Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук

На правах рукописи

AMB

Воронова Наталья Владимировна

Акустические свойства тонких пьезоэлектрических пластин при воздействии вязких и электропроводящих жидкостей

Специальность: 01.04.07 - «Физика конденсированного состояния»

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

> Научный руководитель: доктор физико-математических наук Анисимкин Владимир Иванович

Москва - 2019

Оглавление

ВведениеЗ
Глава 1. Микроволновые акустические сенсоры (обзор)11
1.1 Основные типы используемых акустических колебаний11
1.2. Наиболее распространенные структуры и конструкции
1.3. Акустические датчики жидкости32
Глава 2. Используемые методики42
2.1. Методика расчета характеристик распространения акустических волн в твердотельных структурах42
2.2. Методики экспериментального измерения рабочих характеристик акустоэлектронных датчиков
Глава 3. Некоторые особенности возбуждения и распространения нормальных акустических волн в кристаллических пластинах и слоистых структурах на их основе
3.1. Особенности возбуждения и распространение нормальных волн в пьезоэлектрических пластинах большой толщины [A1-A2]
3.2. Свойства квазипродольных (QL) мод и мод Анисимкина И.В. (AN) в кристаллах низкой симметрии и произвольной ориентации [A3]70
3.3. Акустические свойства слоистой структуры пленка ZnO/пластина Si/свободная поверхность [A4]77
3.4. Акустические свойства слоистых структур пленка ZnO/пластина Si/ пленка ZnO [A5, A6]87
3.5. Структура волн в пьезоэлектрических пластинах со свободными и металлизированными поверхностями [А7]
Глава 4. Сенсорные свойства нормальных акустических волн 103
4.1. Чувствительность волн к температуре [А8]103
4.2. Температурные характеристики нормальных волн в наиболее распространенных пьезокристаллах [А9]
4.3. Чувствительность нормальных волн к электрической проводимости жидкости [A10 - A11].
4.4. Чувствительность нормальных волн к вязкости жидкости [А11]
4.5. Трехпараметрический датчик жидкости на поверхностных и нормальных
акустических волнах [А12]
4.6. Интегральная решетка акустических датчиков для распознавания жидкостей микролитрового объема [A13-A14]140
Заключение
Литература А

Введение.

Исследование физических свойств твердых и жидких веществ при различных внешних воздействиях позволяет глубже понять природу этих веществ и применить полученные данные к сенсорике – большому научно-техническому направлению, объединяющему явления, эффекты, процессы и алгоритмы из физики, химии, биологии, информатики, электроники, теплотехники и ряда других дисциплин [1-2]. За последние годы в этом направлении произошел значительный прогресс. Чувствительность датчиков стала выше, размеры меньше, избирательность лучше, стоимость ниже. При этом один из наиболее ощутимых скачков произошел в датчиках акустического типа, рынок которых растет на 18 % ежегодно [3].

В начале своего развития акустические волны в твердых телах и твердотельных структурах широко применялись для создания высокочастотных фильтров, линий задержки, резонаторов и генераторов, для которых влияние внешних факторов (температуры, влажности, давления и т.д.) необходимо было минимизировать. Последовавшее за этим использование акустических волн в датчиках на основе тех же устройств, напротив, потребовало обеспечить условия, при которых влияние внешних факторов требуется сделать максимальным, избирательным, воспроизводимым и стабильным. Работа в этом направлении началась в конце 70-х годов XX столетия практически одновременно в СССР [4], США [5] и Италии [6]. Теперь такие датчики созданы для измерения широкого спектра параметров - температуры, давления, ускорения, электрического и магнитного полей, концентрации газов и пр. При этом особое место в ряду акустоэлектронных датчиков занимают детекторы жидкости, потребность в которых особенно возросла в связи с экологической, химической и биологической безопасностью, а также в медицинской, фармацевтической, пищевой и других областях промышленности.

Прогрессу акустоэлектронных датчиков различных типов, в том числе и жидкостных, в значительной степени способствовало наличие технических решений, уже отработанных на акустоэлектронных линиях задержки, резонаторах и генераторах, промышленный выпуск совершенных пьезоэлектрических кристаллов, совместимость технологии изготовления акустоэлектронных датчиков с традиционными технологиями микроэлектроники и развитие вычислительной техники. Этому же способствовало использование зависимости характеристик акустических волн от направления распространения в пьезоэлектрических кристаллах (анизотропии) и многообразия типов волн, которые могут существовать в твердых телах и твердотельных структурах. До настоящего времени это объединение не практиковалось, а в качестве акустических волн для детектирования жидкостей использовались в основном либо волны сдвиговой и квазисдвиговой поляризации, либо нормальные волны Лэмба первых номеров, которые не излучают свою энергию из твердого тела в тестируемую жидкость из-за медленной скорости. Поэтому вопрос об исследовании сенсорных свойств малоизученных и недавно открытых акустических волн в анизотропных структурах, включая новый тип акустических колебаний, недавно открытых в ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН и получивших название квазипродольных мод Ивана В.Анисимкина [7-10], является актуальной задачей на современном этапе.

<u>Цель диссертационной работы</u> состояла в более полном исследовании особенностей распространения и сенсорных свойств нормальных акустических волн разного типа и разных порядков при воздействии на пьезопластины вязких и электропроводящих жидкостей.

Основные задачи работы.

1. Исследование особенностей возбуждения и распространения нормальных волн высших порядков, включая новые моды квазипродольной поляризации, в кристаллических пластинах со свободными, металлизированными и нагруженными жидкостью поверхностями.

2. Исследование акустических свойств новых слоистых структур, образованных пластинами Si и пьезоэлектрическими пленками ZnO.

3. Исследование сенсорных свойств нормальных волн высших порядков в кристаллических пластинах и слоистых структурах в зависимости от вязкости, электрических характеристик и температуры жидкости, наносимой на одну из поверхностей пластины.

4. Разработка и тестирование чувствительных элементов акустических датчиков для а) одновременного измерения вязкости, электрических характеристик и температуры жидкости микролитрового объема и б) распознавания жидкостей разного типа и сорта по их физическим характеристикам.

Основные положения, выносимые на защиту.

- Нормальные акустические волны с ненулевым вертикальным смещением способны распространяться в пьезоэлектрических пластинах, нагруженных жидкостью. При этом изменения скорости и амплитуды этих волн при жидкостной нагрузке верхней и нижней поверхностей пластины могут различаться.
- Нормальные волны с доминирующим продольным смещением существуют в «несимметричных» направлениях тетрагональных и тригональных кристаллов. Направление потока энергии нормальных волн зависит от их порядка.
- 3. Квазипродольные нормальные волны распространяются в двухслойных (пленка ZnO/пластина Si) и трехслойных (пленка ZnO/пластина Si/пленка ZnO) структурах. Выбором толщин пленок и пластины свойства этих волн варьируются, причем увеличение их коэффициента электромеханической связи и уменьшение их нормальной компоненты смещения на поверхности происходят одновременно.
- 4. Зависимость чувствительности нормальных акустических волн от их порядка, направления распространения, толщины пластины и длины волны позволяет одновременно измерять несколько параметров жидкостей микролитрового объема, а также проводить идентификацию жидкостей без применения чувствительных покрытий.

Научная новизна полученных результатов.

1. Впервые предложены и исследованы новые акустические среды - одно- и двухслойные структуры на основе кристаллических пластин толщиной порядка длины акустической волны. Показано, что профили смещения мод нормальных волн в этих структурах не являются ни симметричными, ни антисимметричными относительно середины пластины.

2. Впервые установлены новые свойства нормальных волн в кристаллических пластинах - температурные коэффициенты нормальных волн помимо материальных констант зависят от номера волны n, толщины пластины H, длины волны λ и температурного коэффициента расширения по толщине пластины; потоки энергии волн разных порядков, возбужденных в одном направлении, распространяются, в общем случае, «веерообразно» под разными углами к волновой нормали; при металлизации обеих поверхностей пьезоэлектрической пластины уменьшение скорости волн не равно (меньше) удвоенному уменьшению скорости при односторонней металлизации.

3. Впервые показана возможность существования новых нормальных волн (квазипродольных, Анисимкина И.В.) в кристаллах и структурах с низкой степенью симметрии.

4. Разработана новая экспериментальная методика для одновременного измерения нескольких параметров микропроб жидкости (вязкость, проводимость, температура).

5. Разработана новая экспериментальная методика для идентификации жидкостей микролитрового объема.

Научная и практическая значимость.

1. Показано, что при конечной полосе пропускания встречно-штыревых преобразователей нормальные акустические волны высших порядков могут испытывать влияние соседних мод с близкими скоростями и/или интерферировать с гармониками нормальных волн более низкого порядка, имеющими близкие частоты.

 Установлено, что при толщинах пластин Н ≥ 3λ нормальные акустические волны высших порядков концентрируются в центральной части пластины и становятся непригодными для анализа жидкостей.

3. Установлено, что зависимость температурных коэффициентов нормальных волн от

n, Н и λ позволяет увеличивать, уменьшать, инвертировать и обращать в ноль эти коэффициенты без изменения материала пластины и его кристаллографического среза.
4. Показано, что зависимость скорости v и поглощения α нормальных волн от их номера n, направления распространения, толщины пластины H и длины волны λ позволяет измерять физические параметры жидких сред и проводить их идентификацию без использования специальных чувствительных покрытий.

5. Предложен и реализован новый подход к созданию многопараметрических акустических датчиков жидкости, основанный на сочетание разных типов волн (нормальных, поверхностных), разных видов «откликов» (фазового, амплитудного) и анизотропии волн в пьезоэлектрических пластинах.

Предложен И реализован новый идентификации 6. подход к жидкостей микролитрового объема без использования чувствительных покрытий, основанный на зависимости сенсорных свойств нормальных волн нулевого и высших порядков от направления распространения, номера моды, длины волны И толщины пьезокристаллической пластины.

7. Впервые разработан и испытан чувствительный элемент датчика вязкости и температуры жидкости, не чувствительный к электрическим характеристикам жидкости.

8. Впервые разработан и испытан чувствительный элемент трехпараметрического датчика жидкости для одновременного измерения вязкости, температуры и электрических характеристик в одной и той же пробе жидкости микролитрового объема.

9. Впервые разработана и апробирована решетка акустических датчиков для идентификации жидкостей без использования чувствительных покрытий, все элементы которой расположены на одной поверхности пьезоэлектрической пластины.

<u>Достоверность полученных результатов.</u>

Достоверность представленных в диссертации результатов определяется использованием апробированных методов расчета и измерений, пьезоэлектрических кристаллов с известными материальными константами и согласием экспериментальных данных и теоретических оценок.

Апробация работы.

Результаты, изложенные в диссертации, докладывались и обсуждались на международной молодежной конференции Modern information society formation – problems, perspectives, innovation approaches (Санкт-Петербург, 2010), конкурсах работ молодых ученых, аспирантов и студентов ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН (2015, 2016), семинаре Научного Совета по акустике РАН «Успехи акустики-2016» (Москва), II Всероссийской акустической конференции (Нижний Новгород 2017), 2017 Joint Conference of the European Frequency and Time Forum, and the IEEE International Frequency Control Symposium (2017, Besancon, France) и научно-технических советах АО «НИИ «Элпа».

Публикации.

По материалам диссертации опубликовано **15 работ**, из которых **9** - в журналах, входящих в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК Минобразования и науки РФ, **4** - в журналах, индексируемых в поисковой платформе Web of Science и Scopus и **2** – патента.

<u>Личный вклад автора</u> заключается в разработке и изготовлении фотошаблонов, изготовлении экспериментальных образцов, участии в расчетах, измерениях, обсуждении результатов и написании научных статей и тезисов конференций. Доклады на мероприятиях, перечисленных в разделе Апробация работы, сделаны лично автором.

Структура диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Объем диссертации составляет 164 страницы машинописного текста, включая 93 рисунка, 19 таблиц и 8 формул. Список использованной литературы содержит 159 наименований.

Во Введении кратко сформулированы актуальность, цели и задачи исследования, научная новизна, научная и практическая значимость работы, основные положения, выносимые на защиту, отражен личный вклад соискателя, обоснована достоверность результатов, указана апробация работы, кратко изложены содержание диссертации по главам.

В Главе 1 дан краткий обзор основных типов акустических колебаний, структур и конструкций, используемых в акустоэлектронных датчиках, с упором на колебания и устройства, предназначенные для анализа жидкостей.

Глава 2 посвящена описанию используемых в диссертации численной и экспериментальных методик. Расчет основных характеристик нормальных волн в кристаллических пластинах со свободными, металлизированными и покрытыми тонкими слоями поверхностями, проводился с использованием хорошо апробированной компьютерной программы, разработанной в McGill University, и материальных констант, многократно проверенных в многочисленных работах других авторов. Подробно описаны все шаги по использованию программы при расчетах скорости v, коэффициента электромеханической связи K^2 , угла Ψ между волновой нормалью и направлением потока энергии, температурных коэффициентов задержки, профилей взаимно ортогональных смещений U_1 , U_2 , U_3 на поверхности и по глубине структуры, а также дисперсионных характеристик v, K^2 и Ψ .

Также описана методика измерения характеристик распространения и сенсорных свойств нормальных волн с помощью 2-х ранее созданных установок - импульсной, полностью исключающей влияние электромагнитной наводки и отраженных акустических сигналов, и установки, работающей в непрерывном режиме, позволяющей одновременно измерять временные изменения (кинетику) амплитудных и фазовых «откликов» волны при внешних воздействиях. Приведен перечень жидкостных растворов, позволяющих проводить калибровку акустических датчиков отдельно на действие вязкости и электрической проводимости жидкости.

В главе 3 приводятся результаты теоретического и экспериментального исследования особенностей возбуждения и распространения нормальных волн высших порядков, в том числе квазипродольных и волн Анисимкина И.В., в пластинах

кристаллического кварца, ниобата и тетрабората лития, а также в двухслойной и трехслойной структурах на основе пластин кремния с пьезоэлектрическими пленками ZnO и AlN на одной и двух поверхностях пластины. Приведены данные об интерференции соседних волн с близкими скоростями и волн на основной частоте и частоте высших гармоник. Исследован модовый состав и диапазон достижимых акустических характеристик таких структур. Проведено сравнение указанных двухслойных и трехслойных структур между собой и с аналогичными структурами на базе пьезоэлектрической пленки и подложки в виде полубесконечной среды. Выполнено сравнение сенсорных свойств мод высших порядков при воздействии на верхнюю и нижнюю поверхности пластины. Установлена особенность переноса энергии нормальных волн при распространении по направлениям с низкой степенью симметрии. Определено влияние металлизации пьезоэлектрической пластины на чувствительность мод высших порядков к вязкой жидкости и температуре.

В главе 4 представлены результаты исследования сенсорных свойств нормальных волн к температуре, вязкости и электрической проводимости жидкостей, наносимых на одну из поверхностей кристаллической пластины. Показана возможность управления этой чувствительностью за счет выбора номера моды, толщины пластины, длины волны и направления распространения. Получено аналитическое выражение, описывающее температурные характеристики нормальных волн с учетом дисперсии волн и температурных изменений толщины пластины. Продемонстрирована возможность использования в акустических датчиках жидкости не только «медленных» волн Лэмба или сдвигово-горизонтальных волн SH (как это делалось paнee), но и «высокоскоростных» волн Лэмба, и квазипродольных нормальных волн с ненулевым вертикальным смещением на поверхности пластины, граничащей с жидкостью. Показано существование в пьезоэлектрических пластинах нормальных волн, «отклики» которых на один из параметров жидкости (вязкость, электрическую проводимость, температуру), доминирует над двумя остальными. С использованием таких волн разработаны и апробированы макеты датчиков для измерения 2-х (вязкость, температура) и 3-х (вязкость, электропроводность, температура) параметров микропроб жидкости. Предложена и апробирована решетка жидкостных датчиков на основе нормальных волн, в которой разнообразие индивидуальных датчиков обеспечивается сразу 3-мя факторами анизотропией пластины, зависимостью сенсорных свойств нормальных волн от их номера и зависимостью тех же волн от толщины пластины, нормированной на длину волны. Показано, что эта решетка, не содержащая каких-либо чувствительных покрытий, способна отличить одну жидкость от другой и/или определять соответствия анализируемого вещества заданному стандарту без специальной математической обработки выходных сигналов. Работа датчика продемонстрирована на примере нескольких сортов воды, молока, кофе и бензина.

В Заключении сформулированы основные результаты, полученные в процессе проведенных исследований.

Диссертационная работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН (ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН).

Глава 1. Микроволновые акустические сенсоры (обзор).

1.1 Основные типы используемых акустических колебаний.

Теоретический анализ характеристик акустических волн различных типов, распространяющихся в пьезоэлектрических кристаллах и слоистых структурах на их основе, уже проведен в целом ряде работ путем численного решения краевой задачи, включающей исходные уравнения движения среды и электростатики, а также электрические и механические граничные условия, учитывающие специфику граничащих сред. Результаты этого анализа изложены в отечественных и зарубежных монографиях [11-15]. Эти результаты хорошо известны специалистам, и поэтому в данном разделе они будут изложены лишь кратко.

К настоящему времени известно около 20 типов акустических волн, существующих в твердотельных структурах, которые отличаются между собой геометрией и составом среды распространения, поляризацией и распределением смещений по глубине. Наряду с поляризацией основными характеристиками акустических волн являются также скорость v, коэффициент электромеханической связи K² и температурный коэффициент скорости ТКV и задержки ТКЗ.

Так, в каждом направлении безграничного пьезокристалла распространяются три объемные акустические волны (OAB) – квазипродольная со скоростью V_L , быстрая квазипоперечная (V_{FS}) и медленная квазипоперечная (V_{SS}). Скорости этих волн различны ($V_L > V_{FS} > V_{SS}$), поляризации взаимно ортогональны и образуют разные углы с направлением волновой нормали, а потоки энергии переносятся под разными углами к направлению распространения. По направлениям с высокой степенью симметрии продольная волна имеет поляризацию вдоль волновой нормали, а поперечные - перпендикулярны ей (рис.1.1). Потоки энергии объемных волн по симметричным направлениям совпадают с направления.

Скорость v, коэффициент электромеханической связи K² и температурные коэффициенты TKV и TK3 объемных волн не зависят от частоты – то есть не обладают дисперсией.

Если кристалл ограничен одной плоской границей, вдоль нее распространяются четыре типа акустических волн – две поверхностные (ПАВ) обобщенные рэлеевские с эллиптической поляризацией и чисто сдвиговые Гуляева-Блюстейна, приповерхностные объемные сдвиговой поляризации, волновой вектор которых направлен вглубь тела, а поток энергии – вдоль поверхности, и утекающие («медленные» со скоростью V между скоростями поперечных объемных волн $V_{FS} > V > V_{SS}$ и «быстрые» со скоростью V между

скоростями продольной и быстрой поперечной волн $V_L > V > V_{FS}$) (рис.1.2). Характерным отличием акустических волн на свободной поверхности от волн в объеме кристалла является их локализация у поверхности распространения в тонком слое до 10 длин волн λ у рэлеевской волны и 10 λ -100 λ у волн Гуляева-Блюстейна.

Анизотропия кристаллов приводит к зависимости скорости распространения v, коэффициента электромеханической связи K^2 , угла ψ между волновой нормалью и направлением потока энергии, температурных коэффициентов скорости (ТКС) и задержки (ТКЗ), а также поляризации U и других характеристик от направления распространения. Например, на рис.1.3 приведены типы эллипсов поверхностного смещения в обобщенной рэлеевской волне, встречающиеся в монокристаллах.

Скорость v, коэффициент электромеханической связи K² и температурный коэффициент скорости или задержки поверхностных волн не зависят от частоты – то есть не обладают дисперсией.



Рис.1.1. Типы объемных акустических волн, существующие в кристаллических материалах неограниченных размеров.



Рис.1.2. Типы акустических волн, распространяющиеся вдоль свободной поверхности кристаллов.



Рис.1.3. Типы эллипсов поверхностного смещения обобщенных рэлеевских волн, встречающиеся в монокристаллах разных сингоний.

 U_1, U_2, U_3 – векторы поляризации ПАВ; U_L, U_{FS}, U_{SS} – векторы поляризации ОАВ. Далее, при нанесении на свободную поверхность пьезоэлектрического кристалла слоя другого материала или системы периодических канавок (металлических полос), замедляющих волны по сравнению с распространением на свободной поверхности, рэлеевские ПАВ трансформируются в семейство эллиптически поляризованных поверхностных волн разных номеров, а приповерхностные объемные – в сдвиговые поверхностные волны Лява и волны Гуляева-Плесского, сконцентрированные у рифленой поверхности (рис.1.4). Выбором материала и толщины слоя, глубины и профиля канавки можно эффективно управлять характеристиками этих волн, делая их более или менее локализованными у поверхности. Напротив, при нанесении на свободную поверхность «ускоряющего» слоя в структуре слой - полупространство распространяется только одна рэлеевская ПАВ, скорость которой увеличивается с толщиной слоя до величины скорости медленной объемной волны. После этого рэлеевская ПАВ трансформируется в утекающую волну.

Скорость v, коэффициент электромеханической связи K² и температурный коэффициент скорости или задержки поверхностных волн в слоистых структурах зависят от частоты – то есть обладают дисперсией.

Далее, если кристалл ограничен двумя плоскими границами, параллельными друг другу, в нем возможно распространение так называемых нормальных волн разных номеров п и двух классов – эллиптически поляризованных волн Лэмба и поперечных волн (рис.1.5). И те, и другие рассредоточены по всей толщине пластины и имеют отличающиеся друг от друга скорости, коэффициенты электромеханической связи, поляризации и другие характеристики. Нормальные волны делятся на 2 группы – симметричные, колебания которых симметричны относительно средней плоскости, равноудаленной от двух поверхностей, и антисимметричные, в которых эти колебания антисимметричны относительной той же плоскости. Свойства нормальных волн зависят от нормированной на длину волны толщины пластины Η/λ (Η – толщина, λ - длина акустической волны) – то есть обладают дисперсией. С ростом толщины нулевая симметричная и нулевая антисимметричные волны трансформируются в рэлеевские ПАВ, локализованные у поверхностей пластины, а нормальные волны высших порядков концентрируются в толще пластины и не «выходят» на ее поверхность. В результате этого с ростом толщины пластины H/λ происходит трансформация нормальных волн в другие типы колебаний, которые существуют в неограниченном (ОАВ) и полуограниченном (ПАВ) твердых телах.

Скорость v, коэффициент электромеханической связи K² и температурный коэффициент скорости или задержки объемных волн зависят от частоты – то есть обладают дисперсией.



Рис.1.4. Типы акустических волн, существующие на поверхности кристаллов, покрытых «замедляющим» слоем, периодическими канавками и металлическими полосами.



Рис.1.5. Типы акустических волн, распространяющихся в кристаллических пластинах со свободными поверхностями.

В 2004 г. появилось сообщение об открытии нового типа нормальных волн с доминирующим продольными смещением $U_I >> U_2$, U_3 [7]. Было показано, что существует две модификации таких волн – одна с практически постоянным профилем смещения по глубине пластины (рис.1.6,а), другая – со слабо меняющимся профилем (рис.1.6,б). Обе модификации могут существовать в кристаллах различных сингоний (от орторомбической до кубической и изотропной), не зависят от пьезоэлектрических и анизотропных свойств этих кристаллов и могут рассматриваться как трансформация нормальных волн Лэмба при выполнении 2-х условий [16]: 1) скорости нормальных волн v_n должны быть близки к скорости продольной объемной волны v_L в том же направлении, 2) дисперсия волн при $v_n \approx v_L$ должна быть мала ($dv_n/d(h/\lambda) \le 10^3$ м/с) по сравнению с таковой для волн Лэмба ($dv_n/d(h/\lambda) > 10^3$ м/с). Иными словами, новые нормальные моды характеризуются чрезвычайно слабой дисперсией при $v_n \approx v_L$ (рис.1.7). Для фиксированного направления распространения они возникают всякий раз, когда по мере увеличения нормированной толщины пластины H/λ их дисперсия замедляется (рис.1.8).

Исследованию сенсорных свойств этих волн посвящена часть настоящей диссертационной работы.



Рис.1.6. Типичные профили упругих смещений нормальных акустических волн с доминирующим продольным смещением U_1 и обобщенных волн Лэмба. (а) – волны Лэмба ($U_1 \sim U_2 \sim U_3$), (б) – волны Анисимкина И.В. ($U_1 >> U_2 \sim U_3$, $U_1 \approx$ constant) и (с) - волн квазипродольной поляризации QL ($U_1 > U_2$, U_3 , $U_1 \neq$ constant) [16].



Рис.1.7. Дисперсионные зависимости скорости нормальных волн разных типов, приведенные в одном масштабе.

