orientacji $YX40^\circ$ przedstawiono na rys. 41 a) i b). Oś x_1 pomiarowego układu odniesienia pokrywa się z osią przetwornika generującego AFP. Na rys. 41b) przedstawiono rozkład w perspektywie, z której widoczne jest odchylenie toru propagacji wiązki AFP od osi przetwornika.

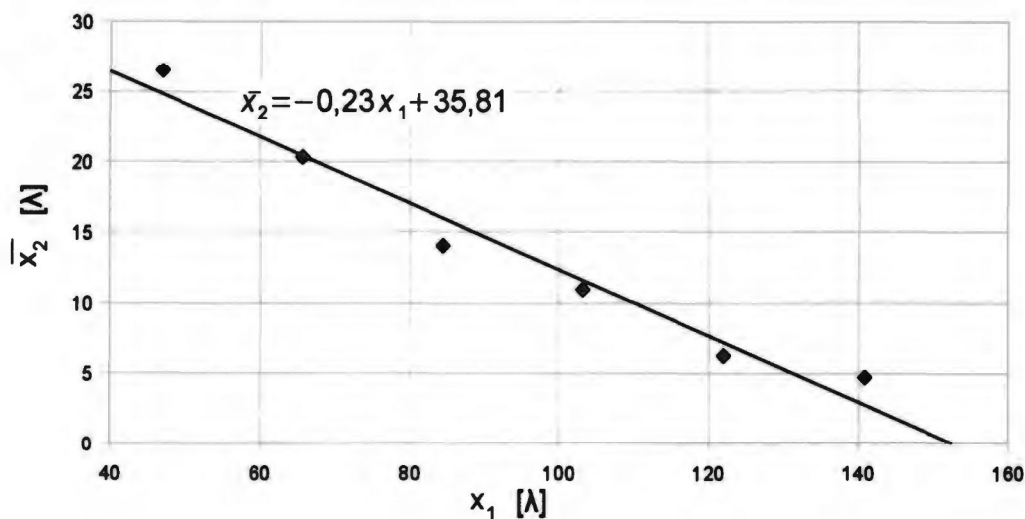


Rys. 41 Rozkład amplitud AFP w płaszczyźnie Y przy wzbudzeniu przetwornikiem o orientacji YX+40°

Kierunek rozchodzenia się wiązki AFP wyznaczono obliczając średnią ważoną:

$$\bar{x}_2(x_1) = \frac{\sum_n x_{2n} \cdot \Delta TW(x_1, x_{2n})}{\sum_n \Delta TW(x_1, x_{2n})} \quad (80)$$

gdzie: $x_{2n} = -20 + n \cdot \lambda$, $n = 1, 2, \dots, 100$; $\Delta TW(x_1, x_{2n}) = TW(x_1, x_{2n}) - TW_{\min}$. Przykładowy wykres $\bar{x}_2(x_1)$ zamieszczono na rys. 42.



Rys. 42 Średnia ważona \bar{x}_2 w funkcji x_1

Kąt przepływu mocy obliczony z aproksymacji liniowej w tym przypadku wynosi $\arctg(-23) = -13,1^\circ$. Wyniki pomiarów AFP badanych orientacji NdCOB zamieszczono w tabeli 13. Dla porównania zamieszczono wyniki obliczeń kąta przepływu mocy na podstawie stałych materiałowych [3,4] (tab.8-10). Dokładność pomiaru określono na podstawie rozrzutów występujących w pięciokrotnym pomiarze próbki.

Tab.13. Kąty przepływu mocy

Orientacja	Pomiar	Obliczenia stałe mat. z tab.8-10	Dokładność pomiaru
YX10°	-7,0°	-7,0°	±1,5°
YX20°	-8,2°	-7,7°	±1,5°
YX40°	-13,1°	-10,9°	±1,5°
XY20°	25°	23°	±5°
XY30°	3,0°	2,2°	±1,5°

Skonstruowana sonda elektryczna umożliwiła pomiar rozkładu amplitudy AFP w płaszczyźnie propagacji. Działanie sondy przetestowano mierząc rozkłady amplitudy AFP w kryształ NdCOB w płaszczyznach X i Y. Wyniki pomiarów wykorzystano do wyznaczenia kątów przepływu mocy AFP. Zmierzone kąty pozostają w dobrej zgodności z kątami obliczonymi teoretycznie na podstawie zaczerpniętych z literatury stałych materiałowych. Stosując krótką linię opóźniającą w pierwszym przybliżeniu można mierzyć K^2 bez uwzględniania kąta przepływu mocy akustycznej. Pomiar tego kąta pozwala dokładniej zmierzyć współczynnik sprzężenia elektromechanicznego i daje głębszy wgląd we własności AFP w danym kryształ.

Wyniki pomiarów względnej efektywnej przenikalności elektrycznej ϵ_e/ϵ_0 , prędkości przy powierzchni swobodnej v_0 i współczynnika sprzężenia elektromechanicznego K^2 dla dziesięciu różnych orientacji NdCOB zebrano w Tabeli 14. Oszacowano błąd względny pomiaru parametrów AFP na poziomie: $\delta\epsilon_e/\epsilon_0 = 3\%$, $\delta v_0 = 0,15\%$, $\delta K^2 = 2\%$.

Tab. 14 Zmierzone parametry AFP

orientacja	$\varepsilon_0/\varepsilon_0$	v_0	K^2
	[---]	[m/s]	[%]
XY20°	10,3	3162	0,35
XY30°	10,5	3334	1,1
YX	11,9	3510	0,7
YX10°	11,5	3483	0,5
YX20°	11,2	3377	0,44
YX30°	11,1	3280	0,36
YX40°	10,7	3180	0,3
YZ	12,0	2786	0,08
ZX	10,6	3239	0,27
ZY	11,8	2780	0,08

Wykonano aproksymację parametrów AFP wielomianem czwartego stopnia w płaszczyźnie Y w zakresie kąta α od 0° do 40°, na podstawie której obliczono parametry AFP dla trzech orientacji (tab. 15).

