АКУСТИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Том XVIII 1972 Вып. 3

УДК 534.286

ИЗМЕРЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ПОГЛОЩЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКА В ТВЕРДЫХ ТЕЛАХ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

М. Б. Гитис, А. Г. Копанский

Описана установка и метод измерения коэффициента поглощения ультразвука в образцах твердых тел небольших размеров на частотах $5 \div 100$ *Мгц*, в интервале температур $20 \div 1000°$, метод приготовления образцов для осуществления измерения коэффициента поглощения ультразвука в установке с двумя звукопроводами. Акустический контакт между звукопроводами и образцом осуществлялся без переходных слоев, путем прижима.

Сопоставлены результаты измерений коэффициента поглощения ультразвука в плавленном кварце по описанному методу с результатами, полученными другими методами.

Измерения акустических характеристик твердых тел в широком интервале температур от гелиевых до плавления представляет большой интерес с точки зрения как техники, так и физики.

Техника измерений в области температур от гелиевых до комнатных достаточно хорошо отработана, чем и обусловлено большое количество работ, посвященных измерениям .скорости и затухания ультразвука в твердых и жидких средах в указанном интервале температур.

Акустические измерения в области температур от комнатных до 800—900° связаны с рядом трудностей. При температурах выше 573° пьезокварц теряет свои пьезоэлектрические свойства, а следовательно, непосредственное соединение пьезопластины с исследуемым образцом не представляется возможным. Общеизвестны способы применения буферных стержней, однако использование переходной среды между стержнем и образцом требует введения поправок, учитывающих изменения свойств этой среды. Наконец, при наличии достаточно больших образцов, возможно применение способа измерения, сопоставляющего сигналы, отраженные от конца образца, помещенного в печь и прорези или ступеньки на нем. Другой конец образца с датчиком на нем в процессе измерений непрерывно охлаждается [1]. Однако применение этого метода не реально и не целесообразно в случае исследования монокристаллов.

Таким образом, одним из наиболее сложных вопросов, подлежащих решению при высокотемпературных измерениях, является осуществление акустического контакта между образцом и излучателем (буферным стержнем). Акустический контакт, осуществленный через кремнеорганические масла, позволяет проводить измерения до $+400° \div 500°$, соединение же на специальных клеях приводит к порче образца и стержней.

Очевидно, весьма удобно осуществить акустический контакт через среду с акустическим сопротивлением много меньшим акустического сопротивления измеряемого образца и буферных стержней, однако, величина переходного слоя при этом должна стремиться к нулю, так как потери ультразвуковой энергии на большом слое весьма велики. При работе на низких частотах, порядка 5 *Мгц*, в работах [2, 3] указанный способ создания контакта был реализован путем притирки соприкасающихся поверхностей.

Однако наряду с осуществлением акустического контакта, для получения стабильных результатов в процессе измерений необходимо осуществить равномерный и однозначный во всех опытах прижим звукопровода к образцу. Последнее может быть достигнуто рядом способов, в том числе — посредством атмосферного давления.

Как уже отмечалось, переходные слои на границе раздела образец — звукопровод должны быть как можно тоньше, особенно при работе на частотах от 30 *Мгц* и выше; обычная притирка при этом не дает желаемых результатов — необходима специальная доводка образцов [4]. Так, например, при обработке образцов на последней стадии на очищенном корунде М7 с последующей полировкой их на алмазной пасте АП-1 удается получить величину шероховатостей на поверхности образца $\sim 0{,}03\ \mu$, а величину зазора между двумя однотипными поверхностями $\sim 0{,}06\ \mu$. Дополнительным требованием к образцам при измерении затухания ультразвука является их плоскопараллельность, не превышающая $1\ \mu$ на 20 *мм* рабочей поверхности на частотах порядка $50 \div 100$ *Мгц*, что довольно несложно получить по методике, описанной в работе [5].

Рассмотрим условия распространения ультразвука в системе звукопровод — промежуточный слой — образец, когда величина зазора между звукопроводом и образцом $d \to 0$. Из работы [5] значения коэффициентов отражения V и прозрачности D могут быть представлены в виде

$$V = \frac{(Z_1 + Z_2)(Z_2 - Z_3)e^{-ik_2d} + (Z_1 - Z_2)(Z_2 + Z_3)e^{ik_2d}}{(Z_1 + Z_2)(Z_2 + Z_3)e^{-ik_2d} + (Z_1 - Z_2)(Z_2 - Z_3)e^{ik_2d}},$$

$$D = \frac{4Z_1Z_2}{(Z_1 + Z_2)(Z_2 + Z_3)} \cdot \frac{1}{e^{-ik_2d} + V_{12}V_{23}e^{ik_2d}},$$

$$V_{12} = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2};\ V_{23} = \frac{Z_2 - Z_3}{Z_2 + Z_3},$$