(a) - ST,x-SiO₂ (0°,132.75°,0°): (1) – волна Анисимкина И.В., AN (наклон дисперсионной кривой $S_n = dv_n/d(h/\lambda) = 7$); (2) и (3) – волны Лэмба ($S_n = 427$ и 688, соответственно). (б) - 42.75°y,x-LiNbO₃ (0°, 132.75°, 0°): (1) – волна QL ($S_n = 982$); (2) и (3) – волны Лэмба ($S_n = 2550$ и 2925, соответственно).



Рис.1.8. Изменение наклона $S_n = dv_n/d(h/\lambda)$ дисперсионной кривой нормальной волны Лэмба вблизи скорости объемной продольной волны ($v_n \approx v_L$) при увеличении толщины пластины H/λ . Стрелками указаны толщины, при которых происходит трансформация эллиптически поляризованной волны Лэмба в линейно поляризованную волну QL.

Одним из последних типов фундаментальных волн, открытых в твердых телах в последнее время, являются так называемые клиновые волны – эллиптически поляризованные акустические колебания, распространяющиеся вдоль кромки твердого тела, образованной двумя плоскостями и локализованной у нее. Эти волны не обладают дисперсией [17]. Они также не испытывают дифракции, а из всех известных типов волн обладают наименьшей скоростью распространения ($V_w < V_{SAW} < V_{BAW}$). Для углов клина между 42° и 61° у этих волн появляются моды высших порядков, большинство из которых имеют антисимметричное распределение смещений относительно плоскости, проходящей через вершину клина по его биссектриссе. Число мод растет с уменьшением угла клина. Глубина проникновения мод растет с увеличением их номера.

Как и для ПАВ, существуют псевдоклиновые волны, которые по мере своего распространения излучают энергию в объемные и поверхностные волны. Скорость псевдоклиновых волн больше скорости по крайней мере одной из ПАВ на плоскостях клина [18].



Рис 1.9. Клиновая волна, распространяющаяся вдоль кромки со скоростью V.

Условия существования клиновых волн установлены пока лишь для клиньев изотропной среды и некоторых симметричных конфигураций кристаллов [19], а измерение характеристик этих волн, как и их применение, пока находятся на начальном уровне, т.к. получение идеальной кромки представляет собой трудную задачу. По этой причине экспериментальное исследование клиновых волн и практическое применение находятся пока на начальном этапе. Тем те менее, известны работы по применению клиновых волн для неразрушающего контроля, линий задержки, миксеров и датчиков жидкости [20].

1.2. Наиболее распространенные структуры и конструкции.

В данном параграфе приведены базовые конструкции акустических сенсоров на основе кварцевого микробаланса, устройств на поверхностных и объемных акустических волнах, а также беспроводных сенсорных устройств.

В основе работы кварцевого микробаланса (рис.1.10) лежит пьезоэлектрический эффект, обеспечивающий преобразование входного электрического напряжения в упругие колебания сдвига или по толщине пластины, и ответную реакцию в виде зарядов на электродах за счет обратного пьезоэффекта. Частоты устройств зависят от присоединенной (адсорбированной) массы m_c и уменьшаются с ее увеличением.

Частоты кварцевых резонаторов составляют 10-20 МГц, а минимально регистрируемые приращения массы $m_c - 10^{-8} - 10^{-11}$ г или $10^{-9} - 10^{-12}$ г/см² [1]. Однако, резонаторы, работающие на продольной акустической волне, применимы только для детектирования газов и не могут использоваться для жидкостей, т.к. волны этого типа распространяются в жидких средах и переизлучаются в них из тела резонатора (рис.1.11), уменьшая их добротность.

Резонаторы же на сдвиговой волне в конструкции рис.1.10 также не применимы к детектированию жидкостей, т.к. электрические поля акустической волны, экранируемые металлическим электродом, не проникают в жидкость и не позволяют фиксировать ее электрические характеристики. Конструктивные решения, допускающие применение этих устройств к жидкостям рассматриваются в следующем разделе первой главы.



РИС 1.10. Внешний вид кварцевого микробаланса и распределение смещений по его толщине для основной частоты и гармоник. m_q – собственная масса резонатора. m_c – масса адсорбированных молекул.



РИС.1.11. Излучение продольной волны резонатором в жидкость, нанесенную на одну из поверхностей.

Сенсоры на поверхностных акустических волнах (ПАВ) вначале (с 1980 годов) представляли собой обычные линии задержки или резонаторы, на пути распространения волны в которых размещалось газочувствительное покрытие (Рис.1.12). В отличие от кварцевых микробалансов датчики на ПАВ реагируют не только на изменение массы (плотности ρ) газочувствительного покрытия, но и на изменения его упругости (модулей с_{ij}), электрической проводимости σ и температуры Т [21]. Малая глубина локализации (~10 мкм) и более высокие частоты (до 1 ГГц) делают поверхностные волны и датчики на их основе более чувствительными к внешним воздействиям. Однако, сравнивая порог срабатывания, необходимо учитывать, что кратковременная стабильность ПАВ-генераторов уступает генераторам на ОАВ. В результате теоретический предел чувствительности по массе для ПАВ если и больше, то незначительно и составляет 10⁻¹¹-5 x10⁻¹² г/см² [1].

Изменения плотности ρ , упругости c_{ij} , электрической проводимости σ и температуры T газочувствительной пленки, находящейся на пути волны, вызывает изменение ее скорости v, фазы ϕ и амплитуды A, которые фиксируются на выходе устройства как вариации частоты или фазы. Такой вид отклика выгодно отличает акустические датчики от устройств иного типа, поскольку обеспечивает высокую точность измерений и простое совмещение с цифровыми системами обработки информации. Однако, ни один из современных датчиков, в том числе и акустический, не способен в одиночку обеспечить селективное детектирование только заданного газа, поскольку химических покрытий, реагирующих на одну газовую компоненту и не реагирующих на все остальные, создать не удается.

Основой устройства, частично преодолевающего это ограничение, является зависимость относительного изменения скорости ПАВ (отклика ПАВ $\Delta v/v$) не только от свойств пленки-адсорбента (изменений плотности $\Delta \rho/\rho$, упругости $\Delta c_{ij}/c_{ij}$, проводимости $\Delta \sigma/\sigma$ и температуры ΔT), но и от коэффициентов A, B, C, K², TCV, связанных со скоростью, поляризацией, пьезоактивностью и термочувствительностью волны и меняющихся с направлением распространения в анизотропной подложке [21]:

$$\frac{\Delta \boldsymbol{V}}{\boldsymbol{V}\boldsymbol{o}} = \left(\frac{\pi h}{2\lambda}\right) \cdot \left[-\frac{\Delta \rho}{\rho} \cdot \boldsymbol{A} + \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} \cdot \boldsymbol{B} + \left(\frac{\left(1 - \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}}\right)^2}{1 - \frac{\Delta C_{11}}{C_{11}}} - 1\right) \cdot \boldsymbol{C} - \frac{\Delta \sigma}{\sigma} \cdot \frac{(\sigma_s^2 / v_o^2 C_s^2)}{(\sigma_s^2 / v_o^2 C_s^2 + 1)^2} \cdot \boldsymbol{K}^2 + \Delta T \cdot \boldsymbol{T} \boldsymbol{C} \boldsymbol{V} \right]$$
(1.1)

Эта зависимость позволяет объединить в рамках одной кристаллографической плоскости сразу несколько датчиков на ПАВ и использовать одну и ту же пленку-

адсорбент для всех датчиков (рис.1.13). Различие между датчиками в такой интегральной конструкции обеспечивается анизотропией пяти зондирующих волн, по-разному «считывающих» изменения свойств пленки при адсорбции газа. Решетка становится более компактной и технологичной, а дрейф ее откликов со временем («старение») корректируется с помощью экспериментально измеренных вариаций параметров $\Delta \rho / \rho$, $\Delta c_{ii} / c_{ii}$, $\Delta \sigma / \sigma$ и ΔT со временем.

Однако, применение интегральной решетки на ПАВ с рис.1.13 ограничено только газообразными аналитами, т.к. при контакте с жидкостью поверхностные волны исчезают. Максимальное число датчиков в решетке ограничено пятью и не может быть увеличено из-за перекрытия соседних каналов и снижения разнообразия откликов. Для преодоления этих недостатков в данной диссертационной работе предложено заменить единственный тип волн (ПАВ Рэлея) на семейство нормальных мод тонких пьезоэлектрических пластин и варьировать свойства каждой моды как за счет анизотропии материала пластины, так и за счет нормированной на длину волны толщины пластины. Более подробное описание этого решения дано в Главе 4.



РИС.1.12. Типичная конструкция газового датчика на основе линии задержки и поверхностных акустических волн.



РИС.1.13. Решетка газовых датчиков на поверхностных акустических волнах, отличие «откликов» которых обеспечивается за счет анизотропии сенсорных свойств поверхностных акустических волн при распространении по разным направлениям кристаллической подложки.

Для регистрации «откликов» акустических датчиков всех типов в основном применяют фазовую (рис.1.14) или частотную (рис.1.15) схемы.

В первой из них относительное измерение скорости $\Delta v/v_o$ измеряется как относительное измерение фазы $\Delta \phi/\phi_o = \Delta v/v_o$, где ϕ_o - это полный набег фазы волны от излучающего до приемного преобразователя на пути *l* (рис.1.14), равный $360^o(l/\lambda)$, где λ – длина акустической волны. При типичных пороговых значениях $\Delta \phi = 0.1^o$ и $\phi_o = 100\ 000^o$ пороговое значение «отклика» в этой схеме составляет $\Delta \phi/\phi_o = 10^{-6}$ или 1 ppm.

Во второй схеме (рис.1.15) полный набег фазы в петле обратной связи, кратный 2π ($\phi_{петли} = \phi_{\Pi AB} + \phi_{электрич.цепи} = 2\pi n$, n = 1, 2, 3 и т.д.), приводит к попаданию нескольких разрешенных частот в полосу пропускания акустического устройства. Поэтому требуется дополнительная фильтрация частот генерации путем применения специальных акустических топологий для линий задержки или высокодобротных (узкополосных) устройств для ПАВ-резонаторов (рис.1.16).



РИС.1.14. Фазовая схема регистрации акустических «откликов».



РИС.1.15. Генераторная схема регистрации акустических «откликов».





РИС.1.16. Конструкции линий задержки (а) и резонаторов (б) на ПАВ, обеспечивающие одномодовый режим генерации (в) в схеме, показанной на рис.1.15.

В настоящее время существует большое число публикаций по сенсорам на ПАВ самого различного назначения. Приведем некоторые из них, которые выделяются своей новизной.

В работах [22-23] предложена и экспериментально продемонстрирована методика применения резонаторов и линий задержки на ПАВ со звукопроводом из «черного» ниобата лития для мониторинга сверхмалых изменений температуры объекта с чувствительностью 0,001^оС в диапазоне 10...300^оС.

В работе [24] описан перестраиваемый газовый датчик на ПАВ, в основе конструкции которого лежит волноводная линия задержки на пьезоэлектрическом кристалле ниобата лития. Приложенное между волноводом и двумя электродами напряжение приводит к локальному изменению свойств подложки вблизи волновода и поразному сказывается на отклике датчика на пары различных аналитов. Это позволяет проводить перестройку селективности под действием электрического напряжения с помощью одного и того же устройства.

В работе [25] проведено экспериментальное исследование особенностей сорбционных процессов в структуре пьезоэлектрик - тонкая пленка молекулярноимпринтированного полимера, синтезированного из мономеров диакрилата глицеродата бисфенола-А с импринтированными молекулами морфина в качестве шаблонных молекул. Обнаружено аномальное замедление процессов десорбции для морфолина по сравнению с другими исследованными аналитами. Показана возможность создания селективных химических датчиков на поверхностных акустических волнах с использованием указанного покрытия.

Сенсоры на основе СВЧ резонаторов на объемных волнах базируются на разработках этих резонаторов в течение уже более 40 лет. В основном эти разработки сконцентрированы на 3-х типах устройств (рис.1.17):

a) тонкопленочных мембранах (TFBAR) с пьезоэлектрической пленкой, обе поверхности которой свободны,

б) монолитных тонкопленочных многослойных структурах (SMR), в которых резонирование акустических волн происходит в пределах пьезослоя и обеспечивается их полным отражением от чередующихся (брэгговских) слоев с низким и высоким акустическим импедансом

в) составных многочастотных резонаторных структурах, состоящих из тонкой пьезоэлектрической пленки, расположенной на массивной подложке (HBAR).

СВЧ-резонаторы работают в диапазоне 0.3 - 20 ГГц, верхняя половина которого недостижима даже лучшими устройствами на основе ПАВ: по данным на конец 2013 года максимальная частота ПАВ-устройств в лабораторном варианте составляет 4.4 ГГц.

Несмотря то, что СВЧ резонаторы объемных волн уже выпускаются промышленностью (фирмы Avago (бывший Hewlett Packard), Infineon (бывший Simence) и Murata (Япония)), число научных публикаций, посвященных их улучшению, не уменьшается. Так, в последние годы по данной тематике опубликованы, по крайней мере, 2 монографии. Одна [26] посвящена расчету характеристик, анализу электрического импеданса, факторов, определяющих добротность, метрике резонаторов и характеристике слоев, образующих структуру. Другая – [27] обобщает технологию, метрику, моделирование, интеграцию FBAR и CMOS, применение FBARs для датчиков физических и химических величин.

Резонаторы FBAR и SMR занимают 90 % рынка CBЧ-устройств, из которого 55 % приходится на физические, химические и биологические сенсоры [27]. По этой причине продолжается публикация соответствующих научных статей.



РИС.1.17. Конструкции датчиков на основе составных объемных резонаторов.

Так, в работе [28] описано применение FBAR для детектирования газов. Конструкция резонатора состояла из $Si_3N_4(1 \text{мkm})/Al(100 \text{hm})/AlN(1 \text{мkm})/Al(100 \text{hm})$, нанесенных на протравленный снизу кремний. Пленки AlN изготавливались методом магнетронного реактивного ВЧ-распыления из мишени Al в атмосфере чистого азота. После напыления пленка отжигалась в вакууме при 500°C в течение 1 часа. Кремний травился с помощью КОН при 80°C. Напыляя поверх пленки AlN газочувствительные слои Pd (для детектирования водорода) или полипирина (для детектирования этанола и CO) получены вызываемые газами сдвиги частот до 10 кГц на основной частоте 1.593 ГГц. Размер датчика-резонатора – 350 x 350 мкм².

Аналогичное устройство, но с газочувствительными слоями из углеродных нанотрубок толщиной 28 нм, применялось для детектирования ацетона, толуола, спиртов и других летучих соединений [29]. В отсутствии селективности чувствительность по массе составила 1.1 кГц/ррт для ацетона и 3.2 кГц/ррт для этанола. При этом сам датчик работал при комнатной температуре.

Наконец, в работе [30] HBAR- резонатор применен в качестве датчика высоких температур. Он содержал пьезоэлектрическую пленку AlN (2 мкм), электроды из Pt/Ti (20-200) нм и подложку кремния (380 мкм). При изготовлении резонатора важным моментом являлся отжиг электродов Pt/Ti в вакууме до напыления AlN. Датчик работает до 800°C в течение нескольких часов. Нагрев и охлаждение датчика оказывают небольшое влияние на его чувствительность, резонансную частоту и добротность.

Сравнение массовой чувствительности различных резонаторов на объемных волнах проведено в Таблице 1.1.

Материал	d,	$V_{\rm L}$	ρ,	Δf,
резонатора	МКМ	м/с	кг/м ³	Γ ц/(нг/ см ²)
АТ-кварц	100	3 750	2 648	0.708
1 '				
C-AlN	1	11 345	3 260	34 800
Z-LiNbO ₃	1	6 370	5 665	11 244

Таблица 1.1. Сравнение чувствительности FBAR резонаторов к массовой нагрузке при адсорбции газов [31].

Конструкция датчика мембранного типа, подобная изображенной на рис.1.17, используется для детектирования газов изгибными акустическими колебаниями [31].

Существует большое количество вариантов таких конструкций, но в каждом из них подложка кремния в области распространения вытравливается, а поскольку кремний не обладает пьезоэлектрическими свойствами, то для возбуждения и приема волн встречноштыревыми преобразователями на структуру наносится пьезоэлектрический слой нитрида алюминия AlN, окисида цинка ZnO или титаната-цирконата свинца Pb(Zr,Ti)O₃. Толщина слоя, как правило, значительно меньше длины волны колебаний. Для увеличения чувствительности зона между преобразователями покрывается газочувствительным слоем. Поскольку на распространение акустических волн в данной конструкции особенно влияют колебания внешней температуры и давления, результаты измерений могут быть неоднозначными и обладать большими погрешностями. Для их ликвидации обычно применяют дифференциальные датчики, построенные на основе двух идентичных устройств, одно из которых является эталонным, другое – чувствительным к газу. Отклик дифференциального датчика равен разности выходных сигналов двух устройств и зависит от внешних факторов значительно слабее.

Одним из самых привлекательных типов акустических датчиков являются беспроводные устройства с дистанционным съемом информации (рис.1.18). Эти сенсоры базируются на акустических линиях задержки или резонаторах, также но с идентификационными метками на пути распространения поверхностной акустической волны. Посланный внешним источником электромагнитный сигнал принимается обычным электромеханическим преобразователем, соединенным с антенной. Сигнал преобразуется в акустическую волну, которая распространяется по пьезоэлектрическому кристаллу и отражается от неоднородностей, находящихся на ее пути. Отраженные сигналы поступают обратно в тот же преобразователь и переизлучаются обратно в антенну. При изменении скорости распространения волны времена поступления отраженных сигналов меняются, позволяя характеризовать то или иное внешнее воздействие. Датчики дистанционного типа могут измерять температуру (±0.2°С), электрическое напряжение (±50 мВ) и регистрировать электрокардиограмму человека [33-37]. Они работают на частотах в разрешенных диапазонах вблизи 13.56 МГц, 434 МГц, 869 МГц, 2.45 ГГц и 5.8 ГГц, не требуют дополнительного источника питания, но ограничены расстояниями между излучателем и антенной порядка 10 м.

Большинство из приведенных в данном разделе конструкций являются основой и для акустических датчиков жидкости, которые, однако, имеют свою специфику. Эта специфика изложена в следующем параграфе диссертации.



РИС.1.18. Принципиальные схемы сенсоров с дистанционным съемом информации.

1.3. Акустические датчики жидкости.

Информация о свойствах жидкостей, их взаимодействии с другими жидкостями или с биологическими объектами, а также о физико-химических процессах на границе жидкость/твердое тело или жидкость/тонкопленочная мембрана необходимы в самых разных областях науки и техники, таких как химия, биология, медицина, пищевая промышленность и материаловедение. Однако существующие аналитические методы не всегда совершенны, и поэтому актуальной продолжает оставаться разработка новых экспериментальных методик и датчиков, способных решить как можно больший круг аналитических задач.

Основными типами акустических колебаний, которые используются в жидкостных датчиках, являются волны, не испытывающие значительного затухания в присутствии жидкости. Это, в основном, объемные волны сдвигово-горизонтальной поляризации SH, нормальные волны Лэмба первых порядков со скоростью распространения меньше, чем в большинстве жидкостей (1500 м/с), и поперечные нормальные волны, которые из-за отсутствия вертикальной компоненты смещения U3 на поверхности пластины не излучают в жидкость даже при высокой скорости распространения.

Конструкции газовых датчиков, приведенные в предыдущем разделе, в большинстве своем после некоторых модификаций применимы и для большинства задач, связанных с анализом жидкостей.

Так. датчики с ДВУМЯ сплошными металлическими электродами на противоположных поверхностях кварцевой пластины, которые не могут использоваться для детектирования электрической проводимости и диэлектрической проницаемости электрических полей жидкости из-за экранирования акустической волны OT анализируемой среды (раздел 1.2), становятся пригодными, когда оба электрода расположены на одной поверхности и имеют специальную форму, а жидкость наносится на противоположную поверхность, не содержащую металлических покрытий [38-40]. Поперечные электрические поля, возникающие между электродами специальной формы, генерируют в пластине поперечную волну, которая проникает в тестируемую жидкость, находящуюся на противоположной свободной поверхности пластины. Датчик с поперечным электрическим полем реагирует не только на вязкость, но и на оба электрических параметра жидкости. Однако даже в модифицированном варианте они оказываются неспособными различить отклики от разных параметров жидкости, т.к. обладают сравнимой чувствительностью к ее механическим и электрическим параметрами [41].

Тем не менее, совершенствование кварцевого микробаланса продолжается в целом ряде лабораторий. Так, чувствительность к изменениям проводимости и вязкости жидкостей была увеличена, если вместо измерения резонансной частоты датчика фиксировалось изменения его импеданса [42]. При использовании сдвоенных и/или одинарных резонаторов удалось раздельно измерить плотность и вязкость жидкости в узком диапазоне значений [43-44].

Другой метод, применяемый для анализа жидкостей, основан на использовании акустических волн, распространяющихся вдоль границы твердое тело-жидкость (рис.1.19). Однако здесь главным становится вопрос о том, какой тип волн использовать для этих целей, т.к. большинство волн, обладая высокой скоростью распространения по сравнению с большинством жидкостей (1500 м/с) и вертикальным смещением на поверхности тела эффективно излучают свою энергию в жидкую среду (рис.1.19), затухая в направлении распространения и не достигая приемного преобразователя. Поэтому в качестве акустических волн для детектирования жидкостей в такой конфигурации используются в основном либо волны сдвиговой и квази-сдвиговой поляризации, либо нормальные волны Лэмба первых номеров, не излучающие свою энергию (см.ниже). Такие волны проникают в жидкость на глубину 10-100 мкм [45] и зондирует ее по мере распространения (рис.1.20, 1.21).



РИС.1.19. Излучение энергии поверхностной волной с большой вертикальной компонентой U₃ в жидкую среду, граничащую с поверхностью распространения.



Рис.1.20. Простейший вид акустического датчика жидкости на основе линии задержки.



РИС.1.21. Излучение акустической нормальной волны в жидкости при высокой скорости распространении и наличии вертикального смещения на границе жидкость - твердое тело.

Изменения свойств жидкости приводят к соответствующим изменениям скорости волны v и ее поглощения α, которые служат двумя откликами акустического датчика:

$$\Delta \gamma = \frac{\partial \gamma}{\partial \eta} \Delta \eta + \frac{\partial \gamma}{\partial m} \Delta m + \frac{\partial \gamma}{\partial \sigma} \Delta \sigma + \frac{\partial \gamma}{\partial \varepsilon} \Delta \varepsilon + \frac{\partial \gamma}{\partial T} \Delta T + \frac{\partial \gamma}{\partial \rho} \rho + \frac{\partial \gamma}{\partial C_{ij}} \Delta C_{ij} + \frac{\partial \gamma}{\partial C_T} \Delta C_T + \dots (1.2)$$

Здесь γ - комплексный волновой вектор; $\Delta \gamma = \Delta \alpha/k + i \cdot (\Delta v/v_o)$, k – волновой вектор; η , m, σ , ε - вязкость, адсорбированная масса, электропроводность и диэлектрическая проницаемость жидкости, T – температура; ρ и C_{ij} – плотность и упругие модули приповерхностной области подложки (химически (биологически) активной мембраны), C_T – емкость электромеханических преобразователей, которые изначально известны. Каждое из слагаемых представляет какой-то один механизм воздействия на акустическую волну. Тип зондирующего колебания и вид детектирующего механизма выбираются в зависимости от конкретной задачи. Наличие двух (амплитудного $\Delta \alpha$ и фазового $\Delta \phi/\phi_o = \Delta v/v_o$) откликов выгодно отличает акустические датчики от устройств для детектирования газов, расширяя возможности их оптимизации.

Механизм вязкоупругого взаимодействия (1-й член уравнения (1.2)) обусловлен распространением акустической волны в комбинированной среде жидкость пьезокристалл и зависимостью характеристик распространения от вязкоупругих свойств жидкости. Основной проблемой при использовании этого механизма является сложность его разделения с механизмом массовой нагрузки (2-й член уравнения (1.2)). Для их разделения обычно вводят дополнительный эксперимент по осаждению на пути распространения волны частиц известного вещества (например, алюминия) и затем вычитают этот вклад из общей величины отклика. Механизмы вязкоупругого взаимодействия и массовой нагрузки использовались в работах [46-95] с применением волн Рэлея, Лява, Лэмба, приповерхностных, утекающих, сдвиговых поверхностных и кристаллов ST,X-; ST, X+90⁰-; YZ -, AT-, X- и AT, X+90⁰-, -65⁰ YX- и -65⁰ YX+90⁰ - SiO₂; YZ - , ZX – LiNbO₃ и 36⁰ YX - LiTaO₃. С их помощью плотности жидкостей измерялась в диапазоне 790÷1600 кг/м³ с точностью ~ 5%, регистрировался факт и кинетика реакции специфического и неспецифического связывания антиген-антитело в чистых буферных растворах и в присутствии клеток, а также изотермы адсорбции из жидкой фазы. По ним оценивались константы связывания протеинов (пороговое значение осажденной массы ~1 $пкг/мм^2$, минимальные концентрации антител ~ 0.1 мкг/мл), детектировалось объединение моноклональных антител с предосажденными пептидами и их смещение в слое на поверхности, регистрировалось наличие и гибридизация молекул ДНК концентрациями до 1 нг/мл, а также измерялась концентрация клеток в растворе. По сравнению с изученными для этих целей приповерхностными волнами, модами Лява, Лэмба и нормальными волнами пластин SH-поляризации наиболее чувствительными к массовой нагрузке оказались сдвиговые поверхностные волны, подтянутые системой канавок к поверхности взаимодействия и лучше локализованными близко у границы жидкостьтвердое тело. Предельная чувствительность к детектированию специфического связывания антиген-антитело достигает кГц/(мг/мл), а к осажденной массе ~1 пкг/ мм².