Tab. 15 Aproksymowane parametry AFP

orientacja	$\varepsilon_0/\varepsilon_0$	v_0	K^2
	[---]	[m/s]	[%]
YX5°	11,7	3497	0,56
YX15°	11,4	3432	0,45
YX25°	11,1	3280	0,36

Dane z tabel 14 i 15 wykorzystano w procesie wyznaczania stałych materiałowych NdCOB. Stałe wyznaczone zgodnie z algorytmem opisanym w rozdziale 5. Wynikowe [41] wartości stałych s_{ij}^E (przy stałym polu elektrycznym E) zamieszczono w tabeli 16 i porównano ze stałymi z literatury.

Tab. 16 Porównanie wyznaczonych stałych s_{ij} ze stałymi z literatury

s_{ij}	T.Karaki i inni [3]	F.Yu i inni [4]	Stałe s_{ij} wyznaczone w niniejszej pracy	Błąd wyznaczenia
	[m ² /N]·10 ⁻¹²			[%]
s_{11}	8,3	8,3	9,310	2
s_{12}	-2	-1,4	-0,042	15
s_{13}	-3,5	-3,7	-3,100	9
s_{15}	-0,9	2	-0,88	20
s_{22}	7,5	7,4	7,786	3
s_{23}	-1,6	-0,7	-3,066	15
s_{25}	0,5	1,8	0,5	27
s_{33}	9,4	9,4	8,413	3
s_{35}	0,9	-0,4	0,88	31
s_{44}	34	30,9	33,874	4
s_{46}	1	0,3	1	24
s_{55}	22	22,4	22,368	5
s_{66}	20	20,5	18,889	3

Wyznaczone stałe s_{ij} o jednakowych indeksach ($i=j$) różnią się średnio o 6% od stałych z literatury, wyznaczonych metodą spektroskopii impedancyjnej. Jest to różnica nieznaczna, ale większa od błędów występujących w zastosowanej metodzie opartej o pomiary AFP. Oznacza to, że otrzymane wartości są bliższe dokładnym wartościom stałych mechanicznych s_{ii} kryształu NdCOB. Natomiast stałe s_{ij} o indeksach ($i \neq j$) różnią się średnio o 30% od stałych z literatury. W przypadku trzech stałych $s_{i \neq j}$ jest to różnica porównywalna z błędem metody AFP.

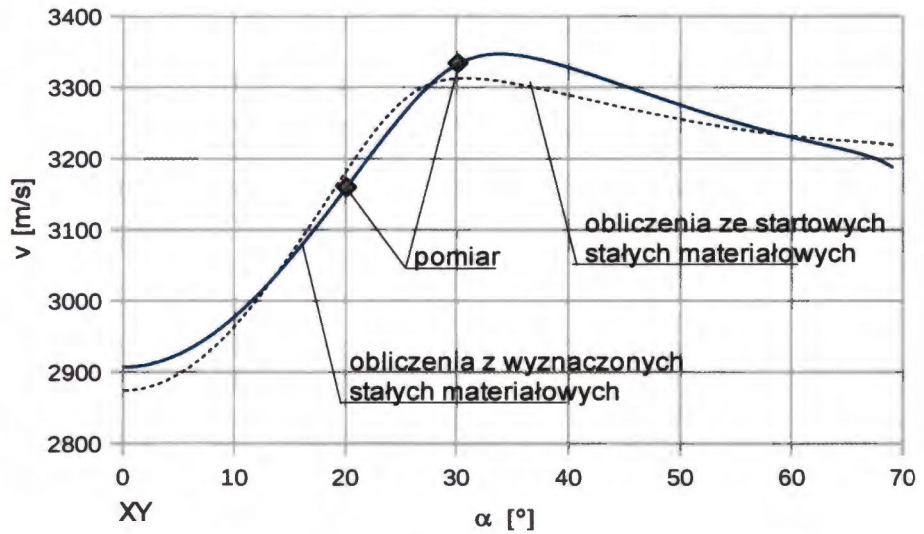
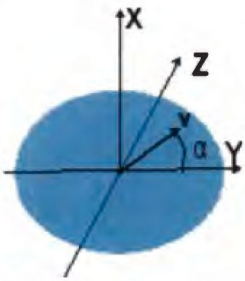
Wartości wyznaczonych stałych piezoelektrycznych d_{kl} i ich porównanie ze stałymi z literatury zamieszczono w Tabeli 17.