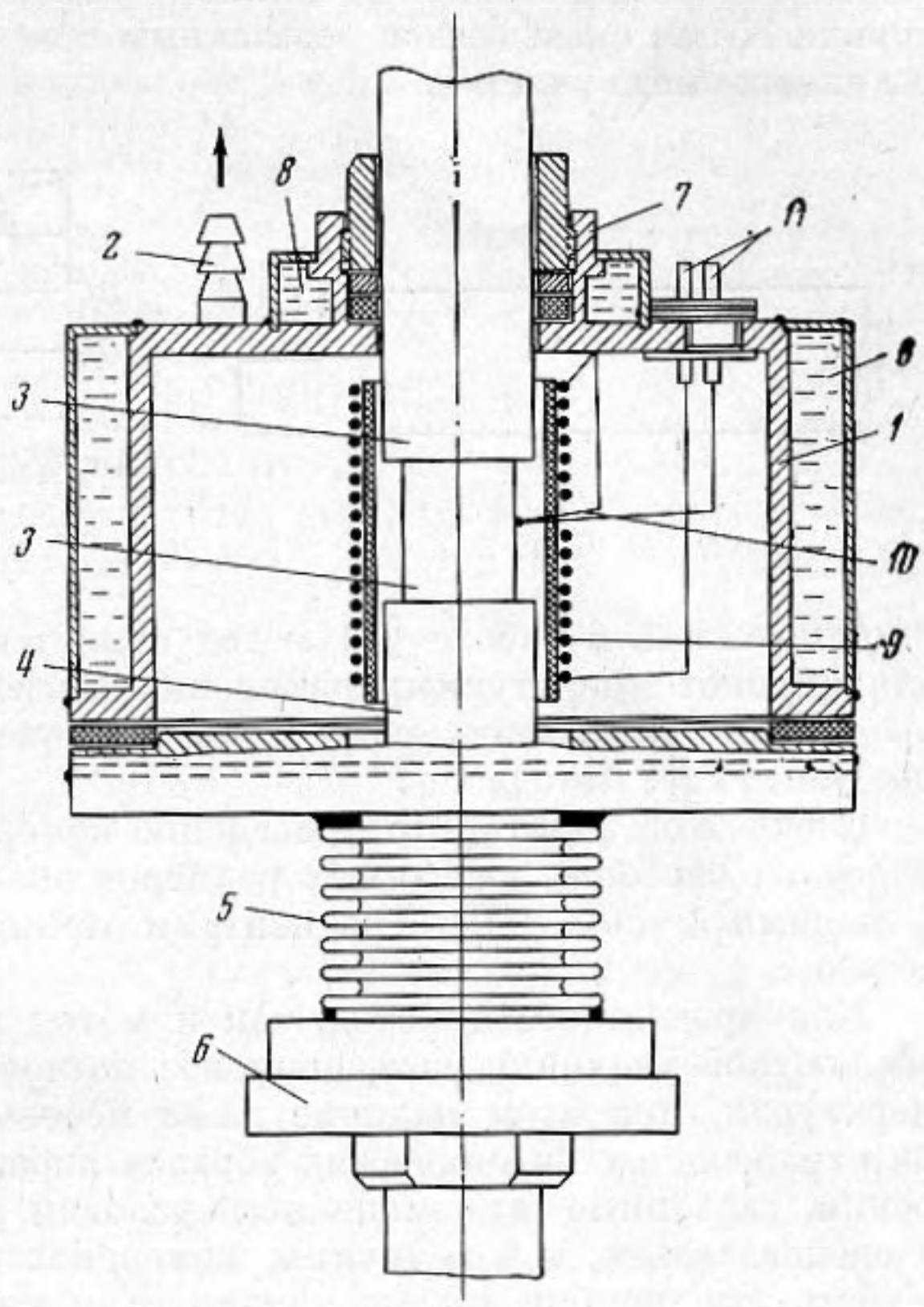
где Z_1, Z_2 и Z_3 — соответственно акустические импедансы звукопровода из плавленного кварца, воздуха и образца, d — толщина воздушного зазора, $k_2 = \omega / c$, $Z_2 \ll Z_1$, $Z_2 \ll Z_3$.

Путем несложных преобразований можно показать, что при введенных условиях и $d \to 0$ — $V \to 1$, $|D| \sim 1 / k_2d$. Как известно, если коэффициент отражения на границе раздела двух сред равен единице, то коэффициент затухания можно определить, оценив амплитуды последовательности импульсов в образце, введя поправки, связанные с дифракцией. Однако при расчетах следует учесть, что на соприкасающихся поверхностях имеются неровности, величина которых меньше длины ультразвуковой волны. Учет указанных поправок довольно сложен, в результате чего, видимо, расчетные значения могут несколько отличаться от экспериментальных (что и наблюдается на опыте).