Механизм электроакустического взаимодействия (3-й и 4-й члены уравнения (1.2)) присутствует при анализе электропроводящих жидкостей. Он основан на взаимодействии электрических полей акустической волны, распространяющейся в пьезокристалле, со свободными носителями заряда в жидкости, прилегающей к поверхности этого кристалла. При необходимости электроакустический механизм может исключаться экранированием пьезоэлектрических полей акустической волны ОТ жидкости металлическим покрытием между пьезокристаллом и жидкостью. Он использовался в работах [96-109] с применением только утекающих и сдвигово-горизонтальных нормальных пластинчатых волн и только кристаллов ST, X-; ST, X+90⁰, SiO₂; и 36⁰ YX -LiTaO₃. Электрическая проводимость жидкостей о измерялась в диапазоне 0÷3.75 См/м с точностью до 10⁻⁴ См/м, а относительная диэлектрическая проницаемость растворов є - в диапазоне 0.2 – 80 с точностью до 10%. Также определялось различение электропроводящих жидкостей между собой по значениям σ и ε после предварительной калибровки, а также жидкостей с одинаковыми σ и ε, но разным ионным составом по кинетике акустического отклика. Наконец, детектировалось присутствие электропроводящих жидкостей в водном растворе, и измерялись их концентрации до долей микромолей /л.

Тепловой механизм (5-й член уравнения (1.2)) проявляется при экзо - и эндотермических реакциях, которые сопровождают введение в жидкость тех или иных аналитов (клеток, бактерий и т.д.). Этот механизм основан на зависимости скорости распространения акустических волн от температуры. Количественными зависимость, характеристиками, отражающими эту являются температурный коэффициент скорости ТКС = (1/v)(dv/dT) и задержки ТКЗ = $(1/\tau)(d\tau/dT)$, где $\tau = 1/v$ – время прохождения волны между излучающим и приемным преобразователями, а l – расстояние между ними. В традиционных акустоэлектронных устройствах (фильтрах, резонаторах, линиях задержки) этот механизм рассматривается как паразитный и подавляется. При создании же датчиков он позволяет получить дополнительную экспериментальную информацию. Так, в работе [110] он использовался для измерения
скорости потока жидкости воды, а в работе [111] - для анализа тепловых процессов. Например, будучи примененным к каплям летучих соединений объемом 0.5-10 мкл он позволяет в реальном масштабе времени исследовать процесс их испарения, измерять температуру охлаждения (точность 0.01°C), поглощаемое тепло (0.05 Дж), теплоту испарения (30 Дж/г), скорость испарения (0.01 г/(м²·с)) и объем капель.

С использованием разных сенсорных механизмов, типов волн, видов акустических «откликов» и используемых конструкций выполнен большой объем исследований. Наиболее близким по тематике к данной диссертации являются следующие.

В патенте [112] описана конструкция миниатюрного датчика жидкости на изгибной моде колебаний в мембране типа изображенной на рис.1.1.9, выполненной в структуре «кремний-на-изоляторе» (КНИ или SOI), методами селективного травления. Локальная ванна для жидкого аналита углубленаи изготовлена на тыльной стороне структуры, а Siпластина покрыта пьезоэлектрической пленкой, выбранного из числа известных материалов (м.б. PZT или ZnO), поверх которой образованы входной и выходной ВШП. Датчик применим для детектирования биологических объектов в растворах. Но, как и в случае газовых датчиков мембранного типа, такой датчик жидкости страдает от влияния внешней температуры, давления, а также веса жидкостного аналита из-за прогиба мембраны. Кроме того, из-за заглубления затруднена и очистка поверхности мембраны малой площади (~ 1 x 1 мм²) (рис.1.22).

Из патента [113] известна аналогичная конструкция (рис.1.22), в которой в отличие от вышеприведенной работы кювета для жидкости нанесена на рабочую поверхность структуры. Благодаря этому ее очистка упрощается, но прогибы из-за веса жидкого аналита, внешней температуры и давления остаются. Чувствительный элемент для акустического жидкостного датчика содержит плоскую многослойную мембрану, содержащую слой диэлектрика SiN, сплошной металлический электрод Мо, слой пьезоэлектрика AlN, систему периодических электродов из Мо для возбуждения и приема изгибных акустических пластинчатых волн, слой изолятора и биологически или химически активную пленку, на которую наносится тестируемая жидкость. Слои нанесены путем последовательного высокотемпературного распыления в вакууме на нагретую подложку монокристаллического кремния, которая в свою очередь покрыта пленками SiO₂ и SiN и химически протравлена в области нахождения многослойной пластины. Температура нагрева подложки различна для каждого из различных слоев. Датчик решает поставленную авторами задачу (снижение чувствительности к колебаниям скорости жидкостного потока и к высушиванию сенсора при нанесении жидкости в область протравленной в кремнии кюветы), но, как и все акустические сенсоры на основе многослойных мембран, остается чувствительным к внутренним механическим напряжениям между слоями (старению), и к внешнему давлению из-за их прогиба.

В патенте [114] описана конструкция сенсора на волнах Лэмба, содержащего тонкую пластину, имеющую лицевую и тыльную стороны. Тыльная сторона контактирует с исследуемой жидкой средой, на лицевой стороне размещен слой пьезоэлектрического материала, а поверх него – возбуждающие и приемные электроакустические преобразователи волн Лэмба, подключенные к схеме регистрации. Пластина-подложка может быть выполнена из кристаллического кремния или нитрида кремния, а пьезоэлектрической материал – из двуокиси цинка. Для защиты от действия нежелательных веществ в жидкости тыльная сторона пластины покрыта слоем тефлона, а в другой аналогичной конструкции – гелем [115].

В работе [116] экспериментально показана возможность распознавания жидких аналитов в одноканальном датчике – линии задержки на ПАВ сдвигово-горизонтальной поляризации, изготовленной на подложке из 36°YX-LiTaO₃ с пленкой молекулярноимпринтированного полимера (рис.1.23). Откликом датчика служит изменение под действием аналита импульсной характеристики, получаемой путем преобразования из измеряемых S-параметров линии задержки из частотной области во временную. Показано, что исследованные аналиты (этанол, однопроцентный раствор морфина в этаноле, водка, дистиллированная вода, кровь) оказывают влияние коньяк. на импульсную характеристику особым образом, что позволяет различить их друг от друга подобно тому, как это делается в системах «электронный нос» и «электронный язык» с решеткой датчиков и алгоритмов «анализ главных компонентов» или «нейронных цепей».



РИС.1.22.Схематическое изображение акустического датчика жидкости мембранного типа.



РИС.1.23, А. Конфигурация макета чувствительного элемента жидкостного датчика на ПАВ.

- 1- подложка звукопровод из 36⁰ YX LiTaO₃; 2, 3 ВШП; 4 алюминиевая пленка;
- 5 пленка SiO₂; 6 пленка молекулярно-импринтированного полимера;
- 7 контактные площадки; 8 золотые проводники; 9 пластиковый бортик.

(a)



(б)

Рис.1.23,Б. Обратное Фурье-преобразование амплитуды параметра S₂₂ при действии различных аналитов (22[°]C). 6 – дистиллированная вода, 7 – кровь.

В работе [117] разработан акустический датчик качества бензина, основанный на нормальной сдвигово-горизонтальной волне SH₀ в пластине YX-LiNbO₃ толщиной 200 мкм. Частота датчика (3.65 МГц) уменьшается с ростом диэлектрической постоянной и октанового числа бензина.

Таким образом, проведенные к настоящему времени акустические исследования свойств жидкостей, а также происходящих в них физико-химических и химикобиологических процессов показывают, что с помощью акустических волн удается решать целый ряд важных аналитических задач, а именно:

- измерять физические параметры жидких сред (плотность, вязкость, электропроводность, диэлектрическую проницаемость);
- 2) определять степень диссоциации и ассоциации кислот;
- измерять концентрацию ионов, тестировать электропроводящие жидкости на их идентичность и присутствие в растворах;
- регистрировать факт и кинетику реакции специфического и неспецифического связывания протеинов (антиген-антитело) в чистых буферных растворах и в присутствии клеток,
- в реальном масштабе времени измерять изотермы адсорбции в жидкой фазе с оценкой констант связывания протеинов;
- фиксировать связывание моноклональных антител с предосажденными пептидами и их смещения (перегруппировку) на поверхностном слое;
- детектировать кинетику процесса гибридизации молекул ДНК и их присутствия в растворах;
- 8) измерять концентрацию клеток (вирусов и т.п.) в растворах.

Достоинствами акустических датчиков являются то, что они не требуют больших объемов жидкости (достаточны пробы объемом ~100 мкл), имеют малые габариты (~100 мм³) и обладают 2-мя независимыми видами откликов (амплитудным и фазовым) по отношению ко многим воздействиям. Благодаря неглубокому проникновению в тестируемую жидкость (10-100 мкм) можно пренебречь формой и толщиной тестируемой пробы, нанося ее кисточкой или шприцем. Рабочая поверхность акустических датчиков одновременно служит дном жидкостной кюветы, поэтому дополнительных приспособлений для этого не требуется.

В то же время проведенные к началу настоящей диссертационной работы акустические исследования жидкостей, показывают, что

- в них в основном применялись акустические волны или сдвиговой (квази-сдвиговой) поляризации SH или «медленные» волны Лэмба первых порядков,

- использовались направления распространения волн вдоль главных кристаллографических осей пьезокристаллов,

- не использовался кремний как среда распространения акустических волн, хотя именно он наиболее распространен в современной микроэлектронике,

- не применялись структуры в виде пластин, одна или обе поверхности которых покрыты тонкими пленками иных материалов, хотя именно такие структуры могут обеспечить уникальные акустические характеристики.

Настоящая диссертационная работа призвана частично восполнить этот пробел. В работе исследованы сенсорные свойства нормальных акустических волн высших порядков, включая недавно открытые нормальные волны квази-продльной поляризации; изучены акустические свойства новых акустических сред - пленка ZnO/пластина Si и пленка ZnO/пластина Si/пленка ZnO; более полно использованы направления распространения в анизотропных кристаллах, в том числе отличные от осей высокой симметрии.

Глава 2. Используемые методики.

2.1. Методика расчета характеристик распространения акустических волн в твердотельных структурах.

Расчет характеристик акустических волн разных типов проводился с помощью хорошо апробированной программы, разработанной в McGill University (Канада) [118], и материальных констант [15], внедренных в эту программу в качестве исходных данных. Программа позволяет определять величины 1) фазовой скорости v, 2) коэффициента электромеханической связи K2, 3) угла Ψ между направлением потока энергии и волновой нормалью, 4) температурного коэффициента задержки (ТКЗ), 5) амплитуд продольного (U₁), сдвигово-горизонтального (U₂) и сдвигово-вертикального U₃) упругих смещений на поверхности и в глубине x3/ λ структуры (профили смещений), а также зависимости этих характеристик 1) от направления распространения (ориентационные зависимости), 2) от нормированной на длину волны λ толщины Пластины h пленки в структурах слой-полупространство и слой-пластина.

Работа программы начинается с выбора типа акустической волны (generalized SAW, Rayleigh, Love, generalized Lamb, Lamb, shear) (1), задания режима работы «с учетом/без учета пьезоэффекта» (2), и расчета скорости v этой волны в предполагаемом диапазоне значений $\Delta v = vs$ (start) – vf (finish) (3). В (4) задается шаг изменения скорости в выбранном диапазоне (обычно 10-50 м/с) и параметры структуры - материал(ы) по названию файла(ов) (5), его (их) ориентация в углах Эйлера (6) и толщины H и h в длинах волн λ (7)) (рис.2.1). При правильном вводе указанных данных клавишей ENTER производится перевод программы на следующий этап ее работы. При неправильном вводе на экране высвечивается, в чем состоит сделанная ошибка.

Снимки с экрана PC на этом этапе работы программы при расчете скорости ПАВ в ST,X-кварце со свободной поверхностью, волн Лэмба в двухслойной структуре пленка ZnO/пластина Si и в трехслойной структуре пленка ZnO/пластина Si/пленка ZnO показаны на рис.2.1-2.3, соответственно.

На 2-м этапе нажимается клавиша «е» - "execute?" (рис.2.4), и программа автоматически переходит на 3-й этап работы, отображающий результаты расчетов: "INITIAL boundary determinant B.D."(начальное значение детерминанта граничных условий), "FINAL B.D."(конечное значение детерминанта), "B.D.RATIO" (отношение начального значения детерминанта к конечному значению) и "S.W.VELOCITY"(величина

скорости) (рис.2.5). Если в выбранном диапазоне поиска скоростей $\Delta v = vs$ (start) – vf (finish) существует какая-либо акустическая волна, то рассчитанное значение скорости v этой волны минимизирует детерминант граничных условий до величины "FINAL B.D." ~ $10^{-3} - 10^{-8}$ и делает "B.D.RATIO" ~ $10^3 - 10^8$. Если же детерминант граничных условия минимума не имеет ("FINAL B.D." > 10^{-2} , а "B.D.RATIO" < 10^2), то в выбранном диапазоне скоростей акустической волны нет, и надо менять этот диапазон до выполнения условий "FINAL B.D." ~ $10^{-3} - 10^{-8}$ и делает "B.D.RATIO" < $10^3 - 10^8$.



РИС.2.1. Снимки с экрана РС программы при расчете скорости ПАВ в ST,X-кварце со свободной поверхностью.

SAW	
ллл S	SAW ANALYSIS MENU 000
analysis => {lamb frequency => [piezoeffect => {x} inc]] Juded
search type => {Standar search range => vs:[8500 tolerance => v:[1.0d-06	rd search > 1 vf = [8600] 6] bd = [1.0d-15]
field profile => step:[] final depth:[
dispersion => layer#:{} slowness => angleC:[storage file:[dh:[] #dh:[]] d0:[] #d0:[]] to1:[1.0d+00] {2}-sided range:[50
material data file =thickness= (substrate first) [0.012 [si [1.9 [si [1.9 [si [1.9 [si [1.9 [si [1.9 [si [1.9	<pre>bot topmiller indices ([X3][X1])= met meteuler angles]] () () [0 0 0]] () [0 0 0]] () [0 0 0]] () []] () []] () []</pre>

РИС.2.2. Снимки с экрана РС программы при расчете скорости волн Лэмба в двухслойной структуре пленка ZnO/пластина Si.

SAW		and the second s	
	nnn SAV AN	ALYSIS MENU 000	
nalysis => Frequency => piezoeffect =>	{lamb [] {x} included	>	
search type => search range => colerance =>	{Standard sea; vs=[8000] v=[1.0d-06]	ech vf:[8100 bd:[1.0d-1	5 1
ield profile =>	step: []	final depth: <mark>[</mark>]
lispersion => lowness => storage file	layer#: <mark>{}</mark> angle@:[] :[]	dh:[] # d@:[] # tol: <mark>[1.0d+00] {</mark>	dh:[] d@:[] 2}-sided range:[50
aterial data fil (substrate first) [si [ZNO	e =thickness= bot met [[0.05]]{} [1.9]] [0.039]] [[]] []]] []]]]	topniller in meteuler an () [0 0 0 () [0 0 0 () [0 0 0 () [() [dices ([X3][X1])= gles]]]]]]

РИС.2.3. Снимки с экрана РС программы при расчете скорости волн Лэмба в трехслойной структуре пленка ZnO/пластина Si/пленка ZnO.



РИС 2.4 Снимки с экрана РС программы при выборе клавиши «е» - "execute?"

🚥 SAW		200		- 🗆 ×
THE EULER ANGL	ES ARE: .00	0.0	00 .0	00
FREQUENCY = ARBI < All Thickness	ERARY SES ARE NORMALIZ	ED TO THE	WAVELENGH	>
TOLERENCE ON UE Tolerence on B.) Search Range: Search Method= (LOCITY = .1 DETERMINANT = .1 8500.0000000 D	0D-05 0D-14 00000 TO	8550	.00000000000
SOLVING				
INITIAL B.D. = FINAL B.D. = B.D. RATIO = S.W.UELOCITY =	.6298E-01 .2775E-05 .2269E+05 8517.21227336			
Pause – Please enter a bla	ank line (to con	tinue) or	a DOS com	mand.

РИС. 2.5 Снимки с экрана РС программы окна с результатами при расчете скорости.

Для расчета коэффициент электромеханической связи K^2 той же волны ее скорость по той же схеме рассчитывается до v_0 и после vm виртуальной металлизации поверхности распространения, для чего в соответствующую ячейку на экране (рис.2.1, (8)) вводится любой знак (например, «х»). Величина коэффициента определяется известным выражением [119]:

$$K2 \cong 2\Delta v / v_0, \tag{2.1}$$

где $\Delta v = v_0 - v_m$.

В структурах слой-полупространство и слой-пластина значение K² рассчитывается по (2.1) для 4-х конфигураций (рис.2.6), которые отличаются друг от друга расположением встречно-штыревых преобразователей и наличием/отсутствием сплошного металлического электрода.

Для определения K^2 в пластинах со свободными поверхностями значение этого коэффициента рассчитывается для 3-х случаев металлизации - верхней поверхности $(K^2)^m_m$, нижней поверхности $(K^2)^m_0$ и обоих поверхностей $(K^2)^m_m$ пластины сразу.

Угол Ψ между направлением потока энергии и волновой нормалью находится из выражения [120]:

$$\Psi = (1/v)(dv/d\Theta), \qquad (2.2)$$

где dv – изменение скорости волны при изменении направления ее распространения. Например, при вариациях направления в рамках одной кристаллографической плоскости dv соответствует изменению угла Эйлера Θ . При этом значения как Ψ , так и Θ в выражении (2.2) берутся в радианах.



РИС.2.6. Конфигурации встречно-штыревых преобразователей (ВШП) для расчета коэффициентов электромеханической связи K² в структурах пленка-полупространство и пленка-пластина.

Температурный коэффициент задержки (ТКЗ) для ПАВ также определяется известным выражением [121]:

$$TK3 = (1/\tau)(d\tau/dt) = \alpha || - (1/v)(dv/dt), \qquad (2.3)$$

где τ – время задержки акустической волны при прохождении от излучающего до приемного преобразователя, t – температура и $\alpha \parallel$ - коэффициент расширения материала звукопровода в направлении волновой нормали. Скорость v при разных температурах t рассчитывается той же программой с использованием упругих, пьезоэлектрических, диэлектрических модулей и плотности материала для каждой температуры в отдельности.

Определение ТКЗ для нормальных акустических волн в тонких пластинах имеет некоторые особенности, которые будут описаны в параграфе 4.1.

Расчет профилей продольного (U₁), сдвигово-горизонтального (U₂) и сдвигововертикального (U₃) упругих смещений по глубине структуры x_3/λ может проводиться только после определения скорости распространения v. Для проведения расчета задаются шаг изменения глубины ((9), рис.2.1) и ее конечное значение ((10), рис.2.1). Продуктом программы является информация, показанная на рис.2.7.

Методика расчета ориентационных зависимостей $v(\Theta)$, $K^2(\Theta)$, $\Psi(\Theta)$ и ТКЗ(Θ) аналогична описанной выше, которая применяется для разных направлений распространения (разных углов Эйлера). Так, при расчете этих зависимостей в рамках одной кристаллографической плоскости изменение направления распространения соответствует изменению угла Эйлера Θ (3-е значение угла на рис.2.1, позиция 6).

MECH.	AND ELEC	T. FIELD	PROFILES	<mag. pha<="" th=""><th>SE> REFER</th><th>ENCED TO U</th><th>1</th></mag.>	SE> REFER	ENCED TO U	1
-X3 AT FF	T13 EE SURFAC	T33 E:	D3	U1	U3	PHI	
IN LA	3.8D-13 .0 YER # 2	7.0D-11 90.0	2.5D-02 90.0	1.0D+00 .0	2.6D-03 -90.0	2.0D+12 -90.0	
.0100	2.0D+05	1.8D+04	2.4D-02	1.0D+00	2.2D-02	1.9D+12	
.0200	4.1D+05	7.9D+04	2.2D-02	9.9D-01	4.6D-02	-90.0 1.8D+12	
.0300	6.0D+05	1.8D+05	2.1D-02	9.9D-01	6.9D-02	1.7D+12	
.0400	8.0D+05	3.3D+05	2.0D-02	9.8D-01	9.2D-02	1.6D+12 -90 0	
.0500	9.9D+05 .0	5.1D+05 90.0	1.8D-02 90.0	9.7D-01 .0	1.1D-01 90.0	1.5D+12 -90.0	

РИС.2.7 Снимки с экрана РС программы окна с результатами при расчете профилей продольного (U₁), сдвигово-горизонтального (U₂) и сдвигово-вертикального (U₃) упругих смещений по глубине структуры x₃/ λ (крайняя левая колонка).

Зависимости v(h/ λ), K²(h/ λ) и Ψ (h/ λ) в структурах слой-полупространство и слойпластина (h – толщина пленки, λ - длина волны), а также аналогичные зависимости v(H/ λ), $K^{2}(H/\lambda)$ и $\Psi(H/\lambda)$ для пластин со свободными поверхностями (H – толщина пластины) также рассчитываются по аналогичной схеме. Отличительной особенностью этих расчетов по сравнению с ПАВ является существование в каждом направлении не одной, а нескольких акустических волн с отличающимися характеристиками (мод разных порядков n). Поэтому для исключения неконтролируемого «перескока» программы с одной моды на другую, диапазон поиска скоростей разных мод максимально сужается (обычно до Δ v = vs (start) – vf (finish) = 10-50 м/с). Расчет начинается с выбора первого значения толщины h/λ (H/ λ) и с поиска акустической моды с наименьшей скоростью распространения $v = v_0$ (моды нулевого порядка n = 0) - диапазон поиска стартует с нуля: $\Delta v = 0$ м/с – vf (finish) и последовательно увеличивается до достижения первого минимума детерминанта граничных условий. После этого диапазон поиска уже стартует с v₀, и снова последовательно увеличивается до достижения следующего минимума детерминанта граничных условий, которому соответствует скорость акустической моды первого порядка v1 (n = 1). Тем же образом процесс продолжается для остальных волн, существующих в структуре при первом выбранном значении толщины h/λ (H/ λ).

После этого значение толщины увеличивается (обычно на 0.1), и процедура расчета повторяется вновь для всех волн в отдельности. После расчета скоростей существующих волн другие характеристики этих мод определяются аналогично описанному выше. Численные данные внедряются в программу Origin8.0 и представляются графически.

2.2. Методики экспериментального измерения рабочих характеристик акустоэлектронных датчиков.

Изменения скорости (фазы) и амплитуды (затухания) акустической волны в акустоэлектронных датчиках происходят при изменениях температуры, плотности, упругости, электрической проводимости и других свойств звукопроводящей среды, а также при изменениях плотности, вязкости, электрической проводимости, диэлектрической проницаемости и температуры жидкости, которую нанесли на звукопровод.

Регистрация «откликов» в промышленных изделиях производится специальными электронными устройствами [122]. В лабораторных же условиях, когда требуется оперативные изменения конструкции, типа волны, материала пленки и других конструктивных элементов, нужны простые и вместе с тем надежные экспериментальные установки и методы исследования таких датчиков.

В настоящем параграфе описаны две такие установки, которые использовались в данной работе. Они позволяют исследовать «отклики» акустоэлектронных датчиков в импульсном и непрерывном режимах и являются взаимно дополняющими [123].