Tab. 17 Porównanie wyznaczonych stałych d_{kl} ze stałymi z literatury

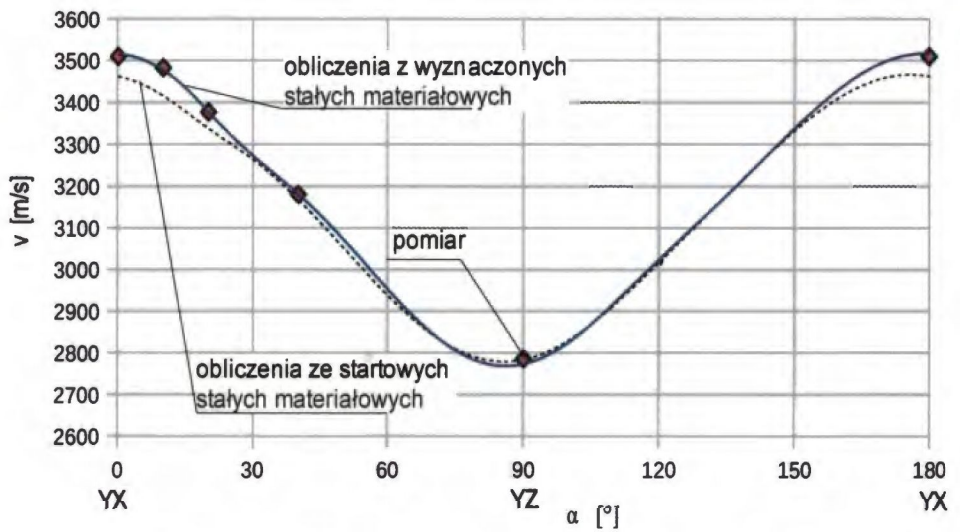
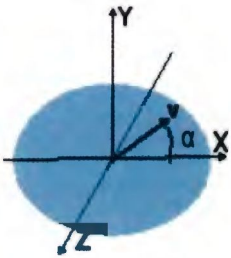
d_{kl}	T.Karaki i inni [3]	F.Yu i inni [4]	Stałe d_{kl} wyznaczone w niniejszej pracy	Błąd wyznaczenia
	[C/N]·10 ⁻¹²			[%]
d_{11}	1,7	2,7	1,7	18
d_{12}	3,9	4,1	2,84	8
d_{13}	-4,9	-4,8	-5,87	6
d_{15}	---	3,0	3,53	16
d_{24}	---	4,5	2,95	12
d_{26}	---	16,5	17,78	14
d_{31}	-1,4	-1,9	0,43	22
d_{32}	-2,5	-3,7	3,54	26
d_{33}	1,5	2,1	2,39	8
d_{35}	---	2,3	4,13	24

Wartości stałych piezoelektrycznych wyznaczonych z pomiarów AFP różnią się średnio o 60% od danych otrzymanych metodą spektroskopii impedancyjnej. Różnice te znacznie przekraczają błąd metody AFP co oznacza, że wyznaczone stałe kryształu NdCOB są dokładniejsze. Wyniki pomiarów i obliczeń prędkości AFP uzyskanych na podstawie stałych materiałowych wyznaczonych w oparciu o AFP i w płaszczyznach X, Y i Z przedstawiono na rys. 43. Krzywe $v(\alpha)$ uzyskane ze stałych wyznaczonych w niniejszej pracy lepiej pokrywają się z punktami pomiarowymi niż krzywe obliczone na podstawie danych z literatury.

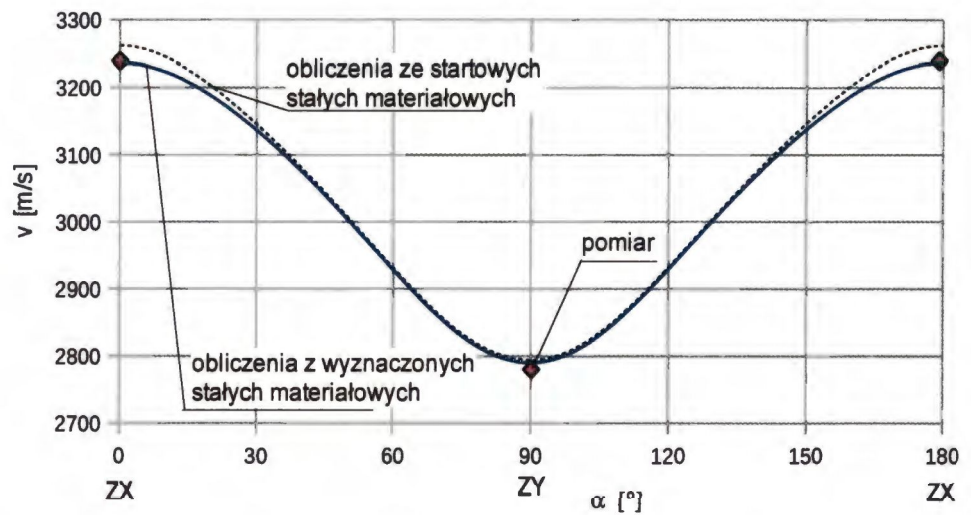
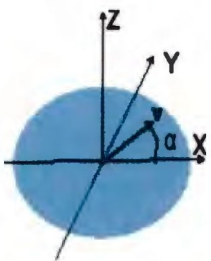
a)



b)



c)



Rys. 43 Prędkości AFP w płaszczyznach X a), Y b), Z c) zmierzone i obliczone na podstawie stałych materiałowych startowych i wyznaczonych w niniejszej pracy

Różnice między obliczonymi i zmierzonymi prędkościami przedstawiono w tabeli 18. Z porównania tego widać, że prędkości obliczone na podstawie stałych wyznaczonych nie różnią się od prędkości zmierzonych nie więcej niż o 5 m/s. Fakt ten wynika z dokładności pomiaru v_o . Różnice między obliczonymi a zmierzonymi współczynnikami sprzężenia elektromechanicznego przedstawiono w tabeli 19. Różnice K^2 obliczone na podstawie stałych wyznaczonych są nie większe niż 0,010 [%] co odpowiada dokładności pomiaru tłumienności.