С учетом вышеизложенного были разработаны метод и аппаратура для измерения коэффициента поглощения ультразвука в твердых телах в интервале температур $20 \div 1000°$ на частотах $5 \div 100$ *Мгц*. Установка состоит из двух звукопроводов, соосно закрепленных на координатном устройстве. Один из звукопроводов, неподвижно закрепленный, может ориентироваться по углу с помощью шарового шарнира и обеспечивает юстировку системы, второй звукопровод, перемещаясь вдоль оси системы, обеспечивает прижим образца. Образец помещен в специальной камере (фиг. 1). Для обеспечения стабильного акустического контакта путем прижима одного из звукопроводов к образцу в камере *1* через штуцер *2* создается вакуум не хуже 10^{-2} *мм* рт. ст. Образец *3* при этом помещен между передающим *3* и приемным *4* звукопроводами. Для создания прижима звукопровода к образцу предусмотрена возможность его перемещения с помощью сильфона *5*. Герметизация камеры со стороны звукопроводов обеспечена уплотнительными устройствами *6*, *7*. Охлаждение звукопроводов и уплот-

нительных устройств осуществляется системой охлаждающих рубашек *8*, а нагревание образца и измерение температуры — печью *9* и термопарой *10* соответственно, соединенных с внешними источниками через вводы *11*. Наряду с обеспечением стабильного акустического контакта вакуум в камере предохраняет образцы от окисления в процессе измерений.

В качестве материала звукопроводов выбран плавленый кварц, как материал, обладающий малым и слабо изменяющимся коэффициентом поглощения ультразвука в интервале частот 5 ÷ 100 *Мгц*. Замена кварцевых стержней на монокристаллические из тугоплавких металлов может расширить температурный диапазон установки до 2000° и более.



Фиг. 1

Измерение коэффициента поглощения осуществлялось в эхо-теневом варианте, т. е. с раздельными излучателем и приемником звука. Из сравнения амплитуды эхо-сигналов в образце можно получить значения коэффициента затухания во всем интервале температур. Амплитуда сигнала, прошедшего через систему звукопроводов и исследуемый образец, описывается формулой: $A_1 = C(t)e^{-\alpha_t x}$, где $C(t)$ — функция, описывающая процессы в волноводах и переходных слоях, а $e^{-\alpha_t x}$ описывает процесс поглощения звука в образце при температуре t; α_t — коэффициент затухания при температуре t; x — длина образца. Амплитуду сигнала из серии многократно отраженных в образце, следующего непосредственно за первым, можно выразить в виде $A_2 = C(t)R_1R_2e^{-3\alpha_t x}$, где R_1 и R_2 — коэффициенты отражения на границах раздела образец — звукопровод. В связи с тем, что наличие неровностей на поверхностях звукопроводов и образца делает R_1 и R_2 отличными от единицы, и одновременно они являются функциями величины неровностей, нельзя из сопоставления последовательности импульсов в образце получить величину коэффициента затухания в материале, а можно измерить лишь изменения его с температурой.

Величины амплитуд A_1 и A_2 могут быть непосредственно измерены в вольтах и если теперь A_1 поддерживать постоянным, то изменения A_2 будут характеризовать изменения α, так как R_1 и $R_2 \approx$ const для каждого образца и условие $A_1 =$ const автоматически учитывает изменения условий распространения звука в системе волноводов и образца.

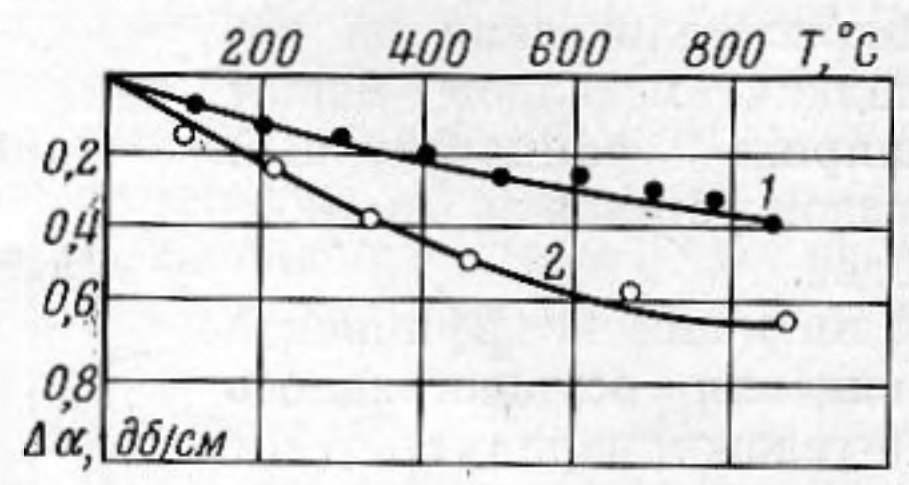
Если обозначить через $\Delta\alpha = \alpha_2 - \alpha_1$ изменение коэффициента поглощения с изменением температуры от t_1 до t_2, то нетрудно показать, что