На рис.2.8 представлена блок-схема установки, которая предназначена для измерения фазового «отклика» акустоэлектронных датчиков в импульсном режиме. Прямоугольный сигнал с импульсного генератора подается на генератор высокой частоты. Модулированный ВЧ сигнал с фазой $\phi_{BY} = 2\pi f_0 t$ поступает на излучающий встречноштыревой преобразователь, который возбуждает акустическую волну с частотой fo. Волна со скоростью vo распространяется по пьезоэлектрическому кристаллу и поступает на приемный встречно-штыревой преобразователь (рис.1), где вновь преобразуется в модулированный ВЧ сигнал с фазой $\phi = 2\pi f_0 \cdot t + 2\pi f_0 \cdot (L/v_0)$. В фазовом детекторе этот сигнал сравнивается с опорным сигналом ВЧ генератора, вырабатывая видеоимпульс, амплитуда которого пропорциональна разности фаз акустического и опорного сигналов, равного $\phi_0 = 2\pi f_0 (L/v_0)$. Интегратор измеряет амплитуду видеоимпульса, а самописец регистрирует его временную зависимость. При изменении температуры, плотности, упругости, электрической проводимости и/или других свойств пьезоэлектрического кристалла и чувствительной пленки (тестируемой жидкости), находящихся на пути распространения волны, величина $\phi_0 = 2\pi f_0 \cdot (L/V_0)$ меняется из-за изменения скорости волны от начального v_o до конечного v значения. Измерение фазового «отклика» Δφ/φ_o, равного $\Delta L/L$ - $\Delta v/v_o$, производится эквивалентным изменением частоты волны f_o , дающим то же изменение величины ϕ_0 , что и изменение скорости ($\Delta \phi / \phi_0 = \Delta f / f_0$).

Величины начальной и конечной частот сигнала измеряются частотомером. Точность измерения «отклика» составляет ± 10 х 10⁻⁶.

Типичный вид акустических импульсов, регистрируемых в установке рис.2.8 показан на рис.2.9, а и б. Нижняя осциллограмма на первом из них - это акустические сигналы прямого прохождения и его отражений от краев кристалла, измеренные на выходе датчика до фазового детектора. Сигнал прямого прохождения задержан относительно начала развертки (входного электромагнитного импульса) на время L/v_o пробега акустической волны между излучающим и приемным преобразователями. Верхняя осциллограмма на том же рисунке – это те же акустические сигналы, но измеренные после фазового детектора. Видно, что видеосигнал прямого прохождения и его отражения имеют разные величину и полярность поскольку связаны с неодинаковыми расстояниями, прошедшими волной от излучающего до приемного преобразователя. На рис.2.9,6 те же сигналы показаны уже вместе с импульсным окном интегратора (нижняя осциллограмма), в рамках которого происходит процесс измерения амплитуды видеоимпульсов (фазы акустической волны). При установке окна интегратора на акустический сигнал прямого прохождения измеряется амплитуда (фаза) только этого сигнала, тем самым исключается влияние любых отражений, электромагнитной наводки и других ложных сигналов на результаты измерений. При использовании стандартного радиотехнического оборудования установка на рис.2.8 функционирует в частотном диапазоне 9.5 – 400 МГц. Благодаря высокому быстродействию современных самописцев времена срабатывания установки оставляют менее 1 секунды, позволяя анализировать быстропротекающие процессы взаимодействия акустической волны и внешнего воздействия.



РИС.2.8. Блок-схема импульсной установки для исследования акустоэлектронных датчиков [128].



YZ_LNO_КРУГ_48,15 МГц



РИС.2.9. Типичный вид акустических импульсов на выходе акустоэлектронного датчика.

(а): нижняя осциллограмма - до фазового детектора, верхняя – после фазового детектора; (б): верхняя осциллограмма – после фазового детектора (как на рис.3,а), нижняя осциллограмма – окно интегратора, в котором производится измерение фазового «отклика».

Первые импульсы на всех осциллограммах – полезный акустический сигнал прямого прохождения между излучающим и приемным преобразователями; остальные импульсы – отражения акустического сигнала от краев кристалла. Кристалл: пластина YZ-LiNbO₃ толщиной 500 мкм. Период преобразователей $\lambda = 300$ мкм. Частота акустической волны f = 48,15 МГц.

(a)

Блок-схема второй установки показана на рис.2.10. Она предназначена для одновременного измерения амплитудных и фазовых «откликов» в непрерывном режиме. Процесс измерения начинается с получения амплитудно-частотной характеристики датчика S₂₁, которая имеет вид, близкий к sinx/x. Находится максимум этой характеристики, соответствующий минимуму вносимых потерь датчика и равный сумме потерь на двойное электроакустическое преобразование сигнала во входном и выходном преобразователях и потерь на распространения акустической волны между ними. Частота максимума устанавливается в центр частотного диапазона и фиксируется на все время измерений для неизменности начальных значений амплитуды и фазы волны. После этого производится переход из формата амплитуда-частота в формат амплитуда-время (при измерении амплитудного «отклика») или фаза-время (при измерении фазового «отклика»). Этот переход предусмотрен соответствующей опцией анализатора четырехполюсников, позволяющей одновременно исследовать временные зависимости разных «откликов» без повторения внешнего воздействия. Протяженность временной шкалы при измерении «откликов» выбирается с учетом длительности исследуемого процесса (обычно несколько сотен секунд). Для снижения шумов включается режим "SMOOTH".

В некоторых акустоэлектронных устройствах (например, на основе низкоомного кремния) величина электромагнитной наводки слишком велика. Для ее подавления в анализаторах четырехполюсников HP8753ES и KEYSIGHT5061B предусмотрен специальный режим: совершается быстрое преобразование Фурье из частотной во временную область, включается GATE START сразу после наводки, GATE STOP сразу после акустического сигнала и GATE ON для включения режима GATE, «отсекающего» наводку, но оставляющего собственно акустический сигнал. После этого производится обратное Фурье преобразование в частотную область, AЧX в которой уже свободна от влияния паразитного сигнала.

Процесс измерения «откликов» заключается в следующем.

При измерении амплитудного «отклика» вначале запускается временная развертка четырехполюсника и производится измерение амплитуды A акустического сигнала (величины S_{12}) до воздействия. Затем внешнее воздействие «включается», и производится новое измерение амплитуды A (величины S_{12}) с воздействием. Величина «отклика» определяется как $\Delta A/L$, $\Delta A/\lambda$ или $\Delta S_{12} = S_{12}$ (с воздействием) - S_{12} (без воздействия), где L – путь, проходимый волной между излучателем и приемником, а λ – длина акустической волны, равная периоду встречно-штыревых преобразователей.

При измерении фазового «отклика» вначале также запускается временная развертка четырехполюсника и измеряется фаза ф акустического сигнала на

фиксированной частоте без внешнего воздействия. Затем воздействие «включается», и производится новое измерение той же фазы. За величину «отклика» принимается величина $\Delta \phi/\phi_0$, где ϕ_0 – полный набег фазы волны от излучающего до приемного преобразователя, равный $2\pi \cdot (L/\lambda)$, а $\Delta \phi$ - изменение фазы акустической из-за внешнего воздействия. При таком определении фазового «отклика» он не зависит от расстояния L между преобразователями и является характеристикой исследуемого процесса. Если на пути распространения волны дополнительно находится чувствительное покрытие протяженностью *l*, то «отклик» дополнительно нормируется: (*l*/L) х $\Delta \phi/\phi_0$.

При использовании в установке на рис.2.10 современных анализаторов четырехполюсников, она способна функционировать в диапазоне 0.03-6000 МГц. Точность измерений зависит от соотношения амплитуд акустического сигнала и электромагнитной наводки, наличия/отсутствия отражений и других ложных сигналов, (частоте генерируемых на той же частоте максимума амплитудно-частотной характеристики S₂₁). Приемлемым считается подавление ложных сигналов, превышающее более 10 дБ, при котором точность измерений амплитудного и фазового «откликов» составляет порядка ± 0.1 дБ и $\pm 1 \times 10^{-6}$, соответственно. Ограничением установки на рис.2.10 является временное разрешение современных анализаторов. Так, при фиксированной временной развертке протяженностью t, интервал между последовательными измерениями амплитуды и фазы прибором HP 8753ES составляет t/1601, где 1601 – число точек (временных интервалов), укладывающихся на этой развертке. По этой причине для медленно протекающих процессов, требующих больших величин разверток, регистрация тонкой структуры «откликов» становится невозможной.

При исследовании температурных характеристик акустических волн акустоэлектронные датчики помещаются в термоизолированную камеру (например, MLW U10, Sintz Friental, Medingen, Germany), работающую в диапазоне 0 - 100 °C с точностью \pm 1°C, или в температурную камеру UC-20CE (TERCHY TECHNOLOGY LTD, Taiwan,) работающую от -60 до 150°C с точностью \pm 2°C. Величины температурного коэффициента TK3 = $(1/\tau)(\Delta \tau/\Delta t)$ определяется из измерения фазовых «откликов» $\Delta \phi/\phi_0$, которые, как легко показать, равны $\Delta \tau/\tau_0$.

При исследовании жидких аналитов проводится предварительная калибровка лабораторных макетов. В качестве калибрационных используются дистиллированная вода с малыми вязкостью η и электрической проводимостью σ ($\eta = 1.03$ сПуаз, $\sigma < 10^{-3}$ Сим/м), глицерин с высокой вязкостью и малой проводимостью ($\eta = 1490$ сПуаз, $\sigma < 10^{-3}$ Сим/м) и водный раствор NaCl с малой вязкостью и высокой проводимостью ($\eta \sim 1$ сПуаз, $\sigma \approx 0.5$

Сим/м) [124]. Жидкости с промежуточными значениями η и σ изготавливаются с помощью таблиц [125.], связывающих значения η и σ с процентным содержанием глицерина и NaCl в воде. Жидкости наносятся на всем пути распространения волны, чтобы исключить влияние протяженности жидкостной пробы на результаты измерений. Поскольку проникновение акустических волн в жидкость, граничащую со звукопроводом, составляет всего 10-100 мкм (параграф 1.3) [126], [45], то неоднородность пробы по толщине не оказывает влияние на результаты измерения, а ее нанесение можно осуществлять простым шприцем или кисточкой. Дополнительной кюветы также не требуется: дном кюветы служит сам звукопровод.

Наличие жидкой среды на пути распространения волны приводит к изменению ее амплитуды (затуханию) и скорости (фазы). Изменения скорости волны, которые действием жидкости, напрямую связаны ee возникают под с физическими характеристиками (ρ, η, σ, ε). Изменения амплитуды волны происходят из-за излучения части упругой энергии в жидкость (радиационные потери), вязкоупругих потерь (вязкости жидкости) и электроакустического взаимодействия (проводимость жидкости). При этом нанесение воды приводит только к радиационными потерями, водных растворов глицерина – к радиационными и вязкоупругими потерями, а водных растворов NaCl – к радиационными потерями и электроакустическим затухания.

Типичные временные зависимости амплитудного и фазового «откликов» на воду и глицерин, измеренные с помощью установки на рис.2.10, представлены на рис.2.11. Идентификация акустических волн в экспериментальных условиях проводится по их скорости, вертикальному смещению U₃ на поверхности звукопровода и величине пьезоактивности. Расчетное значение скорости v сравнивается с величиной, определенной из измеренной частоты волны f и периода встречно-штыревого преобразователя λ : v = f \cdot λ. Вертикальное смещение U₃ оценивается по поглощению волны под действием водной нагрузки: чем больше радиационные потери, тем больше U₃. Пьезоактивность волн коррелирует с величиной вносимых потерь датчика и с влиянием на эту величину электропроводящих жидкостей: чем меньше потери, тем выше коэффициент электромеханической связи; чем сильнее влияние, тем больше пьезоактивность.



РИС.2.10. Блок-схема установки для исследования акустоэлектронных датчиков в непрерывном режиме на основе анализаторов четырехполюсников HP 875ES или KEYSIGHT 5061B.



РИС.2.11. Временные изменения амплитуды (а) и фазы (б) акустической пластинчатой моды на действие жидкости с малой (вода) и большой (глицерин) вязкостью (вертикальная ось – амплитуда моды 2 дБ/дел., фаза моды 30°/дел., горизонтальная ось – время (30 сек/дел.)).

Тип волны – акустическая пластинчатая мода частотой 48.4 МГц. Пластина - 128° Y,X-LiNbO₃ толщиной $h/\lambda = 2.5$ (h – толщина, λ - длина волны).

До маркера 1 – пластина без жидкости; с 1 до 2 – на поверхность пластины нанесена вода (вязкость 1.03 сПуаз); в момент 2 вода удалена; с 3 до 4 на ту же поверхность нанесен глицерин (вязкость 1490 сПуаз). В момент 4 с пластины удален глицерин.

Глава 3. Некоторые особенности возбуждения и распространения нормальных акустических волн в кристаллических пластинах и слоистых структурах на их основе.

3.1. Особенности возбуждения и распространения нормальных волн в пьезоэлектрических пластинах большой толщины [A1-A2].

Мотивация. В отличие от ПАВ, сконцентрированных у поверхности с ВШП, нормальные волны, возбужденные с одной из поверхностей пластины, распространяются по всей ее толщине. Как это сказывается на характеристиках нормальных волн вблизи и вдали от излучателя.

Периодические ВШП, обычно имеющие 20-50 пар штырей N, обладают полосой пропускания $\Delta f_n/f_n = 1/N = 2-5$ %. В результате этого моды с близкими скоростями v_n (частотами $f_n = v_n/\lambda$) могут перекрывать амплитудно-частотные характеристики друг друга [126]. Как избежать этого перекрытия и можно ли использовать моды в этом случае.

На поверхности кристалла, как правило, существует единственная поверхностная волна. В отличие от этого, в пластине толщиной Н порядка длины волны λ распространяется семейство отличающихся друг от друга мод. Каково влияние разных мод друг на друга в пластинах стандартных размеров?

В отличие от ПАВ, моды пластины имеют ненулевые упругие смещения и электрические поля на обеих поверхностях пластины. Как скажется эта особенность на возбуждении и распространении мод при нагрузке одной из поверхностей жидкостью с ненулевой электропроводностью?

ВШП периодического типа работают не только на основной частоте, но и на гармониках [127]. Как это скажется на модах высоких порядков и их чувствительности к поверхностным нагрузкам.

Ответы на эти вопросы являются целью данного параграфа.

Методика. Экспериментальные исследования данного параграфа проводились на стандартных пластинах пьезоэлектрического 128°Y-LiNbO₃ с диаметром 76 мм, толщиной H = 500 мкм, одной полированной и второй шлифованной поверхностями. Возбуждение и прием мод осуществлялся с полированной поверхности пластины вдоль оси X. Использовалось несколько пар ВШП, расположенных в линию (Таблица 3.1).

N⁰	λ, мкм	2а, мкм	Ν	L, мм	H/λ
1	100	3000	20	4,5	5
			40	4,5	
			40	22	
2	200	6000	20	8,5	2.5
			40	8,5	
			40	14	
			40	24	
3	300	8000	20	7,4	1.67
			20	10,7	
			20	41	

ТАБЛИЦА 3.1. Линейные размеры используемых структур.

λ, 2a, N – период, апертура и число пар электродов ВШП; L – расстояние между противолежащими краями излучающего и приемного ВШП.

Проводилось сравнение амплитудно-частотных характеристик (АЧХ) мод в следующих условиях:

1) при изменении количества пар электродов N в преобразователях с одинаковыми периодом λ и расстоянием L между ними ($\lambda = \text{const}, L = \text{const}, N \neq \text{const}$),

2) при изменении расстояния L между преобразователями с одинаковыми периодом λ и числом электродов N (λ = const, N = const, L \neq const),

3) при нанесении электропроводящих жидкостей на поверхность пластины, не содержащую преобразователей.

Также измерялись (Глава 2) фазовая скорость $(v_p)n$ и затухание мод разных номеров n по мере удаления от источника. Значения $(v_p)n$ сравнивались с расчетными (Глава 2), а совпадение/отличие измеренных и расчетных значений служило критерием установившегося/неустановившегося режима распространения мод в пластине при их возбуждении и приеме с одной из поверхностей.

Фазовые «отклики» мод измерялись (Глава 2) для электропроводящих и непроводящих жидкостей, которые наносились на поверхность пластины без ВШП 2-мя способами:

- жидкость находится на всем пути распространения мод, включая зоны под ВШП,

- жидкость нанесена только между преобразователями, исключая зоны под ВШП.

Это позволяло сравнить фазовые «отклики» мод при разных поверхностных нагрузках, когда в качестве тестируемых использовались дистиллированная вода, водные растворы NaCl и глицерин (Глава 2).

Для определения других особенностей нормальных акустических волн высших порядков использовались акустические линии задержки из Таблицы 3.2.

N⁰	Материал	Толщина пластин Н, мкм	Период ВШП (длина волны) λ, мкм	Η/λ	Апер- тура ВШП 2а, мкм	Число пар электродов ВШП N	Расстояние между ВШП L, мкм	Набег фазы вход- выход фо= 3600×L/λ
1	128°YX- LiNbO ₃	500	500	1.0	13000	20	18000	12960
2	128°YX- LiNbO ₃	500	200	2.5	5500	40	8500	15300
3	128°YX- LiNbO ₃	500	100	5	2800	40	4500	16200
4	64°YX- LiNbO ₃	350	500	0.7	13000	20	18000	12960

ТАБЛИЦА 3.2. Характеристики используемых структур.

Для этих образцов тестируемые жидкости поочередно наносились на верхнюю и нижнюю поверхности пластины в виде полос одинаковой протяженности, полностью перекрывающих акустические пучки нормальных мод между излучающим и приемным ВШП. Это позволяло сравнить разные моды при воздействии одинаковых нагрузок на разных поверхностях, а также исключить влияние жидкостей на работу преобразователей. Проникновение мод в жидкость составляло ~100 нм [128], что пренебрежимо мало по сравнению с толщиной наносимого слоя (~1 мм). Поэтому влиянием неоднородности толщины слоя на результаты измерения пренебрегалось.

Порядок моды определялся по скорости v_n, измеренной как произведение центральной частоты моды f_n на длину волны λ (период ВШП). Скорости v_n и коэффициент электромеханической связи мод $(K_n^2)_0^n \approx 2\Delta V/V_n$ также рассчитывались (Глава 2). Толщина пластины H/ λ для моды на ее основной частоте f_n выбиралась равной базовому значению H/ λ , тогда как для той же моды на частоте 3-й гармоники 3f_n она составляла 3H/ λ , на частоте 5-й гармоники 5f_n – 5H/ λ и т.д. Это позволяло учитывать изменение значений v_n и $(K_n^2)_o^m$ при изменении H/ λ (их дисперсию).

Фазовый $\Delta \varphi_n$ и амплитудный ΔS_{21}^2 отклики мод измерялись анализатором четырехполюсников (НР 8753Е) в фазовом и амплитудном режимах (Глава 2). Значения $\Delta \varphi_n$ и ΔS_{21}^2 для разных образцов нормализовались на, соответственно, полный набег фазы $\varphi_0 = 360^0 \times L/\lambda$ и на расстояние L между излучателем и приемником. Это исключало топологическое различие тестируемых образцов (Таблица 3.2) и позволяло сравнивать разные моды в идентичных экспериментальных условиях. Точность измерений составляла $\pm 15 \%$ для фазового отклика $\Delta \varphi_n / \varphi_0$ и $\pm 10 \%$ для амплитудного отклика $\Delta \alpha = \Delta S_{21}^2 / L$.

В начале описанная методика применялась к пластинам одинаковой наблюдается ориентации 128^{0} YX-LiNbO₃ с разными толщинами H/ λ = 1, 2.5 и 5. Затем, для проверки, она же использовалась для другой ориентации (64⁰YX-LiNbO₃) и иной толщины (H/ λ = 0.7).

Полученные результаты представлены на рис.3.1-3.9. Рис.3.1 дает сравнение (AЧХ)п разных мод при их возбуждении преобразователями с одинаковыми λ и L, но разным числом электродов N (λ = const, L = const, N \neq const). Как ожидалось, рост N, сужая полосу пропускания, улучшает частотное разрешение соседних мод. Особенно отчетливо это прослеживается на частотах 40...65 МГц, для которых при N = 20 (AЧХ)n соседних мод перекрываются и частично «уничтожают» друг друга (рис.3.1а), а при N = 40 – они хорошо разделены и могут использоваться (рис.3.16). Частоты мод f_n, измеренные для N = 20 и 40 по минимуму вносимых потерь, совпадают друг с другом в пределах точности измерений (±1 %) и соответствуют расчетным.

Рис.3.2 сравнивает амплитудно-частотные характеристики мод при возбуждении преобразователями с одинаковыми λ и N, но разным расстоянием L между ними (λ = const, N = const, L \neq const). Видно, что с ростом L форма (AЧX)n мод почти не меняется, тогда как величина вносимых потерь увеличивается, причем особенно заметно для мод высших порядков (рис.3.26 и рис.3.3 при f_n > 33 МГц).

На рис. 3.4 и 3.5 представлены амплитудные и фазовые характеристики одной из мод в пластине LiNbO₃ с двумя свободными поверхностями (а) и одной свободной, другой электрически нагруженной поверхностями (б,в). Видно, что наличие проводящей всем жидкости пути распространения (рис.3.4,б), включая область на под преобразователями, приводит к изменению формы (АЧХ) n, величины центральной частоты f_n, величины и знака фазы ϕ_n . При нанесении той же жидкости только между преобразователями (рис.3.4,в) форма (АЧХ)п и величина fn не меняются, а фаза фn увеличивается, уменьшается или меняет знак в зависимости от способа нанесения жидкости и расстояния L между преобразователями. Подобных изменений для непроводящего глицерина ($\sigma = 0$) не наблюдалось. Следующая группа данных касается сенсорных свойств тех же волн.



(a)

(б)

РИС.3.1. Амплитудно-частотные характеристики $|S21|^2$ акустических мод, возбуждаемых и принимаемых на одной поверхности пластины равноудаленными преобразователями с разным числом электродов (λ = const, L = const, N \neq const). λ = 100 мкм, L = 4.5 мм, N = 20 (a) и N = 40 (б).



РИС.3.2. Амплитудно-частотные характеристики $|S21|^2$ мод, возбуждаемых и принимаемых на одной поверхности пластины одинаковыми преобразователями, удаленными на разные расстояния друг от друга ($\lambda = \text{const}, N = \text{const}, L \neq \text{const}$). $\lambda = 200 \text{ мкм}, N = 40, L = 8.5 \text{ мм}$ (a) и L = 14 мм (б).



РИС.3.3. Вносимые потери (ВП)п нормальных акустических мод (точки) в зависимости от частоты fn (номера моды n), измеренные на разных расстояниях L от излучателя ($\lambda = \text{const}, N = \text{const}, L \neq \text{const}$).

(a) $-\lambda = 200$ MKM, N = 40, L = 8.5 (1), 14 (2), 24 MM (3);

(б) – λ = 300 мкм, N = 20, L = 7.4 (1), 10.7 (2), 41 мм (3).



РИС.3.4. Амплитудно-частотные характеристики $|S21|^2$ одной из акустических мод при ее возбуждении и приеме на верхней поверхности пластины и различной электрической нагрузке нижней поверхности. Преобразователи: $\lambda = 200$ мкм, N = 40, L = 8.5 мм. (а) – пластина без жидкости; максимум АЧХ показан меткой 1; (б) – нижняя поверхность нагружена водой на всем пути распространения моды, включая область под преобразователями, максимум АЧХ показан меткой 2; (в) – нижняя поверхность нагружена водой только между ВШП; максимум АЧХ отмечен меткой 1.



(a)

(б)

РИС.3.5. Изменение фазы ϕ одной из акустических мод при ее возбуждении и приеме на верхней поверхности пластины при различной электрической нагрузке нижней поверхности. Частота моды: fn = 37.3 МГц. Преобразователи: λ = 200 мкм, N = 40, L = 8.5 мм (а) и 14 мм (б).

1 -без жидкости $\phi = 0^{\circ}$,

2-с водой между ВШП (проводимость воды $\sigma \le 0.01$ Сим/м),

3 – с водой на всем пути распространения, включая области под ВШП,

4 – с 4 %-ным водным раствором NaCl между ВШП (проводимость раствора $\sigma \approx 0.5$ Сим/м),

5 - с 4 %-ным водным раствором NaCl на всем пути распространения, включая области под ВШП.