Tab.18. Porównanie prędkości zmierzonych i obliczonych na podstawie stałych z literatury [3,4] i stałych wyznaczonych w niniejszej pracy

orientacja	$v_z - v_o (s_{ij}, d_{kl}, \epsilon_{mn} [3,4])$ [m/s]	$v_z - v_o (s_{ij}, d_{kl}, \epsilon_{mn}$ wyznaczone) [m/s]
XY20°	-22,4	0,3
XY30°	-12,2	-1,6
YX	27,4	-1,4
YX10°	7,6	6,1
YX20°	-36,7	-4,5
YX30°	-59,2	-6,6
YX40°	-57,5	2,2
YZ	2,9	0,2
ZX	-26,1	-3,4
ZY	-8,5	-4,3

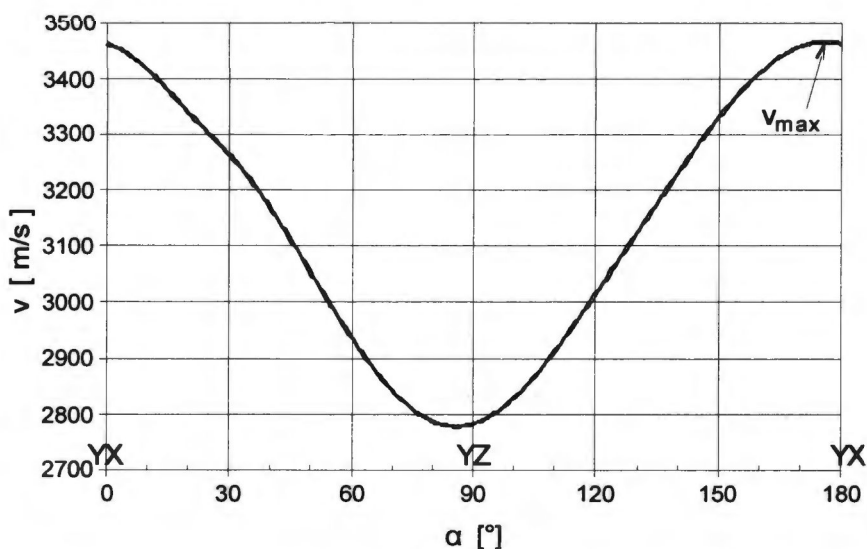
Tab.19 Porównanie K^2 zmierzonego i obliczonego na podstawie stałych z literatury [3,4] i stałych wyznaczonych w niniejszej pracy

orientacja	$K_z^2 - K_o^2(s_{ij}, d_{kl}, \epsilon_{mn} [3,4])$ [%]·10 ²	$K_z^2 - K_o^2(s_{ij}, d_{kl}, \epsilon_{mn}$ wyznaczone) [%]·10 ²
XY20°	-8,8	-7,7
XY30°	13,4	9,9
YX	-0,8	9,8
YX10°	-6,8	-2,2
YX20°	6,1	6,4
YX30°	14,0	10,3
YX40°	18,5	10,8
YZ	3,7	6,2
ZX	25,1	6,9
ZY	-8,0	-8,2

8 Zastosowanie kryształu $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ w technice akustycznych fal powierzchniowych

W tlenoboranie neodymowo-wapniowym występuje kompensacja temperaturowa dla orientacji YX [2]. Kryształ ten jest więc potencjalnie dobrym materiałem na podłoża stabilnych względem temperatury podzespołów z AFP. W projektowaniu tego typu podzespołów pożądana jest znajomość tego jak zmieniają się temperatura kompensacji i temperaturowy współczynnik częstotliwości (TWCz_2) oraz tłumienność wtrąceniowa w zależności od orientacji względem osi krystalograficznych.

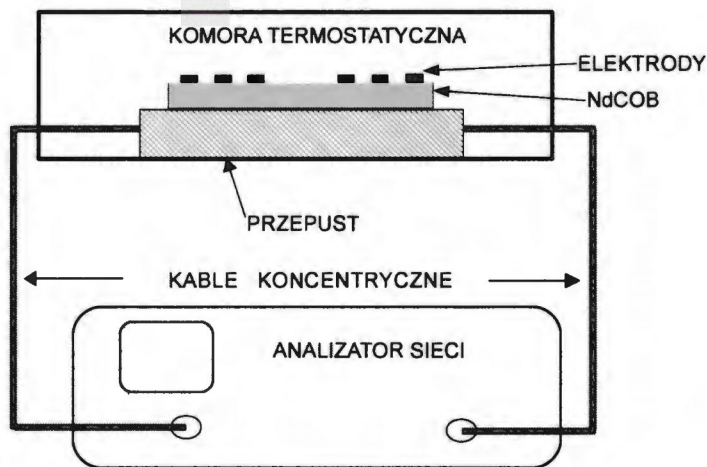
Do badań temperaturowych kryształu NdCOB wybrano następujące orientacje: YX, YX+5° i YX-5°. Przy wyborze orientacji kierowano się występowaniem kompensacji temperaturowej w kierunku X na płaszczyźnie Y [2] oraz obliczeniami prędkości AFP w funkcji kąta propagacji α (rys. 44). Maksimum prędkości AFP jest odsunięte od osi X o kąt -5°. Spodziewając się występowania w tym kierunku (YX-5°) małej wartości TWCz_2 oraz/lub małych zmian tłumienności w funkcji temperatury wybrano go do badań. W celu zbadania jak zmienia się temperatura kompensacji w funkcji kąta propagacji α zaplanowano pomiary orientacji YX+5°.



Rys. 44 Obliczenia prędkości AFP w płaszczyźnie Y w funkcji kąta propagacji α .