$$\Delta\alpha = \frac{4{,}34}{x}\ln\frac{A_2(t_1)}{A_2(t_2)}\,(\text{дб/см}).$$

Абсолютное значение коэффициента поглощения измерялось на образцах, погруженных в ванну с дистиллированной водой с введением дифракционных поправок в результаты измерений.

Для проверки описанного метода измерений в качестве образца был выбран плавленый кварц. Это связано с тем, что кварц обладает малой теплопроводностью и при проведении на нем измерений коэффициента затухания по методу, описанному в работе [1], на образцах (фиг. 2, где *1* — образец, *2* — преобразователь) длиной 150, диаметром 30 с величиной ступеньки 25 *мм* оказывается возможным обеспечить постоянство температуры измеряемого участка.

Фиг. 2



Фиг. 3

Описанный в работе [1] метод является, по-видимому, единственным для высокотемпературных измерений коэффициента поглощения, с которым можно сравнивать результаты измерений, полученные посредством предлагаемого метода.

Следует оговорить, что проведение измерений по методу [1] на металлических образцах указанных размеров оказалось невозможным в связи с большими ($\sim 50 \div 100°$) градиентами температур на измеряемом участке образца.

Как предлагаемый метод, так и метод работы [1] дают значение не абсолютной величины коэффициента поглощения, а его изменения с температурой; при этом наличие даже небольших градиентов температуры на отражающих поверхностях образца вносит ошибки в результаты измерений, связанные с изменением условий распространения ультразвука, а следовательно, и в величины измеренного коэффициента отражения. Учесть эти ошибки весьма трудно. Как уже отмечалось, основная трудность в высокотемпературных измерениях связана с нестабильностью акустического контакта, качеством которого и определяется ошибка измерений.

Для определения ошибок, измерения коэффициента поглощения ультразвука были повторены многократно с извлечением и повторной установкой образца перед каждым измерением. Перед каждым измерением образцы нормализовались после механической обработки.

Измерения были проведены в интервале температур от комнатной до 800° на частотах $55 \div 85$ *Мгц*. На фиг. 3 представлены кривые, полученные в результате многократных измерений по предлагаемой методике (кривая *1*) и по методу работы [1] (кривая *2*) на частоте 75 *Мгц*. Отличие значения коэффициента поглощения на $0{,}2 \div 0{,}3$ *дб/см* по двум кривым может быть связано как с нестабильностью акустического контакта в случае описываемого метода, так и с наличием небольших градиентов температур на измеряемом участке образца в измерениях, проведенных по методу работы [1]. Величину $0{,}2 \div 0{,}3$ *дб/см* следует считать погрешностью описываемого метода, получить которую расчетным путем практически невозможно. Многократные измерения коэффициента поглощения, проведенные на монокристаллах никеля и кремния, также показали, что разброс результатов измерения не превышает указанной величины.

Авторы благодарят И. Г. Михайлова за полезные советы и обсуждение результатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. У. Мэзон. Физическая акустика, т. 1, ч. А. М., «Мир», 1966 г.
2. H. Spetzler, E. Schreiber, L. Peselnik. Coupling of ultrasonic energy through lapped surfaces: application to high temperatures, J. Acoust. Soc. America, 1969, 45, 2, 520.
3. H. Spetzler, P. Newbigging, E. Schreiber. Coupling of ultrasonic energy through lappen surfaces at high temperatures and pressure. J. Acoust. Soc. America, 1969, 45, 4, 1057.
4. В. М. Винокуров. Исследование процесса полировки стекла. М., «Машиностроение», 1967.
5. T. Ochs. Orienting and polishing single crystals for ultrasonic measurements. J. Phys. (J. Sci. Instrum.) 1968, E1, 11, 1122—1123.
6. Л. М. Бреховских. Волны в слоистых средах. М., Изд-во АН СССР, 1957.

Всесоюзный н.-и. институт
по разработке неразрушающих методов
и средств контроля качества материалов
Кишинев

Поступила в редакцию
26 января 1971 г.