На рис.3.6-3.9 представлены амплитудные $\Delta \alpha$ и фазовые $\Delta \phi n/\phi o$ отклики мод разной частоты fn при нанесении двух жидкостей (вода, глицерин) на верхнюю (белая) и нижнюю (черная) поверхности пластины LiNbO₃ разной толщины H/λ (0.7, 1.0, 2.5, 5.0). Первая жидкость приводила к радиационному, а вторая – к радиационному и вязкоупругому поглощению волны. Величина поглощения позволяла судить об амплитуде волны на соответствующей поверхности пластины, сравнивать амплитуды на разных поверхностях и прослеживать динамику изменения амплитуд с толщиной Н/λ. Из приведенных данных видно, что, вопреки существующим представлениям, в пластинах с жидкостной нагрузкой возможно существование не только волн с низкой скоростью распространения (менее скорости звука в жидкости ~1500 м/с) или волн со сдвиговогоризонтальной поляризацией SH, имеющих малую вертикальную компоненту смещения U_3 на границе жидкость-пластина, но и высокоскоростных волн с большим U_3 - то есть обобщенных волн Лэмба, мод Анисимкина И.В. и квазипродольных волн. В зависимости от величины этой компоненты и характера распределения энергии по глубине пластины такие волны испытывают более или менее сильное поглощение, но, тем не менее, достигают приемного ВШП, где, как показывают рис.3.6-3.9, надежно фиксируются. При этом величины откликов $\Delta \alpha$ и $\Delta \phi_{n}/\phi_{0}$ зависят от частоты (номера) моды и толщины пластины.

Далее, видно, что величины $\Delta \alpha$ и $\Delta \phi_n/\phi_o$ с ростом Н/ λ имеют тенденцию к увеличению для мод низких порядков (низких частот) при нагрузке верхней поверхности, и тенденцию к уменьшению для мод высших порядков (высоких частот) при нагрузке верхней и нижней поверхностей. Следовательно, в соответствии с [11] моды низких порядков в толстых пластинах концентрируются у верхней поверхности (становясь более чувствительными к ее нагрузке), а моды высоких порядков - локализуются в центральной части пластины (становясь менее чувствительными к условиям на обоих поверхностях).



РИС.3.6. Отклики мод в пластине 128^{0} YX- LiNbO₃ толщиной H/ λ = 1.0. (а), (б) – вода, (в), (г) – глицерин; белый цвет - жидкость на верхней поверхности с ВШП, черный цвет – жидкость на нижней поверхности. Проценты - различие откликов на верхней и нижней поверхностях.



РИС.3.7. Отклики мод в пластине 128^{0} YX- LiNbO₃ толщиной H / λ = 2.5. (а), (б) – вода, (в), (г) – глицерин; белый цвет - жидкость на верхней поверхности с ВШП, черный цвет – жидкость на нижней поверхности. Проценты - различие откликов на верхней и нижней поверхностях.



РИС.3.8. Отклики мод в пластине 128^{0} YX-LiNbO₃ толщиной H/ λ = 5.0. (а), (б) – вода, (в), (г) – глицерин; белый цвет - жидкость на верхней поверхности с ВШП, черный цвет – жидкость на нижней поверхности. Проценты - различие откликов на верхней и нижней поверхностях.



РИС.3.9. Отклики мод в пластине 64^{0} YX-LiNbO₃ толщиной H/ $\lambda = 0.7$. (а), (б) – вода, (в), (г) – глицерин; белый цвет - жидкость на верхней поверхности с ВШП, черный цвет – жидкость на нижней поверхности. Проценты - различие откликов на верхней и нижней поверхностях.

В то же время из рис.3.7-3.9 следует, что некоторые моды испытывают разные изменения при нагрузке верхней и нижней поверхностей. Первое семейство таких мод группируется вблизи частоты $f_n = 15$ МГц (рис.3.6) и частоты $f_n = 38$ МГц (Fig.3.7, б, г), где при конечной полосе пропускания ВШП, наблюдается взаимодействие соседних мод с близкими скоростями. Второе семейство мод с отличающимися откликами на верхней и нижней поверхностях группируется вблизи частоты $f_n = 23$ МГц (рис.3.6) и частоты $f_n = 60$ МГц (рис.3.7), где взаимодействия соседних мод не происходит, но вместо этого имеет место интерференция мод высокого порядка с гармониками мод низкого порядка, локализованными у поверхности с ВШП на тех же частотах. Так, мода высокого порядка частотой f_n = 23.1 МГц (рис.3.6) имеет высокий коэффициент электромеханической связи $(K_n^2)_o^m = 2.47\%$ и может эффективно генерироваться с помощью ВШП, интерферируя с 3-й гармоникой нулевой моды (основная частота f₀ = 7.4 MHz). Действительно, согласно проведенным расчетам, эта гармоника на тройной толщине пластины $3 \times H/\lambda = 3.0$ имеет близкую частоту $f_{3-0} = v_{3-0}/\lambda = 23.95 \text{ }_{\text{МГц и высокий}} \left(K_{3-0}^2\right)_o^m \cong 5.19\%$. Взаимодействие мод высоких порядков, распространяющихся по всей толщине тонких пластин, с гармониками мод низких порядков, локализованных у одной из поверхностей, нарушает симметрию сенсорных свойств этих мод, как и в 1-м случае. Дополнительное подтверждение этой гипотезы получено с помощью контрольного образца 4 (Таблица 3.2), выполненного на пластине другой ориентации и иной толщины. Для этого образца (рис.3.9) мода высокого порядка с частотой f_n = 22.97 МГц взаимодействует с 3-ей гармоникой нулевой моды ($f_{3-0} = 23.14$ МГц, $\left(K_{3-0}^2\right)_o^m \cong 5.19\%$) и с

3-ей гармоникой 1-й моды ($f_{3-1} = 23.4 \text{ МГц}, (K_{3-1}^2)_o^m = 0.53\%$). Аналогично, мода высокого порядка $f_n = 38.49 \text{ МГц}$ интерферирует с 3-й гармоникой 2-й моды ($f_{3-2} = 39.35 \text{ МГц}, (K_{3-2}^2)_o^m = 0.85\%$) и с 5-й гармоникой нулевой моды ($f_{5-0} = 38.75 \text{ МГц}, (K_{5-0}^2)_o^m = 1.42\%$). В обоих случаях частоты гармоник $f_{3-0}, f_{3-1}, f_{3-2}, f_{5-0}$ близки к частотам мод высокого порядка fn, а их коэффициенты электромеханической связи $(K_{3-0}^2)_o^m, (K_{3-1}^2)_o^m, (K_{3-2}^2)_o^m, (K_{5-0}^2)_o^m$ велики, обеспечивая эффективную генерацию.

Выводы параграфа.

- 1. Класс акустических волн, пригодных для детектирования жидкостей, не ограничивается акустическими волнам SH-поляризации, а может быть существенно расширен за счет более распространенных нормальных волн Лэмба, Анисимкина И.В. и мод квазипродольного типа QL.
- Рост числа штырей во встречно-штыревых преобразователях улучшает частотное разрешение соседних мод с близкими скоростями.
- 3. Вносимые потери для волн высоких порядков увеличиваются с расстоянием, номером моды и нормированной толщины пластины.
- 4. При нанесении электропроводящих жидкостей на противоположную поверхность пластины форма (АЧХ)n, центральная частота fn и фазовые характеристики некоторых мод испытывают изменения при перекрытии этой жидкостью области под преобразователями.
- 5. При нанесении тестируемой жидкости на верхнюю и нижнюю поверхности пластины отклики мод не всегда одинаковы: при H/λ ≤ 1 высшие гармоники мод низких порядков n, локализуются у поверхности с преобразователями и интерферируют с основными гармониками мод высоких порядков, нарушая симметрию откликов; при H/λ ≥ 1 такой интерференции не происходит, поскольку моды высоких порядков локализуются в центральной части пластины, а моды низких порядков - у поверхности с преобразователями, но это снова нарушает симметрию откликов.
- 6. Создание датчиков газов и жидкостей на модах высоких порядков становится возможным лишь при использовании ВШП с узкой полосой пропускания (≤ 1 %), пластин с малой нормированной толщиной (H/λ ≤ 3) и частот f < 3fo (fo основная частота нулевой моды), исключающих перекрытие соседних мод, мод и гармоник и их интерференцию.</p>

3.2. Свойства квазипродольных (QL) мод и мод Анисимкина И.В. (AN) в кристаллах низкой симметрии и произвольной ориентации [A3].

Мотивировка. Моды И.В.Анисимкина (AN) [7-10] и моды квазипродольной поляризации QL [16], входящие в семейство нормальных волн высших порядков, обладают рядом достоинств при анализе жидких сред: а) они имеют малое вертикальное смещение на поверхности пластины ($u_3 \ll u_1$) и, следовательно, слабо излучают свою энергию в нанесенную жидкость, б) их скорость близка скорости продольных объемных волн в том же направлении ($v_n \approx v_L$) и в) дисперсия - слаба ($d_{vn}/d(H/\lambda) \le 100 \text{ м/c}$), делая частоту этих волн слабо зависимой от погрешностей в толщине пластины Н и периоде ВШП λ . При этом, напомним, у мод AN продольное смещение u_1 практически постоянно по глубине ($u_1 \approx \text{ constant}$), а у мод QL оно слабо меняется с глубиной ($u_1 \neq \text{ constant}$), оставаясь доминирующим.

К началу данной диссертационной работы AN и QL моды исследовались лишь в высокосимметричных направлениях (вдоль оси X 2-го порядка) высоко-симметричных (тригональных) кристаллов. Цель настоящего параграфа – исследовать, возможно ли существование тех же мод в более низкосимметричных направлениях и кристаллах.

Методика. В качестве низкосимметричных сред распространения нами были выбраны тетрагональный 4mm Li₂B₄O₇ с одной из «произвольных» ориентаций (углы Эйлера 89°, 37°, 104°) и тригональный LiNbO₃ с направлением распространения под углом 30° к оси X (углы Эйлера 0°, 37.86°, 30°). Численные расчеты дисперсионных кривых $v_n(H/\lambda)$, профилей продольного $u_1(x_3/\lambda)$, сдвигово-горизонтального $u_2(x_3/\lambda)$ и сдвигововертикального $u_3(x_3/\lambda)$ смещений, а также величины угла отклонения потока энергии Ψ тех же мод в плоскости распространения проводились по методике Главы 2.

Экспериментальный образец изготовлялся на пластине 128°Y,X+30°-Li₂NbO₃ толщиной 500 мкм. Он имел один излучающий и пять приемных ВШП, которые располагались по дуге под разными углами к направлению распространения. Это позволяло определять направление потока энергии мод (величину угла Ψ) по положению выходного преобразователя, принимающего наибольший акустический сигнал.

Полученные результаты. Дисперсионные кривые $v_n(H/\lambda)$ 3-х соседних мод со скоростями $v_n \approx v_L$ в пластине $Li_2B_4O_7$ показаны на рис.3.10. В соответствии с работой [16] две моды, обладающие высокой дисперсией (например, в точках 4 и 5 наклоны дисперсионных кривых этих мод равны $d_{vn}/d(H/\lambda) = 233$ и 240), имеют 3 сравнимых компоненты смещений и принадлежат семейству обобщенных волн Лэмба во всем

рассмотренном диапазоне толщин пластины H/ λ . Третья мода, показанная на рис.3.10 толстой линией, принадлежит либо к семейству AN, либо к семейству Лэмба в зависимости от положения точки на дисперсионной кривой: при слабой дисперсии (например, в точке 1 с d_{vn}/d(h/ λ) \approx 100) она представляет собой AN-моду; напротив, при сильной дисперсии (например, в точках 2 и 3 с (d_{vn}/d(h/ λ) = 3804 и 3080) она является обобщенной волной Лэмба. В результате по мере движения по толстой дисперсионной кривой слева направо происходит трансформация волны Лэмба в моду AN и обратно в волну Лэмба. При этом подобно кристаллам и направлениям с высокой симметрией [16], толщины H/ λ , при которых мода AN существует в низкосимметричном направлении кристалла Li₂B₄O₇, образуют ряд регулярных чисел: H/ λ = 0.925, 1.85, 2.725.

Далее, как и в кристаллах высокой симметрии, профили смещения моды AN в пластине $Li_2B_4O_7$ (точка 1, рис.3.10) характеризуются однородностью доминирующего продольного смещения u_1 по толщине пластины H/λ (рис.3.11,а). Эта мода, поляризованная практически линейно, подобна объемной волне той же поляризации в кристалле $Li_2B_4O_7$ без границ. Чем слабее дисперсия этой моды, тем более однородно смещение u_1 по глубине, тем меньше амплитуды двух других смещений u_2 и u_3 и тем более она похожа на продольную объемную волну. Напротив, волна Лэмба (точка 3 на той же дисперсионной кривой, рис.3.10) имеет эллиптическую поляризацию (рис.3.11,6), которая меняется с глубиной x_3/λ из-за изменений парциальных компонент u_1 , u_2 , u_3 и фазовых соотношений между ними. При этом смещения u_1 , u_2 , u_3 этой волны сравнимы друг с другом.



РИС.3.10. Дисперсионные кривые 3-х соседних мод с $v_n\approx v_L$ Пластина $Li_2B_4O_7$ с углами Эйлера 89°, 37°, 104°. Точки 1-5 - волны, выбранные для анализа.



РИС.3.11. Профили смещений по глубине пластины $Li_2B_4O_7$ для нормальных акустических мод в точках 1 (а) и 3 (б) на рис.3.10. (б) - мода AN (H/ λ = 0.925, v_n = 7122 м/с \approx v_L = 7169 м/м, dv_n/d(H/ λ) \approx 100); (а,в) – моды Лэмба (H/ λ = 0.75 и 1.25, v_n \neq v_L, dv_n/d(H/ λ) \approx 3100).
Подобно акустическим волнам других типов, потоки энергии нормальных волн в анизотропных средах в общем случае не совпадают с волновой нормалью. Как оказалось, особенность этого свойства для волн нормального типа состоит в его дополнительной зависимости не только от направления распространения (угла Θ), но и от номера моды п (Таблицы 3.3 и 3.4). Благодаря этому обычный ВШП с периодом λ излучает моды разных порядков «веерообразно», т.е. под разными углами Чп к направлению распространения. Частоты излученных мод также отличаются друг от друга из-за различия скоростей, т.к. f_n = v_n/λ . Например, при возбуждении в пластине LiNbO₄ (Таблица 3.4) потоки энергии мод разных порядков образуют вокруг волновой нормали «веер» с углами Ч_n от -13.1° до +5.6° и частотами от 12.4 до 34.1 МГц.

Кристалл	n	H/λ	Ψ _n , градусы
2	1	1.36	$0^{\rm o}$
ST,Х-кварц (0°, 132.75°, 0°)	2	2.68	0°
	3	4.04	0°
	1	0.925	-1.3°
Li ₂ B ₄ O ₇ (89°, 37°, 104°)	2	1.85	-1.21°
	3	2.725	-1.15°

ТАБЛИЦА 3.3. Угол отклонения потока энергии Ψ_n нормальных акустических волн первых номеров в тригональном кварце и тетрагональном $Li_2B_4O_7$ ($\Psi_n = (1/V_n)(dV_n/d\Theta)$).

ТАБЛИЦА 3.4. Угол отклонения потока энергии Ψ_n нормальных волн разных номеров, излученных в одном направлении пластины LiNbO₄ с углами Эйлера 0°, 37.86°, 30°

n	V _n , м/с	Ψ _n , градусы	Тип моды
0	3720.69	-13.1°	Лэмб
1	3804.95	-8.9°	Лэмб
2	4013.36	-0.1°	Лэмб
3	4272.11	2.7°	Лэмб
4	4678.26	-6.8°	Лэмб
5	4858.73	5.6°	Лэмб
6	5418.39	-2.8°	Лэмб
7	5558.37	5.3°	Лэмб
8	6184.44	-1.0°	Лэмб
9	6438.84	2.2°	Лэмб
10	6620.86	1.6°	Лэмб
11	7084.55	-4.1°	QL

12	7166.33	1.2°	QL
13	7405.95	1.6°	Лэмб
14	8049.2	-5.4°	Лэмб
15	8162.85	-1.0°	Лэмб
16	8411.3	0.8°	Лэмб
17	9146.75	-5.5°	Лэмб
18	9282.84	-1.7°	Лэмб
19	9457.99	0.7°	Лэмб
20	10230.8	-5°	Лэмб

Экспериментальная проверка зависимости угла отклонения потока энергии Ψ n от номера моды n проводилась путем возбуждения волн разных порядков вдоль ($\Theta = 0^{\circ}$) и под углом $\Theta = 30^{\circ}$ к оси X на пластине 128°Y - LiNbO₄ толщиной H/ λ = 1.67. В соответствии с расчетами (Таблица 3.4) в первом случае отклонение потоков энергии всех мод отсутствовало (Ψ n = 0°), тогда как во втором - максимальные акустические сигналы детектировались разными приемными ВШП, подтверждая зависимость Ψ n от n и неравенство нулю углов Ψ n. Так, мода нулевого порядка n = 0 наиболее эффективно фиксировалась ВШП, ось которого образовывала угол Θ = - 45° с осью X, что при направлении распространения $\Theta = 30^{\circ}$ к этой оси давало угол отклонения потока энергии, равный Ψ n = -15° в хорошем согласии с расчетом (Таблица 3.4).

Моды семейства AN и QL регистрировалась в экспериментах на разных пластинах (H/λ = 1.02, 1.67, 2.5) по разным направлениям ($\Theta = 0^{\circ}$, 30° , 60° , 90°). Так, например, для $\Theta = 30^{\circ}$ и $H/\lambda = 2.5$ обе моды наблюдались одновременно (рис.3.12). Скорости мод были близки скорости продольной объемной волны в том же направлении ($v_L = 6707$ m/s), а вертикальное смещение u_3 на поверхности пластины было мало, т.к. обе моды испытывали малое поглощение под действием жидкостей (Таблица 3.5).



РИС 3.12. Амплитудно-частотные характеристики $|S_{21}|^2$ нормальных волн AN (метка 1) и QL (метка 2) при распространении в пластине 128°Y - LiNbO₄ толщиной H/ λ = 2.5 под углом Θ = 30° к оси X.

	v _n , м/с (10 ³)	v _n , м/с (10 ³)	Ψ _n , град	Радиационны е потери, дБ/мм	Вязкоупруг ие потери, дБ/мм
]	расчет	экспери мент	расчет	эксперимент	эксперимен т
	6.837	6.800	-2.4°	0.5	0.35
	6.905	7.400	1.9°	0.5	0.45

ТАБЛИЦА 3.5. Характеристики AN и QL мод, представленных на рис.3.12.

Выводы параграфа.

- Акустические волны AN и QL типа, принадлежащие к нормальным волнам высших порядков, могут распространяться в направлениях и кристаллах с низкой степенью симметрии, таких как тетрагональный Li₂B₄O₇ с углами Эйлера (89°, 37°, 104°) и тригональный 128°Y- LiNbO₄ с углами Эйлера (0°, 37.86°, Θ = 0°, 30°, 60° и 90°).
- Условия существования этих мод в низко-симметричных средах аналогичны таковым в средах с более высокой симметрией (v_n ≈ v_L, слабая дисперсия dvn/d(H/λ) ≤ 100 м/c, u₁ << u₂, u₃).
- 3. Подобно акустическим волнам других типов, потоки энергии нормальных волн в анизотропных средах в общем случае не совпадают с волновой нормалью. Дополнительной особенностью этого свойства для нормальных волн является зависимость угла отклонения потока энергии Ψn не только от направления распространения, но и от номера моды n.
- Зависимость угла Ψn от номера n позволяет пространственно разделить энергетические потоки мод разных номеров и детектировать их различными ВШП на одной поверхности.

3.3. Акустические свойства слоистой структуры пленка ZnO/пластина Si/свободная поверхность [A4].

Мотивировка. Акустические волны различных типов подробно изучены в средах без границ (- $\infty < H < +\infty$), телах, ограниченных одной плоскостью (- $\infty < H < 0$), слоистых структурах со слоем толщиной h на полупространстве (h $<< \lambda$, - $\infty < H < 0$) и в пластинах со свободными поверхностями (h = 0, H $\sim \lambda$) [13]. Спектр найденных колебаний включает в себя объемные (квазипродольную и квазипоперечные), поверхностные (Рэлея, Гуляева-Блюстейна, сдвигово-горизонтальные в периодических структурах, Сезава, Лява), псевдо-поверхностные («быстрые» и «медленные»), пограничные (Стоунли), нормальные (Лэмба, сдвигово-горизонтальные, Анисимкина И.В.) и другие типы волн. Однако, акустические свойства пластин, одна из поверхностей которых покрыта слоем другого материала (h $<< \lambda$, H $\sim \lambda$), пока изучены лишь в одном случае – для симметричной S₀ и антисимметричной A₀ нулевых мод в структуре пленка Al/пластина AlN [129]. В то же время ожидается, что такая структура обеспечит новые, более привлекательные акустические характеристики.

Цель настоящего параграфа – исследовать акустические свойства нормальных волн в такой структуре на примере пластины Si и пленок «медленного» ZnO и «быстрого» AlN.

Методика. Использовались пластины Si базового среза (001), <100> (углы Эйлера 0° , 0° , 0° , 0°) толщиной H/ λ от 0 до 2 и пленки ZnO (AlN), ось C₆ которых направлена по нормали к поверхности (углы Эйлера 0° , 0° , 0°), толщиной h/ λ = 0.02 - 0.04. По методике Главы 2 для мод от нулевого до девятого порядка п рассчитывались зависимости v_n(H/ λ), u₁(x₃/ λ), u₂(x₃/ λ), u₃(x₃/ λ) и коэффициенты K_n²(H/ λ) для 4-х конфигураций ВШП, показанных на рис.3.13. Шаг по толщине пластины и пленок при расчетах составлял 0.01 λ .

Значения v_n и K^2_n нормальных волн сравнивались с аналогичными значениями ПАВ $v_{\Pi AB}$ и $K^2_{\Pi AB}$, рассчитанными для аналогичной структуры с полубесконечным Si. Кроме того, величины K^2_n нормальных волн сопоставлялась с $K^2_{\Pi AB}$ в монокристаллах ZnO и AlN, а величина v_n – со скоростями v_L , v_{SV} и v_{SH} объемных волн в кремнии.



РИС.3.13. Конфигурации ВШП, используемых при расчете коэффициента электромеханической связи K_n^2 нормальных акустических волн в структуре пленка/пластина.

Экспериментальные исследования проводились на структуре, образованной пластиной кремния толщиной H = 360 мкм и пленкой ZnO толщиной h = 6 мкм. Входной и выходной ВШП изготавливались поверх ZnO и содержали 20 пар алюминиевых электродов с периодичностью $\lambda = 200$ мкм, что соответствовало значениям h/ $\lambda = 0.03$ и H/ $\lambda = 1.8$, входящим в число используемых в расчетах. На противоположной поверхности кремния приклеивалась кювета для жидкости, размеры которой превосходили ширину и длину акустического пучка, что исключало влияние ее стенок на результаты измерений. Расстояние между ВШП составляло 11.2 мм, путь распространения – 15.2 мм.

Измерения v_n, K²_n и поглощения нормальных волн разных номеров под действием жидкостей (вода, глицерин) проводились по методике Главы 2.

Полученные результаты. На рис.3.14 представлены дисперсионные кривые $v_n(H/\lambda)$ нормальных мод девяти первых номеров, на которых моды n = 0, 2, 4, 5, 7, 8 пьезоэлектрически активны и обозначены сплошными линиями ($K^2_n \neq 0$), а моды n = 1, 3, 6 - непьезоактивны ($K^2_n = 0$) и обозначены пунктиром. Большинство мод (n = 0, 1, 4, 6, 7) обладают сравнимыми парциальными смещениями u_1 и u_3 при любых толщинах пластины H/λ и, следовательно, относятся к семейству волн Лэмба (смещение $u_2 = 0$ для всех мод и толщин). Другие моды (n = 2, 5, 8), являясь в основном лэмбовскими, при определенных H/λ трансформируются в моды AN или QL типа ($u_1 >> u_3$). Это происходит при тех же условиях, что и в монолитных пластинах из монокристаллических материалов (параграф 3.2).

При H/ $\lambda \Rightarrow \infty$, когда роль пленки снижается, мода нулевого порядка n = 0 стремится к ПАВ Рэлея в полубесконечном кремнии, а при H/ $\lambda \Rightarrow 0$, когда роль пленки увеличивается, а пластины уменьшается, скорости всех мод снижаются (не показано) из-за замедляющего влияния «медленной» пленки ZnO. Наконец, при H/ $\lambda \Rightarrow 0$, когда слоистая структура ZnO/Si трансформируется в пластину ZnO толщиной h/ $\lambda = 0.03$, волна Лэмба 2-го порядка трансформируется в моду AN.

Далее, для мод n = 1, 3, 6 коэффициенты K_n^2 равны нулю независимо для всех толщин пластины H/ λ , толщин пленки h/ λ и конфигураций электродов (рис.1.13). С другой стороны, для мод n = 0, 2, 4, 5, 7, 8 коэффициенты K_n^2 , напротив, зависят от H/ λ , h/ λ и конфигурации электродов, достигая своего наибольшего значения для тех, что содержат сплошные металлические электроды (рис.3.13, в, г). На рис.3.15 в качестве примера это демонстрируется для моды n = 8 при h/ λ = 0.03.