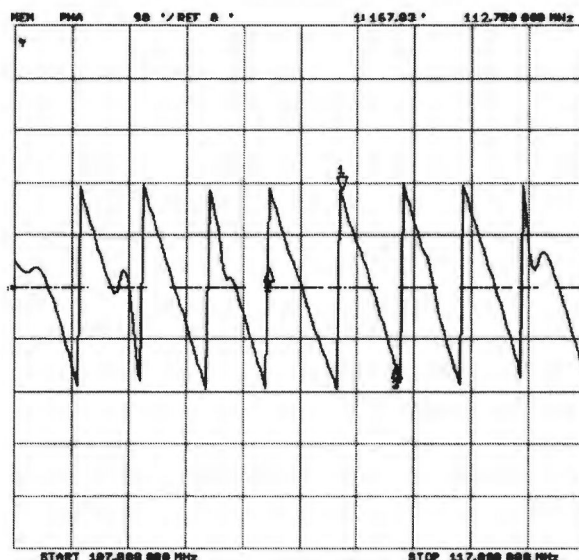
Schemat stanowiska pomiarowego do badania kompensacji temperaturowej przedstawiono na rys. 45. Składa się ono z komory termostatycznej ITR o dokładności

$\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, analizatora sieci Agilent 8753 ET, rezonatora, przepustu i kabli koncentrycznych giętkich RG 174, które mogą pracować do 200°C .



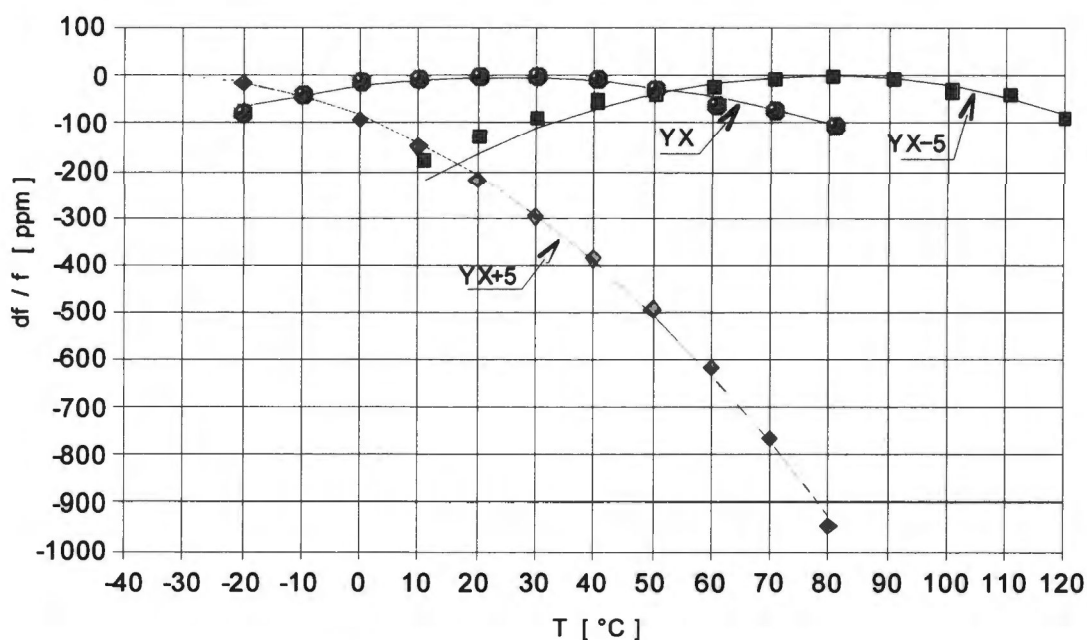
Rys. 45. Stanowisko pomiarowe do badań kompensacji temperaturowej

Zmierzoną przykładową charakterystykę fazową linii opóźniającej na podłożu NdCOB YX-5 $^{\circ}$ w temperaturze pokojowej przedstawiono na rys. 46. Zmiana temperatury powoduje przesunięcie całej charakterystyki w kierunku wyższych lub niższych częstotliwości przy jednoczesnej drobnej zmianie jej kształtu. Pomiary TWCz₂ i temperatury kompensacji wykonano metodą śledzenia fazy. Przesunięcie fazy Φ może być wyrażone wzorem $\Phi = 2\pi f \tau$, gdzie f jest częstotliwością a τ jest czasem opóźnienia. Przy zmianie τ o $\Delta\tau$ otrzymujemy zmianę Φ o $\Delta\Phi$. Zmiana ta może być skompensowana poprzez zmianę f o Δf , a wtedy Φ pozostanie niezmienione.



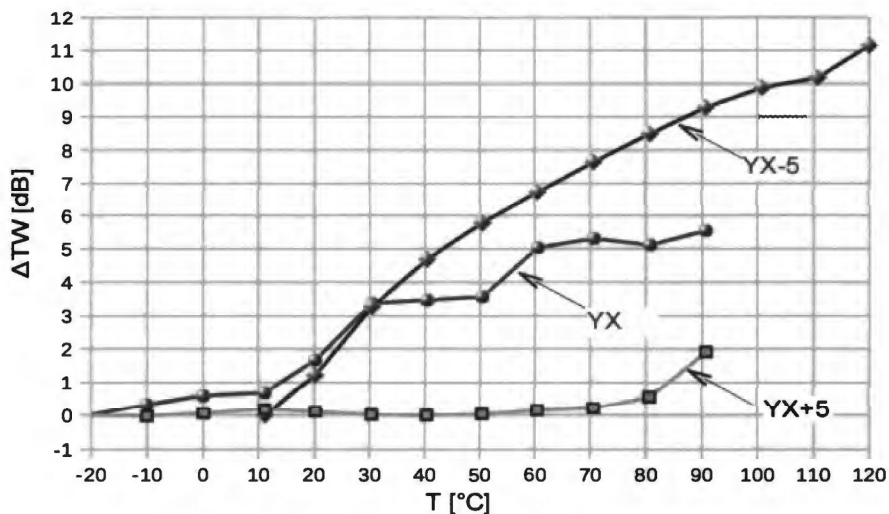
Rys. 46 Zmierzona charakterystyka fazowa linii na podłożu o orientacji YX+5 $^{\circ}$

Orientacje $YX+5^\circ$ i YX zbadano w zakresie temperatur od -20°C do 80°C , natomiast orientację $YX-5^\circ$ w zakresie od 10°C do 120°C ze względu na wysoką temperaturę kompensacji. Wyniki pomiarów względnych zmian częstotliwości w funkcji temperatury oraz ich aproksymacje kwadratowe zamieszczono na rys. 47. Z wykresów widać, że badane orientacje wykazały kwadratowy charakter zmian częstotliwości z ujemnym współczynnikiem $TWCz_2$. Dla orientacji $YX+5^\circ$ współczynnik ten jest znacznie większy niż dla YX i $YX-5^\circ$. Temperatura kompensacji najbliższa pokojowej wystąpiła dla orientacji YX . Dla orientacji $YX+5^\circ$ była ona o 60°C niższa a dla $YX-5^\circ$ o 55°C wyższa. Dokładne wartości $TWCz_2$ i temperatury kompensacji zamieszczono w tabeli 20. Ponieważ dla orientacji $YX+5^\circ$ temperatura kompensacji leży poniżej zmierzonego zakresu temperatur, wyznaczono ją wykorzystując funkcję regresji kwadratowej.



Rys. 47 Względne zmiany częstotliwości w funkcji temperatury

Wyniki pomiarów tłumienności wtrąceniowej przedstawiono na rys. 48. Z porównania krzywych w przedziale temperatur od 10°C do 80°C wynika, że najmniejsza zmiana tłumienności wystąpiła dla orientacji $YX+5^\circ$ a największa dla $YX-5^\circ$, przy czym wahania tłumienności wyniosły po kilka dB (tab.20).

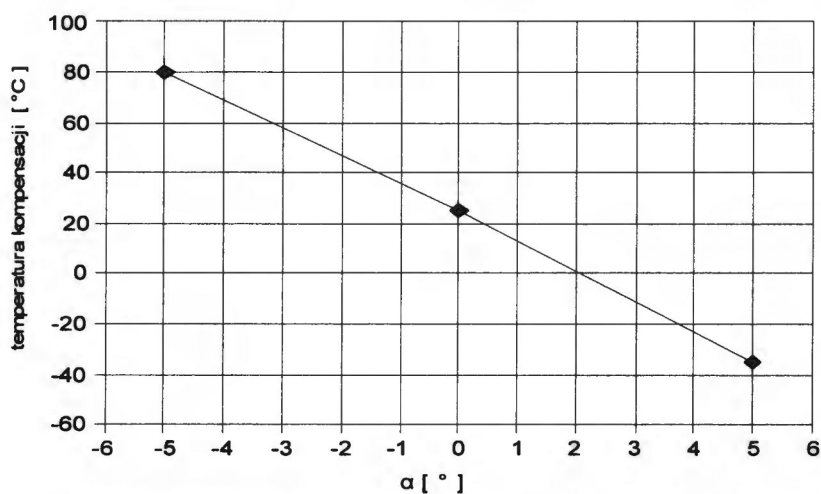


Rys. 48 Zmiana tłumienności wtrąceniowej w funkcji temperatury

Na rys. 49 przedstawiono zależność temperatury kompensacji od kąta propagacji AFP względem osi X. W badanym przedziale kątów (od -5° do $+5^\circ$) zależność ta jest z dobrym przybliżeniem liniowa. Współczynnik proporcjonalności wynosi $-12,5 \text{ }^\circ\text{C}/^\circ\text{deg}$.

Tab. 20 Zmierzone temperatury kompensacji, TWCz_2 i ΔTW

orientacja	temperatura kompensacji	TWCz_2	ΔTW (10 + 80 °C)
	°C	ppb/°C ²	dB
YX	25	-32	4,9
YX-5°	80	-37	8,5
YX+5°	-35	-70	1,8



Rys. 49 Zależność temperatury kompensacji od kąta propagacji α

Z przeprowadzonych badań własności AFP w wybranych kierunkach krystalograficznych NdCOB wynika, że do pracy w pokojowej temperaturze otoczenia najbardziej nadaje się orientacja YX, ponieważ jest skompensowana termicznie równie dobrze jak kwarc cięcia ST [42] a jej współczynnik sprzężenia elektromechanicznego jest 6 razy większy niż w kwarcu. Jeżeli przewidywana temperatura pracy podzespołu odbiega od pokojowej, to możliwe jest dobranie kąta propagacji AFP, który kompensację zapewni.

W tab. 20 porównano własności termiczne wybranych orientacji NdCOB [43] z innym kryształem należącym do rodziny tlenoboranów ziem rzadkich: GdCOB [44, 45].

Tab. 20 Własności termiczne AFP w NdCOB i GdCOB

orientacja	GdCOB	NdCOB
	TWCz ₁ [ppm/°C]	
XZ	-80	-75
YX	-52	0
YZ	---	-72
ZX	-76	-77
ZY	-79	-27

Z porównania tego wynika, że dla orientacji YX występuje różnica jakościowa, ponieważ GdCOB nie jest skompensowany termicznie. Dla pozostałych orientacji wystąpiły drobne różnice parametru TWCz₁.