РИС 3.14. Дисперсия скорости нормальных волн в структуре пленка ZnO/пластина Si. Толщина пленки $h/\lambda = 0.03$. Сплошные линии – пьезоэлектрически активные моды. Пунктир – непьезоактивные моды. v_L , v_{SH} и v_{SV} – скорости объемных волн в Si. $v_{\Pi AB}(ZnO/Si)$ - скорость ПАВ Рэлея в структуре пленка ZnO/полубесконечный Si.



РИС. 3.15. Дисперсия коэффициента электромеханической связи моды n = 8 в структуре пленка ZnO/пластина Si для различных конфигураций электродов (рис.3.13). Толщина пленки $h/\lambda = 0.03$.

Следуя лучшей конфигурации ВШП (рис.3.13, г), на рис.3.16 показана дисперсия коэффициента $K^2_n(H/\lambda)$ нормальных мод разных номеров. Наибольшую величину $K^2_n \approx 8.8$ % имеет мода n = 2 при $H/\lambda \Rightarrow 0$, когда она постепенно трансформируется в моду ANтипа. Другие варианты большого K^2_n приведены в Таблице 3.6. Для мод n = 0, 4, 7 высокий K^2_n соответствует волнам Лэмба, а для мод n = 5 и 8 – нормальным модам QLтипа. При этом для n = 0, 2, 4 коэффициент K^2_n превышает значение $K^2_{\Pi AB}$ в монокристалле ZnO, а поскольку кремний не является пьезоэлектриком, то величина K^2_n растет с увеличением толщины именно пьезопленки ZnO (рис.3.17). Когда толщина кремния неограниченно возрастает ($H/\lambda \Rightarrow \infty$) и пластина трансформируется в полупространство, мода n = 0 постепенно преобразуется в ПАВ Рэлея с соответствующими значениями скорости и коэффициента электромеханической связи (рис.3.14 и 3.16). Когда же K^2_n какой-либо моды увеличивается, величины K^2_n других мод стремятся к нулю (рис.3.16), и моды не возбуждаются, что привлекательно для ряда применений, требующих одномодовый режим работы акустоэлектронного устройства.



РИС.3.16. Коэффициенты электромеханической связи нормальных волн в слоистой структуре пленка ZnO/пластина Si (конфигурация электродов рис.3.13, г). Толщина пленки $h/\lambda = 0.03$. $K^2_{\Pi AB}(ZnO/Si) - \Pi AB$ Рэлея в структуре пленка ZnO/полубесконечный Si. $K^2_{\Pi AB}(ZnO) - \Pi AB$ Рэлея в монокристалле ZnO.

ТАБЛИЦА 3.6. Максимальные коэффициенты электромеханической связи по рис.3.16.

n	K ² _n , %	H/λ	Тип моды
0	3.63	0.06	Лэмб
2	8.8	0	AN
4	1.47	0.56	Лэмб
5	0.89	0.9	QL
7	0.93	1.26	Лэмб
8	0.71	1.66	QL



РИС.3.17. Коэффициент электромеханической связи моды n = 8 в структуре пленка ZnO/пластина Si при различной толщине пленки (конфигурация электродов рис.3.13, г).

Теперь обратимся к слоистой структуре пленка AlN/пластина Si (рис.3.18, 3.19, таблица 3.7). Здесь также существуют группы пьезоактивных (n = 0, 2, 4, 5, 7) и непьезоактивных (1, 3, 6) нормальных волн; наибольшие и наименьшие значения K_n^2 снова соответствуют тем же конфигурациям преобразователей (рис.3.13 a, д); максимальный K_n^2 мод n = 0, 2, 4, 5 опять больше, чем у ПАВ Рэлея в монокристалле AlN и в слоистой структуре с полубесконечным кремнием; большинство мод (n = 0, 3, 5, 7) являются волнами Лэмба при всех толщинах кремния H/ λ , тогда как ряд других мод (n = 2, 4, 6) могут трансформироваться в моды AN и QL типа при тех же условиях, что в монокристалле (параграф 3.2).

С другой стороны, по сравнению со структурой пленка ZnO/пластина Si, большинство мод в аналогичной структуре с пленкой AlN обладают менее высокими K_{n}^{2} , и иная мода (n = 2, а не n = 0) стремится к ПАВ Рэлея при увеличении толщины пластины $H/\lambda \Rightarrow \infty$ (рис.3.18, рис.3.19).

Сравнение характеристик наиболее привлекательных нормальных мод проведено в Таблице 3.8. Она показывает совпадение рассчитанных и измеренных значений скоростей мод v_n в пределах ± 5%, корреляцию вносимых потерь ВП_n с коэффициентами K_n^2 и радиационных потерь - величинам u₃: для большинства мод чем больше K_n^2 , тем меньше ВП_n, чем меньше u₃ – тем меньше радиационные потери. Различие между расчетными и экспериментальными данными для v_n может быть объяснено несоответствием материальных констант текстурированных пленок ZnO и таковых для монокристалла (которые использовались в расчетах). Отсутствие корреляции между K_n^2 и ВП_n для некоторых мод может быть связано с рассогласованием импеданса ВШП для этих мод с 50-омным внешним трактом.



РИС.3.18. Дисперсия фазовой скорости нормальных волн в структуре пленка AlN/пластина Si. Толщина пленки - $h/\lambda = 0.03$. Сплошные линии – пьезоактивные моды. Пунктирные линии – непьезоактивные моды. v_L , v_{SH} и v_{SV} – скорости объемных волн в Si. $v_{\Pi AB}$ (AlN/Si) – скорость ПАВ Рэлея в структуре AlN/Si с полубесконечным Si.



РИС.3.19. Дисперсия коэффициента электромеханической связи нормальных волн в структуре пленка AlN/пластина Si (конфигурация электродов с рис.3.13, г). Толщина пленки - $h/\lambda = 0.03$. $K^2_{\Pi AB}(AlN/Si) - \Pi AB$ Рэлея в той же структуре с полубесконечным кремнием. $K^2_{\Pi AB}(AlN) - \Pi AB$ Рэлея в монокристалле AlN.

n	K ² _n , %	H/λ	Тип моды
0	1.15	0.08	Лэмб
2	3.35	0	AN
4	0.41	0.2	QL
5	0.62	0.56	Лэмб
7	0.18	0.3	Лэмб

ТАБЛИЦА 3.7. Максимальные коэффициенты электромеханической связи (рис.3.19).

ТАБЛИЦА 3.8. Сравнение расчетных и экспериментальных характеристик нормальных волн в структуре пленка ZnO/пластина Si.

$(h/\lambda = 0.03,$	$H/\lambda = 1.8$,	конфигурация	ВШП – рис.3.13, в)
----------------------	---------------------	--------------	--------------------

v _n , м/с (10 ³)	$v_{n, M/c}$ (10 ³)	K _n ² , %	BΠ _n , dB	U ₃ /U ₁ на пов-ти	Радиацион ные потери, дБ	Вязкоупруг ие потери, дБ
расчет	экспери- мент	расчет	экспери мент	Si расчет	экспери- мент	экспери- мент
4.614	4.7	0.67	29	0.8	0	0
6.841	7.3	0.106	38	14	> 20	-
7.659	8.1	0.55	26	1.5	14	7
8.312	8.8	0.49	28	1.0	19	7
11.038	3 10.1	0.12	37	0.9	11	-
12.568	3 11.5	0.11	35	0.73	11	-
14.162	2 13.1	0.09	41	0.85	7	2

Таким образом, в слоистых структурах на основе пьезопленок ZnO (AlN) и пластин Si наряду с традиционными волнами Лэмба могут существовать моды AN и QL типа. В этих структурах могут достигаться привлекательные для практики акустические характеристики (например, $v_n > 10\ 000\ m/c$, $K_n^2 > 1\ \%$; $v_n = 9021\ m/c + K_n^2 = 0.62\ \%$, AlN/Si; $v_n = 7979\ m/c + K_n^2 = 1.47\ \%$; $v_n = 7890\ m/c + K_n^2 = 0.71\ \%$, ZnO/Si), которые невозможны в структурах на основе тех же пленок и полубесконечных подложек кремния. Кроме того, характеристики мод в слоистых пластинах могут варьироваться путем изменения как толщин пленок, так и толщин пластины. Поэтому естественно предположить, что в трехслойных структурах пленка 1/пластина/ пленка 2 вариабельность этих характеристик, как и их предельные значения будут еще более улучшены. Изучению таких структур и посвящен следующий параграф диссертации.

Выводы параграфа.

- На примере пленок ZnO (AlN) и пластин Si предложены и исследованы новые звукопроводящие структуры класса - «медленная» пленка/ «быстрая» пластина и «быстрая» пленка/«медленная» пластина.
- 2. Показано, что наряду с традиционными волнами Лэмба в этих структурах возбуждаются моды AN и QL.
- Условия существования мод AN и QL в структурах пленка/пластина аналогичны таковым в однородных пластинах из монокристаллических материалов (v_n ≈ v_L, dv_n/d(H/λ) ≤ 100 м/с, u₁ << u₂, u₃).

По сравнению со слоистыми структурами пленка/полубесконечная подложка диапазон акустических характеристик нормальных волн, достижимых в структурах пленка/пластина, расширяется, а значения этих характеристик могут варьироваться путем независимого изменения как материалов, так и толщин пленки и пластины.

3.4. Акустические свойства слоистых структур пленка ZnO/пластина Si/ пленка ZnO [A5, A6].

Мотивация. Как показано в предыдущем параграфе, слоистые структуры в виде пленки одного материала на пластине другого позволяют, во-первых, расширить спектр достижимых акустических характеристик и, во-вторых, дают возможность изменять эти характеристики путем подбора материалов пленки и пластины, а также их толщин. Естественно было ожидать, что дальнейшее расширение достижимых характеристик произойдет в трехслойных структурах, когда пленки одинаковых или разных материалов одинаковой или разной толщины наносятся сразу на обе поверхности пластины. [130-131] Действительно, В работах было показано, что коэффициент электромеханической связи и температурный коэффициент задержки нулевой симметричной S_0 и нулевой антисимметричной A_0 мод в структуре пленка SiO₂/пластина AlN/пленка SiO₂ значительно улучшаются.

Цель настоящего параграфа - исследовать основные акустические характеристики трехслойных структур на основе тонких пластин.

Методика. Исследования проводились на примере мод QL-поляризации, пластин (001)<100>-Si и пленок ZnO с ориентацией оси C₆ по нормали к поверхности. С помощью методики Главы 2 рассчитывались фазовая скорость V, коэффициент электромеханической связи K² и амплитуды продольного U₁ и сдвигово-вертикального U₃ смещения этих мод. Компонента U₂ QL-мод в такой структуре равнялась нулю.

На начальном этапе исследовалась пластина со свободными поверхностями. Определялись ее толщины H/ λ , при которых обеспечивается существование QL-мод (V \approx VL = 8441 м/с, U1 >> U3, V/d(H/ λ) \leq 102) (параграф 3.2). Затем, одна из поверхностей пластины «покрывалась» пленкой ZnO, и расчеты повторялись для разных толщин пленок h/ λ и скорректированных толщин пластины H/ λ . Наконец, вторая поверхность пластины «покрывалась» второй пленкой ZnO, и расчеты повторялись опять, после чего двух- и трехслойные структуры сравнивались между собой.

Полученные результаты. На рис.3.20 показаны характеристики симметричных мод 2-го (S2), 3-го (S3) и 4-го (S4) порядков, которые удовлетворяют критериям существования QL-мод в пластинах кремния со свободными поверхностями (V \approx V_L = 8441 м/с, U₁ >> U₃, V/d(H/ λ) \leq 10²). Для таких пластин это происходит при H/ λ = 1.387, 2.080 и 2.774.

«Нанесение» на одну из поверхностей пластины кремния пленки ZnO увеличивается суммарная толщина структуры, среда распространения становится несимметричной относительно центральной плоскости и проявляется замедляющее действие ZnO как более «медленного» материала. В результате (рис.3.21-3.23):

- толщины пластин, обеспечивающие модам S₂, S₃, S₄ QL-поляризацию, меняются и становятся равными Η/λ = 1.34, 1.9 и 2.6, соответственно,

- из-за пьезоэлектрических свойств ZnO коэффициент электромеханической связи K² тех же мод уже не равен нулю (как в «непокрытой» пластине кремния) и составляет сотые доли процента,

- профили смещений U_1 и U_3 по глубине структуры теряют симметрию относительно плоскости, равноудаленной от свободных поверхностей слоистой структуры, в связи с чем моды S_2 , S_3 и S_4 больше не являются симметричными.



РИС.3.20. Дисперсионные кривые (a), нормальное смещение U₃ на поверхности пластины (a) и профили смещений U₁ и U₃ мод S₂, S₃, S₄ в пластине (001) $\langle 100 \rangle$ – Si со свободными поверхностями при H/ λ = 1.387 (б), 2.080 (в), 2.774 (г).



РИС.3.21. Мода S₂ в структуре пленка ZnO / пластина Si. (а) – дисперсионная кривая и смещение U₃ на поверхности Si при $H_{Si}/\lambda = 1.34$ (минимальное значение U₃ - при $h_{ZnO}/\lambda = 0.0036$ и V = 8454 м/с); (б) – коэффициент электромеханической связи K² для 4-х конфигураций ВШП; (в) – нормализованные профили упругих смещений при $H_{Si}/\lambda = 1.34$ и $h_{ZnO}/\lambda = 0.0036$.



РИС.3.22. Мода **S**₃ в структуре пленка ZnO / пластина Si. (а) – дисперсионная кривая и смещение значение U₃ на поверхности Si при $H_{Si}/\lambda = 1.9$ (минимальное значение U₃ - при $h_{ZnO}/\lambda = 0.012$ и V = 8517 м/с); (б) – коэффициент электромеханической связи K² для 4-х конфигураций ВШП; (в) – нормализованные профили упругих смещений в структуре при $H_{Si}/\lambda = 1.9$ и $h_{ZnO}/\lambda = 0.012$.



РИС.3.23. Мода S₄ в структуре пленка ZnO / пластина Si. (а) – дисперсионная кривая и смещение U₃ на поверхности Si при $H_{Si}/\lambda = 2.6$ (минимальное значение U₃ - при $h_{ZnO}/\lambda = 0.0173$ и V = 8476 м/с); (б) – коэффициент электромеханической связи K² для 4-х конфигураций ВШП; (с) – нормализованные профили упругих смещений в структуре при $H_{Si}/\lambda = 2.6$ и $h_{ZnO}/\lambda = 0.0173$.

Наконец, при «нанесении» второй пленки ZnO на вторую поверхности пластины кремния характеристики мод S₂, S₃, S₄ улучшаются: при V≈ V_L, Δ V/ Δ (H/ λ) \leq 10², когда эти моды трансформируются в QL, смещение U₃, резко уменьшается, а коэффициент K^2 сильно увеличивается, намного превышая свое значение в той же структуре без второй пленки (рис.3.24-3.26) (h_{ZnO}/ λ - толщина 1-й пленки ZnO, толщиной h'_{ZnO}/ λ - толщина 2-й пленки ZnO).

Анализ рис.3.24-3.26 показывает, что как и в структурах с одной пленкой ZnO профили всех мод не являются строго симметричными или антисимметричными относительно центральной плоскости, равноудаленной от обоих поверхностей структуры. Они приобретают симметрию лишь при равенстве толщин первой и второй пленок ZnO, что соответствует пересечению сплошных и пунктирных линий на рис.3.24 (a), 3.25 (a) и 3.26 (a).

При использовании трехслойных структур необходимо учитывать возможность интерференции соседних мод с близкими скоростями и частотами (параграф 3.1). Это, в частности, относится к симметричным и антисимметричным модам одинаковых номеров, дисперсионные кривые которых могут даже пересекаться. По этой причине наряду с симметричными модами S_2 , S_3 , S_4 нами были исследованы их антисимметричные соседи с упором на близость соответствующих частот f_S и f_A .

Результаты исследований для случая, когда моды S_2 , S_3 , S_4 имеют QLполяризацию, просуммированы в Таблице 3.9. Видно, что различие частот симметричных f_S и антисимметричных f_A мод для всех трех трехслойных структур составляет вполне приемлемую величину порядка 5 % (выделено жирным), которая обеспечивается ВШП уже с 20-ю парами электродов (параграф 3.1).



РИС.3.24. Мода S₂ в структуре пленка ZnO(h_{ZnO}) / пластина Si/ пленка ZnO (h'_{ZnO}). (a) – дисперсионная кривая и смещение U₃ на поверхности второй пленки ZnO (сплошная линия) и на поверхности первой пленки ZnO (пунктир) при $H_{Si}/\lambda = 1.34$ и $h_{ZnO}/\lambda = 0.03$. Минимальное U₃ на поверхности второй пленки ZnO - при $h'_{ZnO}/\lambda = 0.04$ и V = 7874 м/с; (б) – коэффициент электромеханической связи K² для 4-х конфигураций ВШП; (в) – нормализованные профили упругих смещений в структуре при $H_{Si}/\lambda = 1.34$, $h_{ZnO}/\lambda = 0.03$ и $h'_{ZnO}/\lambda = 0.04$.



РИС.3.25. Мода S₃ в структуре пленка ZnO(h_{ZnO})/пластина Si/ пленка ZnO (h'_{ZnO}). (а) – дисперсионная кривая и смещение U₃ на поверхности второй пленки ZnO (сплошная линия) и на поверхности первой пленки ZnO (пунктир) при H_{Si}/ λ = 1.9 и h_{ZnO}/ λ = 0.05. Минимальное U₃ на поверхности второй пленки ZnO - при h'_{ZnO}/ λ = 0.039 и V = 8034 м/с; (б) – коэффициент электромеханической связи K² для 4-х конфигураций ВШП; (в) – нормализованные профили упругих смещений в структуре при H_{Si}/ λ = 1.9, h_{ZnO}/ λ = 0.05 и h'_{ZnO}/ λ = 0.039.



РИС.3.26. Мода S₄ в структуре пленка ZnO(h_{ZnO})/пластина Si/ пленка ZnO (h'_{ZnO}). (a) – дисперсионная кривая и смещение U₃ на поверхности второй пленки ZnO (сплошная линия) и на поверхности первой пленки ZnO (пунктир) при $H_{Si}/\lambda = 2.6$ и $h_{ZnO}/\lambda = 0.06$. Минимальное U₃ на поверхности второй пленки ZnO - при h'_{ZnO}/ $\lambda = 0.038$ и V = 8078 м/с; (б) – коэффициент электромеханической связи K² для 4-х конфигураций ВШП; (в) – нормализованные профили упругих смещений в структуре при $H_{Si}/\lambda = 2.6$, $h_{ZnO}/\lambda = 0.06$ и h'_{ZnO}/ $\lambda = 0.038$.

Структура	h/a	моло	Vs	K ²	моло	V_{A}	K^2	$(v_s - v_A)/v_s \equiv (f_s - f_A)/f_s$
	Π/Λ	мода	(м/с)	(%)	мода	(м/с)	(%)	(%)
Si	1.387	S_2	8441	0	A ₂	8126	0	3.7
ZnO/Si	0.0036/1.34	S_2	8454	0.14	A_2	8232	0.04	2
ZnO/Si/ZnO	0.03/1.34/0.04	S_2	7814	0.65	A_2	7516	0.29	4.5
Si	2.080	S_3	8441	0	A ₃	8165	0	3.2
ZnO/Si	0.012/1.9	S_3	8517	0.011	A_3	8373	0.2	1.7
ZnO/Si/ZnO	0.05/1.9/0.039	S_3	8034	0.23	A ₃	7624	0.83	5
Si	2.774	S_4	8441	0	A_4	8196	0	2.9
ZnO/Si	0.0173/2.6	S_4	8476	0.016	A_4	8277	0.31	2.3
ZnO/Si/ZnO	0.06/2.6/0.038	S_4	8078	0.12	A_4	7657	0.47	5.2

ТАБЛИЦА 3.9. Моды S₂, S₃, S₄ с QL-поляризацией и их антисимметричные соседи A₂, A₃, A₄ в пластине Si без пленок, с одной пленкой ZnO/Si и двумя пленками ZnO/Si/ZnO.

Основные численные результаты данного параграфа подвергались экспериментальной проверке. Двухслойные ZnO/Si и трехслойные ZnO(1)/Si/ZnO(2) структуры изготавливались на пластинах Si толщиной 380 мкм с удельным сопротивлением 4.5 Ω ·см, Текстурированные пленки ZnO с нормальной текстурой и диаметром кристаллитов 0.3 мкм наносились на пластины кремния методом триодного распыления на постоянном токе со скоростью 1.25 мкм/час. Поверх второй пленки ZnO изготавливались входной и выходной ВШП с 20-ю парами алюминиевых электродов и периодом $\lambda = 146$, 200 и 284 мкм. Расстояние между преобразователями составляло 56 λ , а полосы пропускания - 5 %, что обеспечивало частотное разделение соседних симметричные и антисимметричные мод, выделенных жирным в Таблицы 3.9.

Экспериментальные результаты, полученные по методике, описанной в Главе 2, представлены на рис.3.27-3.29. Из них видно, что в соответствии с предсказанным теоретически малым вертикальным смещением U₃ на поверхности структуры моды S₂, S₃ и S₄ с QL-поляризацией испытывают намного меньшее поглощение под действием водной нагрузки (0.2 – 1 дБ), чем остальные моды (15 – 20 дБ), которые имеют большое смещение U₃. Также в соответствии с расчетами (Таблица 3.9) мода S₃, имеющая в трехслойной структуре ZnO(0.05)/ Si(1.9)/ZnO(0.039) более высокий, чем в двухслойной структуре в структуре ZnO(0.012)/ Si(1.9), коэффициент электромеханической связи (K² = 0.23 % против 0.011 %), обладает и меньшими вносимыми потерями S₂₁ (32 дБ против 38 дБ).

Наконец, из рис.3.27-3.29 видно, что как и для пластин из кристаллических материалов класс акустических волн, пригодных для детектирования жидкостей в двух- и трехслойных структурах, не ограничивается акустическими волнам SH-поляризации (как считалось ранее), а может быть существенно расширен за счет более распространенных волн Лэмба и мод квазипродольной поляризации QL. Этот результат будет использован в Главе 4 при разработке экспериментальных методик и устройств, предназначенных для акустического анализа жидких сред.



РИС.3.27. Амплитудно-частотные характеристики S₂₁ мод в структуре ZnO/Si/ZnO с $h_{ZnO}/\lambda = 0.03$, $H_{Si}/\lambda = 1.34$, $h'_{ZnO}/\lambda = 0.04$ и $\lambda = 284$ мкм. Сплошная линия – без жидкости, пунктир – с дистиллированной водой на пути распространения.



РИС.3.28. Амплитудно-частотные характеристики S₂₁ мод в структуре ZnO/Si/ZnO с $h_{ZnO}/\lambda = 0.05$, $H_{Si}/\lambda = 1.9$, $h'_{ZnO}/\lambda = 0.039$ и $\lambda = 200$ мкм. Сплошная линия – без жидкости, пунктир – с дистиллированной водой на пути распространения.



РИС.3.29. Амплитудно-частотные характеристики S₂₁ мод в структуре ZnO/Si/ZnO с $h_{ZnO}/\lambda = 0.06$, $H_{Si}/\lambda = 2.6$, $h'_{ZnO}/\lambda = 0.038$ и $\lambda = 146$ мкм. Сплошная линия – без жидкости, пунктир – с дистиллированной водой на пути распространения.

Выводы параграфа.

- Двух- и трехслойные структуры с одной и двумя пленками на противоположных поверхностях пластины позволяют варьировать характеристики нормальных акустических волн путем независимого изменения толщин пленок и толщины пластины.
- Моды, распространяющиеся в структурах с одной пленкой и с двумя пленками разной толщины, не являются симметричными или антисимметричными. Их профили по глубине структуры приобретают симметрию (антисимметрию) относительно средней плоскости только при равенстве толщин обоих пленок.
- Моды S₂, S₃ и S₄ с QL-поляризацией обладают в трехслойных структурах пленка ZnO/пластина Si/пленка ZnO на порядок большим коэффициентом электромеханической связи, чем в двухслойных структурах пленка ZnO/пластина Si/свободная поверхность.
- 4. Класс акустических волн, пригодных для детектирования жидкостей, не ограничивается акустическими волнам SH-поляризации, а может быть существенно расширен за счет более распространенных обобщенных волн Лэмба и мод квазипродольной поляризации QL, распространяющихся в слоистых пластинах.

3.5. Структура волн в пьезоэлектрических пластинах со свободными и металлизированными поверхностями [А7].

Мотивация. Нанесение металлических покрытий на пути распространения акустических волн поверхностного типа обращает в ноль электрические поля на поверхности пьезоэлектрических кристаллов, снижает скорость распространения и уменьшает глубину локализации этих волн [15]. Процедура металлизации успешно применяется для подстройки частоты, снижения потерь, повышения добротности и усиления или уменьшения чувствительности акустоэлектронных устройств к поверхностным нагрузкам [133]. Вопрос о влиянии металлических покрытий на характеристики нормальных акустических мод в пьезоэлектрических пластинах к началу диссертационной работы был не изучен.