Podsumowanie

Najważniejsze osiągnięcia niniejszej pracy dają się sformułować następująco:

- Opracowanie nowej metody wyznaczania stałych mechanicznych i piezoelektrycznych kryształów opartej o pomiary prędkości i współczynnika sprzężenia elektromechanicznego akustycznych fal powierzchniowych (AFP). Metoda ta jest lepsza od dotychczas stosowanej metody opartej na samej tylko prędkości, ponieważ umożliwia badanie kryształów o niezbyt silnym sprzężeniu elektromechanicznym. Dzięki pomiarowi dwóch wielkości naraz pozwala zredukować ilość próbek pomiarowych niezbędnych do jednoczesnego wyznaczania stałych mechanicznych i piezoelektrycznych.
- Opracowanie nowej metody wyznaczania stałych dielektrycznych kryształów z pomiarów pojemności przetwornika międzypalczastego.
- Opracowanie techniki pomiaru prędkości i współczynnika sprzężenia elektromechanicznego AFP z wykorzystaniem linii opóźniającej przy uwzględnieniu niezerowego kąta przepływu mocy akustycznej.

W odniesieniu do kryształu $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$:

- Wykonano obliczenia parametrów AFP i ich czułości na zmiany stałych mechanicznych i piezoelektrycznych w płaszczyznach X, Y i Z oraz wytypowano optymalne orientacje do wyznaczenia stałych dielektrycznych, mechanicznych i piezoelektrycznych.
- Wyznaczono stałe dielektryczne stosując opracowaną metodę.
- Wyznaczono stałe mechaniczne i piezoelektryczne stosując opracowaną metodę opartą o pomiary AFP. Parametry AFP zmierzone z wykorzystaniem linii opóźniającej potwierdzono pomiarami wykonanymi za pomocą sondy elektrycznej do wyznaczania rozkładu amplitudy AFP w płaszczyźnie propagacji.
- Zmierzone temperaturowe współczynniki zmian częstotliwości AFP i wyznaczono orientacje interesujące z aplikacyjnego punktu widzenia.

Literatura

- [1] H. Nakao, M. Nishida, T. Shikida, H. Shimizu, H. Takeda, T. Shiosaki "Growth and SAW properties of rare-earth calcium oxoborate crystals", *J. Alloys and Compounds*, vol. 408-412, 2006, pp. 582-585
- [2] H. Takeda, H. Nakao, S. Izukawa, H. Shimizu, T. Nishida, S. Okamura, T. Shiosaki "Growth and piezoelectric properties of $R_3Ga_5SiO_{14}$ and $RCa_4O(BO_3)_3$ (R: rare-earth elements) single crystals", *J. Alloys and Compounds*, vol. 408-412, 2006 pp. 474- 479
- [3] T. Karaki, M. Adachi, Y. Kuniyoshi "Evaluation of Material Constants in $NdCa_4O(BO_3)_3$ Piezoelectric Single Crystal", *J. Electroceramics*, vol. 21, 2008, p. 823-826
- [4] F. Yu, S. Zhang, X. Zhao, D. Yuan, C.-M. Wang, T. Shrout „Characterization of neodymium calcium oxyborate piezoelectric crystal with monoclinic phase”, *Crystal Growth & Design*, vol. 10, no. 4, 2010, pp. 1871-1877
- [5] H. Shimizu, A. Kondo, M. Nishida, H. Takeda, T. Nishida, T. Shiosaki „Electro-Acoustical Constants and Rayleigh SAW Propagation Characteristics of Rare-Earth Calcium Oxoborate Crystals”, *IEEE Ultrasonic Symposium*, 2005, pp. 934 - 938
- [6] J. Gołębiowski, „Mikroczipy z falą ultradźwiękową”, *Elektronizacja*, vol. 9, 1997, pp. 17-20
- [7] P. Hauptmann, R. Lucklum, J. Schroder „Recent Trends in Bulk Acoustic Wave Resonator Sensors“, *IEEE Ultrasonics Symposium*, 2003, p. 56
- [8] A. Slobodnik, Jr., „Surface Acoustic Waves and SAW Materials”, *Proceedings of the IEEE*, vol. 64, no. 5, 1976, pp. 581-595
- [9] Praca zbiorowa pod kierunkiem prof. dr hab. inż. W. Solucha, „Wstęp do Piezoelektroniki”, WKiŁ, Warszawa, 1980
- [10] J. F. Nye, „Physical Properties of Crystals”, Oxford University Press, 2000
- [11] J. Campbell, W. Jones „A Method for Estimating Optimal Crystal Cuts and Propagation Directions for Excitation of Piezoelectric Surface Waves”, *IEEE Trans. on Sonics and Ultrasonics*, vol. 15, no. 4, 1968, pp. 209-217
- [12] "IEEE Standard on Piezoelectricity", *IEEE Trans. on Sonics and Ultrasonics*, vol. SU-31, no. 2, 1984, pp. 16-22
- [13] B. A. Auld "Acoustic Fields and Waves in Solids", Robert E. Krieger Publishing Company, Florida, 2nd Edition, 1990
- [14] W. P. Mason, "Properties of Monoclinic Crystals", *Physical Review*, vol. 70, no. 9 & 10, 1946, pp. 705-728
- [15] J. Wang, X. Hu, X. Yin, R. Song, J. Wei, Z. Shao, Y. Liu, M. Jiang, "Growth, defects, and properties of $GdCa_4O(BO_3)_3$ and $Nd:GdCa_4O(BO_3)_3$ crystals", *J. Materials Research*, vol. 16, no. 3, 2001, pp. 790-796
- [16] T. Nishida, T. Shiosaki, "Measurement of Material Constants and Theoretical Calculation of Surface Acoustic Wave Characteristics of GdCOB Crystal", *IEEE Ultrasonics Symposium*, 2004, pp. 1988-1991