Цель настоящего параграфа - теоретическое и экспериментальное исследование влияния одно- и двусторонней металлизации пьезоэлектрических пластин на структуру упругих смещений нормальных акустических волн.

Методика. Исследования проводились на примере мод QL-типа, распространяющихся перпендикулярно оси X в пластинах 128° Y,X+90°-LiNbO₃ толщиной H = 500 мкм. Величина H, нормированная на длину волны λ , выбирались равной единице (H/ λ = 1). Это позволяло возбудить в пластине семейство нескольких нормальных волн и проследить их изменения при металлизации пластины и величины коэффициента электромеханической связи.

Численные расчеты и экспериментальные измерения проводились по методикам, описанным в Главе 2. Вначале, для 3-х мод QL-типа при H/ λ = 1 определялись значения скорости V_n в пластине со свободными (о-о), одной металлизированной (о-m) и двумя металлизированными (m-m) поверхностями. Затем, для тех же пластин рассчитывались профили продольного U₁(x₃/ λ) и вертикального U₁(x₃/ λ) смещений мод по глубине x₃/ λ (смещение U₂ равнялось нулю для всех мод и глубин). Наконец, для тех же мод определялись коэффициенты электромеханической связи (K²_n)m⁰ = 2(Δ V_n/V_n)m⁰ и (K²_n)m^m = 2(Δ V_n/V_n)m^m, соответствующие металлизации одной (m-o) и двух (m-m) поверхностей пластины. Здесь V_n – исходное значение скорости моды в пластине со свободными границами, а Δ V_n – изменение этой скорости при соответствующей (одно- или двусторонней) металлизации.

Экспериментальное возбуждение и прием QL-мод осуществлялся периодическими ВШП с 20-ю парами электродов и периодом λ = 500 мкм. Для каждой моды измерялись вносимые потери ВП в 3-х конфигурациях среды распространения: а) пластина со свободными поверхностями, б) та же пластина с одной металлизированной поверхностью и в) пластина, на металлизированную поверхность которой нанесен слой вязкоупругого глицерина. Сравнение ВП для этих 3-х случаев позволяло оценить величину продольного смещения U₁ каждой моды на поверхностях разного типа: чем больше ВП, тем больше U₁ на поверхности, подвергаемой вязкоупругой нагрузке [7, 128]. Измерения ВП_n проводись на центральной частоте каждой моды $f_n = V_n/\lambda$ с учетом того, что скорости мод V_n и, следовательно, их центральные частоты f_n при металлизации пластины уменьшаются.

Полученные результаты представлены на рис.3.30 - 3.34 и в Табл.3.10 и 3.11. Рис.3.30 показывает АЧХ трех QL-мод для случая, когда нижняя поверхность металлизирована и покрыта глицерином. В соответствии с определением мод этого типа, измеренные скорости мод (V_n = 6700, 7400, 7900 м/с) близки к скорости продольной объемной волны в том же направлении (V_L = 7338 м/с).

Профили продольного U₁ и вертикального U₃ смещений тех же мод в пластинах с разными электрическими условиями на границах показаны на рис.3.31 - 3.33. Для пластины, обе поверхности которой свободны (рис.3.31a, 3.32, 3.33a) или обе металлизированы (рис.3.31в, 3.32, 3.33в), среда распространения симметрична относительно средней плоскости $x_3/\lambda = 0.5$, и поэтому смещения U₁ и U₃ также симметричны относительно этой плоскости. Для пластины же, у которой металлизирована только одна (например, нижняя) поверхность (рис.3.31б, 3.336), симметрия среды нарушается, и смещения U₁, U₃ теряют симметрию, причем они либо «подтягиванию» (рис.3.31б), либо «отталкиванию» (рис.3.33б) от металлизированной поверхности x₃/λ= 1. Эффект «отталкивания» пластинчатой моды уникален и, по-видимому, присущ только нормальным модам, т.к. ранее, например, для волн поверхностного типа он не наблюдался [7, 128]. Наконец, непьезоактивная мода, коэффициенты электромеханической связи которой (K²)_м° и (К²), ^о равны нулю, вообще не чувствительна к металлизации: ее профили одинаковы для пластин как со свободными, так и с металлизированными поверхностями (рис.3.32). Этот ожидаемый результат, а также симметрия профилей по толщине, полученная в пластинах с двумя свободными и двумя металлизированными поверхностями, подтверждает правильность расчетов, проведенных в данной работе.

Правильность расчетов подтверждается и экспериментами с односторонней металлизаций пластин, для которых рис.3.30б и 3.326 предсказывают, соответственно, увеличение и уменьшение смещений U₁ у металлизированной поверхности. В Таблицах 3.10 (образец № 1) и 3.11 (образец № 2) дано сравнение измеренных изменений вносимых потерь ВП_n одинаковых мод при действии вязкоупругой нагрузки (глицерин) на пластину с односторонней металлизацией и без нее: чем больше Δ ВП_n, тем больше амплитуда смещения U₁ на поверхности пластины, подвергнутой

вязкоупругой нагрузке. Видно, что в соответствии расчетами (рис.3.31,6, 3.33,6) в эксперименте наблюдалось, что на металлизированной поверхности пластины с односторонней металлизацией мода 1 испытывает более сильное, мода 3 - менее сильное и мода 2 – нулевое изменение $B\Pi_n$ при нанесении глицерина на свободную и металлизированную поверхности пластины (например, в образце № 1 величины $\Delta B\Pi_n$ на свободной и металлизированной поверхности пластины (например, в образце № 1 величины $\Delta B\Pi_n$ на свободной и металлизированной поверхностях составляют, соответственно, у моды 1 - 3,2 дБ и 7.4 дБ («подтягивание»), у моды 3 - 19.5 дБ и 17,3 дБ («отталкивание») и у моды 2 - 13,8 дБ и 14,1 дБ (нет изменений). Это подтверждает, что при металлизации поверхности пьезоэлектрической пластины амплитуда поверхностного смещения U₁ у моды 1 возрастает, у моды 3 уменьшается и у моды 2 не меняется по сравнению со значением на свободной поверхности. Это также означает, что односторонняя металлизация пьезоэлектрических пластин позволяет управлять чувствительностью мод к поверхностным нагрузкам, таким, например, как адсорбция газов или жидкостей.



РИС.3.30. Частотная зависимость вносимых потерь S_{12} для 3-х соседних мод QL-типа в пластине 128° Y,X+90°-LiNbO₃ толщиной H = 500 мкм при длине волны λ = 500 (H/ λ = 1). Нижняя поверхность пластины металлизирована и покрыта глицерином.



РИС.3.31. Профили упругих смещений моды 1 (рис.3.29) по глубине пластины 128° Y,X+90°-LiNbO₃ с нормированной толщиной H/ λ = 1.

Сплошная линия – продольное смещение U₁, пунктир – вертикальное смещение U₃, оба нормированные на значение продольного смещения U₁^{пов} на поверхности пластины. (а) – пластина со свободными поверхностями $x_3/\lambda = 0$ и $x_3/\lambda = 1$ (V_n=7137.3 м/с);

- (б) пластина, поверхность x₃/ λ = 0 которой свободна, поверхность x₃/ λ = 1 металлизирована (V_n= 6792.4 м/с, (K²)_м° = 9.7 %);
- (в) пластина с 2-мя металлизированными поверхностями (V_n= 6560.2 м/с, (К²)_м^м = 16.2 %).



Рис.3.32. Профили упругих смещений моды 2 (рис.3.29) по глубине пластины 128° Y,X+90°-LiNbO₃ со свободными, одной и двумя металлизированными поверхностями. Нормированная толщина пластины $H/\lambda = 1$, Vn= 6886 м/с, $(K2)_{0}^{M} = (K2)_{M}^{M} = 0$ %. Сплошная линия – продольное смещение U₁, пунктир – вертикальное смещение U₃, оба нормированные на значение продольного смещения U₁пов на поверхности пластины.



РИС.3.33. Профили упругих смещений моды 3 (рис.3.29) по глубине пластины 128° Y,X+90°-LiNbO₃ с нормированной толщиной $H/\lambda = 1$.

Сплошная линия – продольное смещение U_1 , пунктир – вертикальное смещение U_3 , оба нормированные на значение продольного смещения $U_1^{\text{пов}}$ на поверхности пластины.

- (a) пластина со свободными поверхностями $x_3/\lambda = 0$ и $x_3/\lambda = 1$ (V_n = 7569.2 м/с);
- (б) пластина, поверхность $x_3/\lambda = 0$ которой свободна, поверхность $x_3/\lambda = 1$ металлизирована ($V_n = 7496.5$ м/с, (K^2)_м° = 1.9 %);
- (в) пластина с 2-мя металлизированными поверхностями ($V_n = 7280.5 \text{ м/с}$, (K^2)_м = 7.6 %).

ТАБЛИЦА 3.10. Изменение вносимых потерь ВП_n 3-х QL мод (рис.3.29) при нанесении глицерина на свободную и металлизированную поверхность образца № 1.

Пластина - 128° Y,X+90°-LiNbO₃, $H/\lambda = 1$. f, V₃, V_T, $(K^2)_m^{o}$, $(K^2)_m^{m}$ – частоты, скорости и коэффициенты электромеханической связи мод, соответственно. T – расчет, Э – эксперимент.

параметр	Пластина с двумя свободными	Пластина с одной свободной, другой металлизированной
	поверхностями	поверхностью
$\Delta B\Pi_1$	3.2 дБ (U ₁ = 1, U ₃ = 0.72)	7.4 дБ (U ₁ = 3.4, U ₃ =1.4)
f_1	15.5 МГц	14.8 МГц
V ₂	7750 м/с	7400 м/с
Ŭ,	7137 м/с	6793 м/с
$(K^2)_m^0$		9.7 %
$(K^2)_m^m$		16.2 %
$\Delta B\Pi_2$	13.8 дБ ± 0.5 дБ	14.1 дБ ± 0.5 дБ
f_2	13.5 МГц	12.9 МГц; $V_{2} =; V_{T} =$
V ₂	6750 м/с	6450 м/с
V _T	6886 м/с	6886 м/с
$(K^2)_m^0$		0 %
$(K^2)_{m}^{0}$		0 %
$\Delta B\Pi_3$	19.5 дБ (U ₁ = 1, U ₃ = 0.42)	17.3 дБ (U ₁ = 0.74, U ₃ = 0.31)
f ₃	16 МГц	15.8 МГц
V _a	8000 м/с	7900 м/с
V _T	7569 м/с	7496 м/с
$(K^2)_m^0$		1.9 %
$(K^2)_m^0$		7.6 %

ТАБЛИЦАЗ.11. Изменение вносимых потерь ВП_n 3-х QL мод (рис.3.29) при нанесении глицерина на свободную и металлизированную поверхность образца № 2. Пластина - 128° Y,X+90°-LiNbO₃, $H/\lambda = 1$. f, V₂, V_T, $(K^2)_m^o$, $(K^2)_m^m$ – частоты, скорости и

Пластина - 128° Y,X+90°-LiNbO₃, $H/\lambda = 1$. f, V_9 , V_T , $(K^2)_m^o$, $(K^2)_m^m$ – частоты, скорости и коэффициенты электромеханической связи мод, соответственно. T – расчет, Э – эксперимент.

параметр	Пластина с двумя свободными	Пластина с одной свободной, другой металлизированной
	поверхностями	поверхностью
$\Delta B\Pi_1$	3 дБ (U ₁ = 1, U ₃ = 0.72)	7.3 дБ (U ₁ = 3.4, U ₃ = 1.4)
\mathbf{f}_1	15.5 МГц	14.7 МГц
V ₃	7750 м/с	7400 м/с
V _T	7137 м/с	6793 м/с
$(K^2)_m^0$		9.7 %
$(\mathbf{K}^2)_{\mathbf{m}}^{\mathbf{m}}$		16.2 %
$\Delta B\Pi_2$	16.7 дБ± 0.5 дБ	14.6 дБ ± 0.5 дБ
f_2	13.5 МГц	13.4 МГц
V ₃	6750 м/с	6700 м/с
V _T	6886 м/с	6886 м/с
$(K^2)_m^0$		0 %
$(K^2)_m^0$		0 %
$\Delta B\Pi_3$	25 дБ	21.4 дБ
f_3	16 МГц	15.8 МГц
V ₃	8000 м/с	7900 м/с
V _T	7569 м/с	7496 м/с
$(K^2)_m^0$		1.9 %
$(K^2)_m^m$		7.6 %

Важно отметить, что, как видно из Таблиц 3.10 и 3.11, коэффициент электромеханической связи моды 1 достигает аномально большого значения 16.2 %, которое на порядок превышает величину этого коэффициента для ПАВ в том же пьезоэлектрическом кристалле ($K^2 = 1.5$ % [15]). Также примечательно, что изменение скорости нормальных волн при двусторонней металлизации не равны удвоенному изменению скорости при односторонней металлизации, в результате чего (K^2)_m^m $\neq 2$ (K^2)_m^o.

Выводы параграфа.

- Структура пьезоактивных нормальных акустических волн, распространяющихся в пластинах из пьезоэлектрических монокристаллов, может эффективно меняться при металлизации одной и/или двух поверхностей пластины.
- Изменения структуры этих волн зависят от коэффициента электромеханической связи моды K² и могут выражаться как в увеличении, так и в уменьшении амплитуды смещений у металлизированной поверхности. При K² = 0 изменений структуры не происходит.
- 3. Увеличение/уменьшение амплитуды нормальных волн у металлизированной поверхности позволяет, с одной стороны, управлять чувствительностью мод к поверхностной нагрузке, а с другой - указывает на различие в реакции нормальных мод на вязкость жидкости для свободной и металлизированной поверхностей, что в отличие от ПАВ не позволяет компенсировать влияние вязкости путем простого вычитания акустических сигналов, измеренных для свободного и металлизированного каналов.
- 4. Возможность «отталкивания» некоторых нормальных волн от металлизированной поверхности уникальна и, по-видимому, присуща только волнам этого типа.
- Коэффициент электромеханической связи нормальных волн при двусторонней металлизации пьезоэлектрической пластины не равен удвоенному изменению того же коэффициента при односторонней металлизации (K^{2m}_m ≠ 2 K^{2m}_o).

Глава 4. Сенсорные свойства нормальных акустических волн.

4.1. Чувствительность волн к температуре [А8].

Мотивация. Величина, знак и температурная зависимость температурного коэффициента задержки (ТКЗ) важны практически для всех акустоэлектронных устройств. В одних (фильтрах, резонаторах, линиях задержки) стремятся к минимизации этого коэффициента, в других (температурных и термокондуктометрических сенсорах) – к его увеличению.

К началу данной диссертационной работы температурные свойства акустических волн подробно изучались лишь для волн поверхностного и объемного типов [121, 134-136]. Для нормальных акустических волн в пластинах они ограничивались отдельными примерами [130,137-138], хотя именно эти волны начинают в последнее время активно использоваться для создания микроволновых фильтров, резонаторов и датчиков [129,139-141]. Поскольку некоторые нормальные волны обладают аномально высокими скоростями [142], коэффициентами электромеханической связи [142-143] и нулевым отклонением потока энергии [142] можно было предположить, что и их температурные характеристики буду уникальными.

Цель настоящего параграфа – исследовать наиболее характерные температурные характеристики нормальных волн и сравнить их с аналогичными характеристиками для ПАВ и ОАВ.

Методика. В качестве примера были выбраны волны SH-поляризации в пластинах кварца с углами Эйлера (0°, 132.75°, 90°). Расчет проводился в диапазоне температур - 40 \div +80°C по методике, описанной в параграфе 2.1 с использованием температурных коэффициентов упругих модулей, плотности и коэффициента расширения до 3-го порядка величины по температуре [144]. Например, C₁₁(Δ t) = 0.8674·10¹¹·[1 - 46.3 Δ t - 95 Δ t² - 52 Δ t³], $\rho(\Delta$ t) = 2.65· 10³·[1 - 34.73 Δ t - 15.9 Δ t² - 5.3 Δ t³], где температура Δ t отсчитывается от комнатной (20°C). Температурными зависимостями пьезоэлектрических и диэлектрических постоянных пренебрегалось ввиду их малости в кварце [135].

Для ПАВ величина температурного коэффициента определялась обычным образом [121]: ТКЗ = $(1/\tau)(d\tau/dt) = \alpha_{\parallel} - (1/\nu)(d\nu/dt)$, где τ - время задержки, ν – скорость волны, t – температура подложки и α_{\parallel} - коэффициент расширения подложки в направлении распространения волны (в нашем случае перпендикулярно оси Х). В отличие от этого для нормальных волн, обладающих дисперсией, требовался дополнительный учет изменений скорости волн из-за температурных изменений толщины пластины H и длины волны λ

вследствие дисперсии. Аппроксимируя дисперсионную зависимость нормальных волн вблизи нормированной толщины пластины H/λ линейной функции вида $v = v(H/\lambda) + dv/d(H/\lambda) \times (H/\lambda)$, путем простого дифференцирования получаем выражение для относительного изменения времени задержки для нормальных волн:

$$TK3 = \frac{1}{\Delta t} \frac{\Delta \tau}{\tau} = \left[\alpha_{\rm II} - \frac{1}{v} \frac{dv}{dt} \right] + \frac{1}{v} \frac{dv}{d(H/\lambda)} \times \left(\frac{H}{\lambda} \right) \times \left[\alpha_{\rm II} - \alpha_{\perp} \right]$$
(4.1)

Здесь 1-й член совпадает с таковым для ПАВ, а 2-й является новым, описывающим специфику нормальных волн, связанную с дисперсией. Этот член зависит от наклона дисперсионной кривой $dv/d(H/\lambda)$ при выбранной толщине пластины H/λ и от коэффициентов расширения кристалла как вдоль направления распространения α_{\parallel} , так и по толщине пластины α_{\perp} . Как и при определении температурных зависимостей материальных констант, Δt – изменение температуры относительно комнатной ($\Delta t = 0$ при $t = 20^{\circ}$ C).

Величины α_{\parallel} и α_{\perp} требовали отдельного расчета. Они определялись до 3-го порядка величины по температуре Δt с использованием а) коэффициентов расширения кварца α_{11} , α_{22} , α_{33} по главным кристаллографическим осям X, Y, Z [145], б) 3D-формы эллипсоида коэффициента расширения кварца [146] и в) конкретной ориентации пластины относительного этого эллипсоида. Для углов Эйлера (0°, 132.75°, 90°), используемых в работе, эти коэффициенты равны:

$$\alpha_{\rm II}^2 = \frac{(\alpha_{11} \times \alpha_{33})^2}{0.54\alpha_{\rm II}^2 + 0.46\alpha_{33}^2} \qquad ; \qquad \alpha_{\perp}^2 = \frac{(\alpha_{11} \times \alpha_{33})^2}{0.46\alpha_{11}^2 + 0.54\alpha_{33}^2} \qquad (4.2)$$

Для проверки расчетов они проводились вначале для ПАВ в 3-х «толстых» образцах кварца с ориентацией (0°, 132.75°, 0°) (ST,X-срез), (0°, 130°, 0°), (0°, 127°, 0°), для чего использовались те же материальные постоянные и их температурные зависимости. После этого переходили к расчетам для нормальных волн в «тонких» пластинах 3-х разных толщин $H/\lambda = 0.6$, 1.0 и 1.2755 с использованием тех же постоянных и зависимостей. Результаты расчетов сравнивались с экспериментом, который проводился по методике, описанной в параграфе 2.2.

Полученные результаты представлены на рис.4.1-4.5. Рис.4.1 демонстрирует хорошее согласие теоретических и экспериментальных данных для всех образцов ПАВ, что подтверждает правильность теоретического и экспериментального подхода настоящей работы. Расчеты характеристик ПАВ также согласуются с данными работы [144], в которой использовались те же материальные постоянные, что и нами.



РИС.4.1. Температурные характеристики ПАВ для трех образцов кварца. Кривые - расчет. Точки - эксперимент. Углы Эйлера: 1 - (0°, 132.75°, 0°) (ST,X-кварц), 2 - (0°, 130°, 0°), 3 - (0°, 127°, 0°).



РИС.4.2. Дисперсионные кривые SH-мод в пластинах кварца с углами Эйлера 0°, 132.75°, 90° (ST,X+90о-срез). Данные ограничены пьезоактивными модам ($K^2 \neq 0$).



РИС.4.3. Влияние дисперсии на температурные характеристики нормальные волн SH в пластинах ST,X+90°-кварца (тонкие и пунктирные линии). Толстая кривая - аналогичные характеристики ПАВ в термостабильном ST,X-кварце.

Переходя к нормальным волнам, видим (рис.4.2), что, как обычно, их дисперсия увеличивается с уменьшением толщины пластины: например, наклон дисперсионной кривой 7-й моды при $H/\lambda = 0.6$ составляет $(1/v_n)dv_n/d(H/\lambda) = -1.62$, а при $H/\lambda = 1.2755$ он равен всего - 0.64. При этом чем сильнее наклон, тем больше величина 2-го члена в уравнении (4.1) и выше влияние дисперсии на температурные характеристики нормальных волн. В нашем случае (кварцевые пластины ориентацией 0°, 132.75°, 90°) это влияние для большинства волн мало. Однако, оно становится существенным при ослаблении температурной чувствительности, когда 1-й член уравнения (4.1) становится сравнимым со 2-м. В этом случае дисперсия проявляет себя изменением вида температурной характеристики и сдвигом ее минимума (величина сдвига на рис.4.3 составляет порядка 10°С).

Температурные характеристики более чувствительных нормальных волн в тех же пластинах представлены на рис.4.4 и 4.5. Главным выводом, следующим из анализа представленных данных, является зависимость величины и знака температурных коэффициентов нормальных волн от номера моды n и нормированной толщины пластины H/λ . Например, при фиксированной толщине $H/\lambda = 0.6$ измеренная величина ТКЗ для нулевой моды n = 0 составляет -13 ppm/°C, а для моды n = 7 - +56 ppm/°C. С другой стороны, для фиксированной моды n = 3 расчетной значение ТКЗ при $H/\lambda = 0.6$ равно +15.5 ppm/°C, а при $H/\lambda = 1.0 -$ оно +1.5 ppm/°C – то есть в 10 раз меньше.

Также видно, что ряд нормальных волн обладают низкими (подобно ПАВ в ST,Xкварце [121]), другие - высокими (подобно ПАВ в LiNbO₃ [121]) температурными коэффициентами, а величины этих коэффициентов отличаются от таковых для объемной волны той же поляризации в кварце. В этом, по-видимому, сказывается влияние ограничений тела пластины.

Наконец, сравнение расчетных и экспериментальных данных на рис.4.4 и 4.5 показывает их в целом хорошее соответствие: они дают близкие зависимости ТКЗ от n и H/λ ; показывают одинаковый знак температурных коэффициентов; демонстрируют изменение этого знака для одних и тех же мод и толщин. Однако для ряда мод расчетные и экспериментальные значения ТКЗ все же отличаются друг от друга, хотя величина этого отличия и не превышает обычную в подобных случаях [144,146].

Качественно, зависимость температурной чувствительности нормальных волн от номера моды *n*, можно объяснить различным изменением скоростей V_n(ρ ,C_{ij}) при одинаковом изменении каждой из материальных констант пластины, а зависимость этой

чувствительности от *H* и λ - разной дисперсией разных мод для каждой температуры [147].

Обычно различие между расчетными и экспериментальными значениями ТКЗ связывают с неточностью в определении материальных констант и их температурных зависимостей, измеренных в образцах с разной степенью совершенства. Но в нашем случае такое объяснение не является состоятельным из-за совпадения расчетных и экспериментальных значений ТКЗ для ПАВ в тех же образцах (рис.4.1). Поэтому причину различия следует искать в ином, что пока находится вне рамок настоящей работы.



РИС.4.4. Температурные характеристики нормальных волн SH в ST,X+90°-SiO₂ ($\Delta \phi/\phi o = \Delta \tau/\tau$). Нормированная толщина пластины H/ $\lambda = 0.6$. (a) – расчет, (б) – эксперимент (точки). Подгоночные кривые (сплошные линии) получены с помощью Original 8 Lab Program.


РИС.4.5. Температурные характеристики нормальных волн SH в ST,X+90°-SiO₂ ($\Delta \phi/\phi o = \Delta \tau/\tau$). Нормированная толщина пластины H/ $\lambda = 1.0$.

(a) – расчет, (б) – эксперимент (точки) и подгоночные кривые (сплошные линии). Подгоночные кривые (сплошные линии) получены с помощью Original 8 Lab Program.

Выводы параграфа.