- [17] T. Nishida, H. Shimizu, T. Shiosaki, "Theoretical calculation of the surface acoustic wave characteristics of GdCOB single crystals", *J. Alloys and Compounds*, vol. 408-412, 2006, pp. 577-581
- [18] H. Shimizu, H. Takeda, T. Nishida, S. Okamura, T. Shiosaki, T. Shikida, "Evaluation of material constants and SAW properties in $\text{LaCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ single crystals", *IEEE Ultrasonic Symposium*, 2004, pp. 1218-1222
- [19] H. Shimizu, T. Nishida, M. Nishida, H. Takeda, T. Shiosaki, "Dielectric, elastic and piezoelectric constants of lanthanum calcium oxoborate single crystals with monoclinic structure of point group m ", *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 44 no. 9B, 2005, pp. 7059-7063
- [20] G. Kovacs, G. Trattinig, E. Langer, "Accurate determination of material constants of piezoelectric crystals from SAW velocity measurements", *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1988, pp. 269-272
- [21] G. Kovacs, M. Anhorn, H. E. Engan, G. Visintini, C. C. W. Ruppel, "Improved material constants for LiNbO_3 and LiTaO_3 ", *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1990, pp. 435-438
- [22] B. T. Sturtevant, M. P. da Cunha, "Assesment of langatate material constants and temperature coefficients using SAW delay line measurements", *IEEE Trans. on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 57, no. 3, 2010, pp. 533-539
- [23] R. Hook, T. Jeeves, "Direct search solution of numerical and statistical problems", *J. Association for Computing Machines*, vol. 8, no. 2, 1961, pp. 221-229
- [24] „Poradnik inżyniera – matematyka”, T. 1, WNT, Warszawa ,1987
- [25] K. Blotekjaer, K. Ingebrigtsen, H. Skeie, „A method for analyzing waves in structures consisting of metal strips on dispersive media”, *IEEE Trans. on Electron Devices*, vol. ED-20, 1973, no. 12
- [26] W. Smith, H. Gerard, J. Collins, T. Reeder, H. Shaw, „Analisy of Interdigital Surface Wave Transducers by Use of an Equivalent Circuit Model”, *IEEE Trans. Microwave Theory and Techniques*, vol. MTT-17, no. 11, pp. 856-864, 1969
- [27] W. Soluch, „Admittance matrix of a surface acoustic wave interdigital transducer”, *IEEE Trans. on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 40, no. 6, 1993, pp. 828-831
- [28] H. Engan, „Excitation of Elastic Surface Waves by Spatial Harmonics of Interdigital Transducers”, *IEEE Trans. on Electron Devices*, vol. ED-16, no. 12, 1969, pp.1014 - 1017
- [29] W. Soluch, „Design of SAW delay lines for sensors”, *Sensors and Actuators A*, vol. 67, 1998, pp. 60-64
- [30] G. Matthaei, D. Wong, B. O'Shaughnessy, "Simplification for the analysis of interdigital surface-wave devices", *IEEE Trans. on Sonics Ultrasonics*, vol. 22, no. 2, 1975, pp.105-114
- [31] J. H. Staudte, B. D. Cook, "Visualisation of quasilogitudinal and quasitransverse elastic waves", *J. Acoustical Society America*, vol. 41, no. 6, 1967, pp.1547-1548
- [32] A. Ballato, T. Lukaszek, D. Williams, F. Cho, "Power flow angle and pressure dependence of SAW propagation characteristics in quartz", *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1981, pp. 346-349

- [33] S. Sakharov, O. Buzanov, D. Roschchupkin, "Investigation of SAW and PSAW propagation in LGS crystal by scanning electron microscopy method", *IEEE International Frequency Control Symposium*, 2003, pp. 698-700
- [34] R. A. Waldron, "Power Transfer Factors for Nonuniformly Irradiated Interdigital Piezoelectric Transducers", *IEEE Trans. on Sonics Ultrasonics*, vol. 19, no. 4, 1972, pp. 448-452
- [35] K. Ingebrigtsen, "Surface Waves in Piezoelectrics", *J. Applied Physics*, vol. 40, no. 7, 1969, pp. 2681-2686
- [36] H. Engan, "Surface acoustic wave multielectrode transducers", *IEEE Trans. on Sonics Ultrasonics* SU-22, (6), 1975, pp.395-401
- [37] B. A. Richardson, G. S. Kino, "Probing of Elastic Surface Waves in Piezoelectric Media", *Applied Physics Letters*, vol. 16, no. 2, 1970, pp. 82-84
- [38] R.C Williamson, "Measurement of the Propagation Characteristics of Surface and Bulk Waves in LiNbO_3 ", *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1972, pp. 323-327
- [39] R.C Williamson, "Improved Electrostatic Probe for Measurement of Elastic Surface Waves", *IEEE Trans. on Sonics Ultrasonics* SU-19, no. 4, 1972, pp. 436-441
- [40] <http://www.itme.edu.pl/Prsurface2.htm>
- [41] E. Brzozowski, W. Soluch, "Correction of elastic, piezoelectric and dielectric constants of $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ crystal using measured SAW parameters" 24th *European Frequency and Time Forum*, EFTF 2010, ESA/ESTEC, Noordwijk (NL) 13-16 April 2010.
- [42] J. Caron, R. Haskell, J. Andle, J. Vetelino, "Temperature stable piezoelectric substrates for SAW gas sensors", *Sensors and Actuators B*, vol.35, 1996, pp. 141 - 145
- [43] E. Brzozowski, W. Soluch, "SAW and pseudo SAW properties of $\text{NdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ crystal", *Electronics Letters*, vol. 44, no. 1, 2008, pp. 64-65
- [44] W. Soluch, E. Brzozowski, "Properties of SAW delay lines on $\text{GdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ crystal at high temperatures", *Electronics Letters*, vol. 43, no. 13, 2007, pp. 737-738
- [45] W. Soluch, A. Pajackowska, "Measurements of SAW and pseudo SAW delay lines in $\text{GdCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ crystal", *Electronics Letters*, vol. 38, no. 4, 2002, p. 202