- В отличие от акустических волн поверхностного и объемного типов температурные коэффициенты нормальных акустических волн зависят не только от материальных констант и их температурных зависимостей, но также от номера моды *n*, толщины пластины *H*, длины акустической волны λ и коэффициента линейного расширения в направлении толщины пластины.
- 2. Зависимость температурных коэффициентов нормальных волн от расширения по толщине пластины является существенным только для волн с малыми значениями ТКЗ.
- 3. Зависимость температурных коэффициентов нормальных волн от *n*, *H* и λ позволяет увеличивать, уменьшать и даже обращать в ноль температурную чувствительность нормальных волн в используемом материале, без изменения его кристаллографической ориентации.

4.2. Температурные характеристики нормальных волн в наиболее распространенных пьезокристаллах [А9].

Мотивация. Обеспечение заданных значений ТКЗ достигается несколькими способами – специальным ориентированием подложек, применением стабилизирующих электронных схем подключения, нанесением термокомпенсирующих покрытий, склеиванием разно-чувствительных кристаллов и/или синтезом новых пьезоэлектрических материалов [145,148].

Альтернативный подход заключается в использовании, вместо традиционных поверхностных и объемных волн акустических колебаний иных типов, например, распространяющихся в пластинах.

Настоящий параграф посвящен исследованию температурных характеристик этих волн в наиболее распространенных промышленно выпускаемых пьезокристаллах YZ-, 128° Y,X- и 64° YX-ниобата лития (углы Эйлера, соответственно, 0° , 90° , 90° ; 0° , 37.86° , 0° ; 0° , -26° , 0°), 36° Y,X-танталата лития (0° , -54° , 0°) и (001),<110>-германата и силиката висмута (0° , 0° , 45°).

Методика расчетов и измерений. Расчет ТКЗ во всех кристаллах проводился по методике, описанной в параграфах 2.1 и 4.1 с использованием материальных констант работы [15] и температурных зависимости констант из работ [144,149-151].

Измерения ТКЗ выполнялись по методике, описанной в параграфе 2.2. Использовались структуры в виде линий задержки с входным и выходным встречноштыревыми преобразователями, наносимыми на пьезоэлектрические пластины разной нормированной толщины H/ λ . Структуры располагались внутри термостата (MLW U10, Sintz Friental, Medingen, Germany), позволяющего регулировать температуру в диапазоне 0 - 100 °C с точностью ≤ 0.1 °C. Температурные изменения задержки $\Delta \tau/\tau$ измерялись как температурные изменения фазы акустической моды $\Delta \phi/\phi_0$ ($\Delta \tau/\tau = \Delta \phi/\phi_0$), где $\phi_0 = 360$ °(L/ λ) – полный набег фазы исследуемой моды на пути L между излучающим и приемным преобразователями, а $\Delta \phi$ - изменение фазы этой моды из-за изменения температуры. Величина ϕ 0 определялась геометрией линии задержки с высокой точностью. Величина $\Delta \phi$ измерялась анализатором четырехполюсников (HP 8753E, Agilent Technologies, Santa Clara, CA) с точностью ≤ 0.1 градуса. Порядок моды п определялся по ее скорости Vn как произведение частоты моды fn на длину волны λ (период ВШП). Полученные результаты представлены на рис.4.6. Как и для кварца (параграф 4.1), температурные коэффициенты задержки нормальных акустических в рассмотренных здесь пьезокристаллах зависят от номера моды п при фиксированной толщине пластины H/λ и толщины H/λ при фиксированном п. Для большинства мод величина ТКЗ отличается от таковой для поверхностной волны в том же направлении (пунктир), а для некоторых из них - достигает рекордных значений 100 - 130 x 10⁻⁶ °C. Наибольшей температурной чувствительностью обладают нормальные волны в германате и силикате висмута, величины ТКЗ в которых практически одинаковы.

Вместе с тем, практическое применение нормальных акустических волн осложняется не только их интерференцией с соседними модами, имеющими близкие фазовые скорости, и с высшими гармониками мод более низких порядков, генерируемыми на близких частотах (параграф 3.1), но и с отражениями мод от торцов пластины. Причем подавление отраженных сигналов традиционными поглотителями неэффективно, поскольку распространение нормальных волн происходит по всей толщине пластины.

На рис.4.7 в качестве примера показан полезный сигнал одной из мод и ее отражения в пластине YZ-LiNbO3 с разной формой отражающих торцов. Видно, что при использовании вместо параллельных (а,б) непараллельных торцов-скруглений (в,г) число отраженных сигналов значительно уменьшается.







- (a) (001),<110>-Bi₁₂GeO₂₀, толщины пластины H/λ = 1.67;
- (б) 36°YX-LiTaO₃, толщины пластины $H/\lambda = 1.67$;
- (в) YZ-LiNbO₃, толщины пластины $H/\lambda = 1.67$;
- (г) 128°YX-LiNbO₃, толщины пластины $H/\lambda = 1.67$;
- (д) 128° YX-LiNbO₃, толщины пластины *H*/ λ = 1.02;
- (е) 64°YX-LiNbO₃, толщины пластины $H/\lambda = 0.7$.

Пунктир – значение температурного коэффициента задержки для ПАВ в том же направлении.



(a)



τ, мкс



(B)



(Г)

РИС.4.7. Сигналы на выходе акустических линий задержки с пластинами разной формы. Материал пластин - пьезокристалл YZ-LiNbO₃ толщиной $H/\lambda = 1.67$.

Акустическая волна - пластинчатая мода нулевого порядка n = 0 частотой $f_0 = 11.5$ МГц.

(a) – фотография с экрана осциллографа C1-75 для пластины с параллельными торцами и расстоянием между преобразователями L = 16.4 мм. Нижняя осциллограмма: импульс ВЧ сигнала на входном преобразователе. Верхняя осциллограмма (слева направо): ВЧ-сигнал электромагнитной наводки, импульс акустической моды прямого прохождения, импульсы той же моды после многократных отражений от параллельных торцов пластины;

(б) – амплитуды A тех же сигналов, измеренные анализатором четырехполюсников HP 8753E, Agilent Technologies, Santa Clara, CA: 1 – электромагнитная наводка, 2, 3 и далее – акустические сигналы прямого прохождения и многократных отражений от параллельных торцов пластины. Масштаб по горизонтали: 2 мкс/дел. Масштаб по вертикали: 2 дБ/дел.;

(в) - фотография с экрана осциллографа C1-75 для пластины с непараллельными отражающими торцами и расстоянием между преобразователями L = 47 мм. Нижняя осциллограмма: импульс ВЧ сигнала на входном преобразователе. Верхняя осциллограмма (слева направо): ВЧ-сигнал электромагнитной наводки, импульс акустической моды прямого прохождения, импульсы той же моды после многократных отражений от непараллельных торцов пластины; L = 47 мм.

(г) – амплитуды A тех же сигналов, измеренные анализатором четырехполюсников HP 8753E, Agilent Technologies, Santa Clara, CA: 1 – электромагнитная наводка, 2, 3 и далее – акустические сигналы прямого прохождения и многократных отражений от непараллельных торцов пластины. Масштаб по горизонтали: 2 мкс/дел. Масштаб по вертикали: 2 дБ/дел.

Другой проблемой при использовании нормальных волн для температурных измерений является эффективная генерация высших гармоник, которые ошибочно могут быть приняты за одну из мод высшего порядка. Так, на рис.4.8 и 4.9 показаны температурные изменения фазы $\Delta \varphi$ нулевой моды и ее 5-й гармоники для двух пьезопластин LiNbO₃ разной толщины и ориентации. Видно, что для обеих пластин температурные изменения $\Delta \varphi$ 5-й гармоники примерно в пять раз выше, чем на основной частоте. Однако это не означает, что температурная чувствительность гармоник выше, чем чувствительность тех же мод на основной частоте. Действительно, учитывая что длина волны 5-й гармоники в пять раз меньше (λ /5), а полный набег фазы - в пять раз больше ($360^{\circ}(L/(\lambda/5) = 5\varphi_0$ (против λ и $\varphi_0 = 360^{\circ}(L/(\lambda)$, соответственно), значения ТКЗ моды и ее гармоники оказываются одинаковыми, так как ($1/5\varphi_0$)($5\Delta\varphi/\Delta t$) = ($1/\varphi_0$)($\Delta\varphi/\Delta t$).

С другой стороны, в отличие от ПАВ, для которых эффективность генерации высших гармоник всегда ниже, а фазовый шум выше, чем на основной частоте, эффективность генерации и фазовый шум высших гармоник пластинчатых мод могут быть соответственно выше и ниже из-за дисперсии коэффициента электромеханической связи K_n^2 . Так, в пластине YZ-LiNbO₃ толщиной $H/\lambda = 1.67$ величины K_n^2 и фазового шума $\Delta \phi$ на основной частоте составляют 3,6 % и 34х10⁻³ град., тогда как на 5-й гармонике при толщине пластины $H/(\lambda/5) = 5 \times 1.67$ они равны 4,8 % и 14×10⁻³ град., соответственно. Поэтому из-за уменьшения порогового $\Delta \phi$ и увеличения полного набега фазы, минимальное изменение температуры Δt , которое может быть зарегистрировано 5-й гармоникой при 5 $\phi_0 = 113\ 000^\circ$ оказывается на порядок меньше ($\Delta t = (\Delta \tau/\tau)/TK3 =$ ($\Delta \phi/5 \phi_0$)/TK3 = 0.0025°C), чем на основной частоте моды при $\phi_0 = 22\ 600^\circ$ ($\Delta t = (\Delta \phi/\phi_0)/TK3 = 0.03°C$).



РИС.4.8. Температурные изменения фазы акустической моды нулевого порядка на основной частоте $f_0 = 9.2$ МГц (1) и частоте 5-й гармоники $5f_0 = 45.6$ МГц (2) в пластине 64° YX-LiNbO₃ толщиной $H/\lambda = 0.7$; ТКЗ = $+61 \times 10^{-6}/^{\circ}$ C (1), ТКЗ = $+55 \times 10^{-6}/^{\circ}$ C (2). Расчетное значение ТКЗ = $+60 \times 10^{-6}/^{\circ}$ C. Точки – эксперимент, линии – апроксимация с помощью программы Original 8 Lab Program.



РИС.4.9. Температурные изменения фазы акустической моды нулевого порядка на основной частоте $f_0 = 11.31$ МГц (1) и частоте пятой гармоники $5f_0 = 58.9$ МГц (2) в пластине YZ-LiNbO₃ толщиной $H/\lambda = 1.67$: ТКЗ = $+105 \times 10^{-6}$ /°C (1), ТКЗ = $+110 \times 10^{-6}$ /°C (2). Расчетное значение ТКЗ = $+93 \times 10^{-6}$ /°C. Точки – эксперимент, линии – апроксимация с помощью программы Original 8 Lab Program.

Выводы параграфа.

- Нормальные акустические волны в пьезоэлектрических кристаллах ниобата лития, танталата лития, германата и силиката висмута, позволяют получать большие температурные коэффициенты задержки ТКЗ ≥ 100 х 10⁻⁶/°С.
- Как и в кварце (параграф 4.1), величина этих коэффициентов может варьироваться выбором номера моды *n*, толщины пластины *H* и периода ВШП (длины акустической волны) λ.
- 3. Для некоторых сочетаний *n*, *H* и λ величины ТКЗ нормальных волн могут быть выше, чем для ПАВ в том же направлении.
- Многократные отражения нормальных волн от торцов пластины приводят к ложному увеличению температурной чувствительности нормальных волн из-за увеличения длины пробега и полной фазы волны от излучающего до приемного преобразователя.
- 5. Минимальные изменения температуры ∆t, регистрируемые гармоникой нормальной акустической волны, может быть ниже, чем на основной частоте той же волны из-за более высокого коэффициента электромеханической связи, более низкого фазового шума и более высокого полного набега фазы волны на частоте гармоники.

4.3. Чувствительность нормальных волн к электрической проводимости жидкости [A10 - A11].

Мотивация. По аналогии с параграфами 4.1 и 4.2, в которых рассматривались сенсорные свойства нормальных волн по отношению к температуре, данный параграф посвящен исследованию чувствительности тех же волн к электрической проводимости жидкости. При этом в отличие от большинства опубликованных работ, в которых это делалось для волн SH поляризации (например, [97,99,152-153]), область существования которых ограничена специальными кристаллографическими ориентациями (параграф 1.3), нами это сделано в более общем случае - для обобщенных волн Лэмба и нормальных волн квазипродольной поляризации QL, область существования которых значительно шире. Это впоследствии должно облегчить оптимизацию типа колебания для разрабатываемых в диссертации лабораторных макетов.

Методика. Как и в параграфе 3.5, исследования проводились на примере нормальных волн с направлением распространения вдоль и перпендикулярно оси X пластин ниобата лития 128° Y-среза толщиной H = 500 мкм. Численные расчеты выполнялись по методике, описанной в параграфе 2.1, измерения – в параграфе 2.2. Исследовались пластины 1) без металлизации (с двумя свободными, ничем непокрытыми поверхностями (o-o)), 2) с односторонней металлизацией (одной свободной (o), другой - металлизированной (m) поверхностями) и 3) с двусторонней металлизацией (двумя металлизированными поверхностями) и 3) с двусторонней металлизацией (двумя металлизированными поверхностями (m-m)). Считая металлизацией предельным состоянием проводимости тестируемой жидкости, определялись 3 типа электрических откликов нормальных волн, соответствующих 3-м упомянутым электрическим граничным условиям - $2(\Delta v_n/v_n)_o^m = (K^2_n)_m^m$, $2(\Delta v_n/v_n)_m^o = (K^2_n)_m^o$ и $2(\Delta v_n/v_n)_m^m = (K^2_n)_m^m$, где v_n – исходное значение скорости моды в пластине со свободными границами, а Δv_n – изменение скорости той же моды при металлизации верхней (о-m), нижней (m-o) и обоих поверхностей (m-m). Тип нормальной волны контролировался по профилям продольного $U_1(X_3)$, сдвигового-горизонтального $U_2(x_3)$ и сдвигового-вертикального $U_3(X_3)$ смещений.

Полученные результаты представлены на рис.4.10-4.14. Они демонстрируют отличие нормальных волн в пластине от акустических волн в звукопроводах иной геометрии: электрические отклики нормальных волн меняются не только с кристаллографической ориентацией звукопровода, но и с номером моды n, толщиной пластины H/λ и электрическими условиями на поверхности. Это делает выбор оптимального акустического колебания более гибким, позволяя управлять его характеристиками без изменения материала звукопровода. Так, варьируя H/λ, можно на порядок увеличить

значение K_n^2 по сравнению с таковым для поверхностной акустической волны (ПАВ) в том же направлении (рис.4.11), а, металлизируя 2-ю поверхность, - увеличить величину электрического отклика для той же ориентации и толщины пластины (рис.4.12). Для некоторых мод значения (K^2n)^m достигают заметных величин в несколько десятков % (рис.4.11)

Качественно, зависимость электрической чувствительности нормальных волн от номера моды *n* можно объяснить различием в частотах этих волн $f_n = V_n/\lambda$ [153], а зависимость этой чувствительности от H и λ - дисперсией скорости V_n и коэффициента электромеханической связи K_n^2 [97].

Квазипродольной волной QL в данных экспериментах является мода n = 5, электрический отклик которой представлен на рис.4.13. В исходном состоянии (до нанесения жидкости) фаза моды постоянна и представляет собой горизонтальную линию слева маркера При нанесении непроводящей слабовязкой жидкости ОТ 1. (дистиллированная вода) происходит резкий скачек фазы на величину $\Delta \phi \approx 40^{\circ}$ до нового равновесного значения (величина скачка определяется величиной вертикальной компоненты U₃ на поверхности и «замедлением» моды под действием жидкости). После этого, каждое новое значение фазы (маркеры 2, 3, 4, 5, 6) связано с увеличением электрической проводимостью тестируемого раствора.

Та же мода была подвергнута воздействию 3-х различных параметров – электрической проводимости, вязкости и температуры жидкости (рис.4.14). Оказалось, что наибольшую чувствительность эта мода проявляет именно к проводимости жидких сред. Так, максимальное значение ее электрического отклика составляет величину $\Delta \varphi n \approx$ 175 град, что вчетверо больше максимального отклика на вязкость (45 град). Пороговое значение проводимости, детектируемое этой модой, равняется $\sigma = 0.01$ Сим/м, а насыщение отклика наступает при $\sigma > 0.5$ Сим/м (рис.4.14). Из зависимостей электрических откликов волны от проводимости σ следует, что фазовый отклик (рис.4.14, а) является предпочтительнее амплитудного (рис.4.14, в) как имеющий с ней однозначную функциональную зависимость.

Температурная составляющая $\Delta \phi_n(t)$ меняется в зависимости от свойств жидкости, находящейся в контакте с пластиной. Например, $\Delta \phi_n(t) = -3$ град/°С для глицерина и -5 град/°С для воды. С понижением вязкости различие в температурных откликах снижается, и его значение приближается к таковому для ненагруженной пластины (-6 град/°С). Изменений температурного отклика с проводимостью жидкости при $\sigma = 0.01$ -0.5 Сим/м не зафиксировано.



РИС.4.10. Электрические отклики акустических мод n = 0 и n = 1 в пластине 128° Y,X-LiNbO₃ с двумя металлизированными поверхностями (углы Эйлера 0°; 37,86°; 0°).



РИС.4.11. Электрические отклики акустических мод разных номеров n в пластине 128° Y,X+90°- LiNbO₃ с двумя металлизированными поверхностями.



РИС.4.12. Электрические отклики QL моды в пластине 128° Y,X+90°- LiNbO₃ с одной (пунктир) и двумя (сплошная линия) металлизированными поверхностями.



РИС.4.13. Временные изменения электрического отклика QL в пластине 128° Y,X+90°-LiNbO₃ толщиной H/ λ = 1,0 при последовательном увеличении электропроводности тестируемой жидкости. Вертикальная ось – фаза моды (20° /дел.), горизонтальная ось – время (360 сек/дел.). Частота моды – 14,6 МГц. Расстояние между ВШП 18 мм. До маркера 1 – без жидкости, 1 – с дистиллированной водой (1500 мкм), 2, 3, 4, 5, 6 – с добавлением 3-х, 4-х, 5-ти, 6-ти и 9-ти капель водного раствора 0.1 % NaCl массой 1,5 мг.



РИС.4.14. Калибрационные кривые нормальной акустической волны частотой 14,6 МГц, распространяющейся в пластине $128^{\circ}Y,X+90^{\circ}$ -LiNbO₃ толщиной $H/\lambda = 1,0$ при изменении вязкости η , проводимости σ и температуры t тестируемой жидкости. Точки – эксперимент, линии – подгоночные кривые, полученный с помощью Original 8 Lab Program. А – процентное содержание NaCl в воде.

Выводы параграфа.

- Чувствительность нормальных акустических волн к проводимости жидкости, примыкающей к одной из поверхностей пластины, зависит от номера моды, толщины пластины, длины волны и электрических условий на противоположной поверхности.
- 2. Коэффициент электромеханической связи нормальных волн может на порядок превышает его значение для ПАВ в том же материале.
- Найдена нормальная волна, электрический отклик которой доминирует над вязкостным и температурным (пластина 128°Y,X+90°-LiNbO₃, толщина H/λ = 1,0). Она относится к модам высокого порядка, имеет квазипродольную поляризацию и испытывает слабые радиационные потери в присутствии жидкости.
- 4. При измерении проводимости предпочтительным является фазовый отклик волн как имеющий однозначную функциональную связь с проводимостью.

4.4. Чувствительность нормальных волн к вязкости жидкости [А11]

Мотивация. Измерение динамической вязкости жидкости η, т.е. ее способности оказывать сопротивление передвижению внутренних частиц – одна из основных задач в целом ряде областей (двигатели, нефть, краски, производство лекарств и т.д.). Применяемые для этого вискозиметры традиционных типов (ротационные, капиллярные) требуют значительных объемов тестируемой пробы и большого времени измерений. Они не могут устанавливаться на двигающихся объектах и тем самым сужают область применения [154].

В отличие от этого вискозиметры, основанные на акустических волнах в твердых телах, имеют некоторые преимущества: для этих устройств величины тестируемых проб и времена измерений значительно меньше, а съем данных может осуществляться дистанционно по радиоканалу, позволяя размещать измерительные устройства на движущихся и вращающихся объектах. Дном кюветы акустических устройств служит звукопровод. При нанесении на одну из его поверхностей тестируемой жидкости упругие смещения акустической волны проникают внутрь жидкости, экспоненциально спадая с глубиной $\delta = (\sqrt{2\eta}/\rho \pi f)$, которая для типичных значений плотности ρ и вязкости η жидкости и частоты f волны составляет порядка 100 нм. [45]. Воздействие на пробу со стороны акустической волны практически отсутствует если не считать вибрацию и нагрев пробы при больших акустических мощностях [158]. Такие датчики обычно калибруются в единицах акустической вязкости: 1 AV = $\eta \times \rho \Pi \cdot r/cm^3$ [154], а основным типом колебаний служат волны SH-поляризации. Одним из недостатков датчиков акустического типа является перекрестная чувствительность к электрической проводимостью и температуре жидкости.

Цель настоящего параграфа – исследовать особенности детектирования вязкости акустическими волнами нормального типа с возможностью подавления перекрестной чувствительности к жидкостной проводимости.

Методика. Для решения поставленной задачи проведено два эксперимента. В первом из них подавление электрического отклика распространением волны происходило в пластине пьезоэлектрического 64°YX+90°-LiNbO₃ (углы Эйлера 0°, -26°, 90°) (Таблица 4.1) с металлизированной поверхностью: это исключало взаимодействие пьезоэлектрических полей волны с электрическими частицами наносимой на эту поверхность жидкости. Использовалась нормальная волна QL-типа с пренебрежимо малыми сдвигово-горизонтальной и сдвигово-вертикальной компонентами смещения.

Толщина пластины <i>Н</i> (мкм)	Период ВШП <i>λ</i> (мкм)	Апертура ВШП (мкм)	Число пар электродов	Расстояние между центрами ВШП <i>l</i> (мкм)	H/λ	Полный набег фазы <i>Ф</i> 0 (°)
350	488	13,000	20	18,000	0.72	13,279

Таблица 4.1. Характеристики образца на основе пластины 64°Y,X+90°-LiNbO₃.

Во втором эксперименте подавление электрического отклика обеспечивалось использованием пластины из непьезоэлектрического (001),(100)-Si (толщина H = 380 мкм, удельное сопротивление 4.5 Ω ·см), на нижней поверхности которого изготавливались пьезоэлектрическая пленка ZnO (h=10.5 мкм) со встречно-штыревыми преобразователями (λ = 200 мкм). Тестируемая жидкость наносились на верхнюю поверхность кремния, которая не содержала пьезопленки. В пластине возбуждалось семейство нормальных акустических волн, которые благодаря непьезоактивности и низкоомности кремния не создавали электрических полей на верхней поверхности пластины и, следовательно, были нечувствительных к электрическим характеристикам наносимой жидкости. Для контроля температуры жидкостной пробы на нижней поверхности дополнительно возбуждалась ПАВ (λ = 20 мкм), которая будучи локализованной у этой поверхности, физически отделялась от жидкостной пробы, находящейся на верхней поверхности пластины, к ПАВ, распространяющейся по ее нижней поверхности, осуществлялась за счет теплопроводности кремния (156 Вт/м·К).

Полученные результаты измерений представлены на рис.4.15-4.17. Для первой структуры электрические отклики нормальной акустической волны, зондирующей жидкости, как и ожидалось, равнялись нулю, а амплитудный и фазовый отклики волны на вязкость при металлизации поверхности возрастали с $\Delta \phi_{max} = -15$ град и $\Delta \alpha_{max} = -0.45$ дБ для свободной поверхности до Δφ_{max} = -22.5 град и Δα_{max} = -2.1 дБ для металлизированной (рис.4.15,а-г). вязкостных свободной поверхности Отличие откликов на И металлизированной поверхностях пластины объясняется «подтягиванием» моды к металлизирующей поверхности (параграф 3.5), а использование амплитудного отклика Δα при измерении вязкости является предпочтительным, т.к. его величина практически не подвержена воздействию температуры.



РИС.4.15. Экспериментальные результаты (точки) и подгоночные кривые (линии) для QLмоды в пластине 64°YX+90°-LiNbO₃. Амплитудные и фазовые отклики волны на дистиллированную воду приняты за ноль. f = 38.5 МГц

Амплитудно-частотные характеристики нормальных волн, возбужденных во второй структуре, показаны на рис. 4.16. Для всех волн электрические отклики равнялись нулю, а отклики на вязкость η зависели от номера моды n (частоты f_n) (рис.4.17).

Калибрационные кривые $\Delta \alpha = \Delta \alpha(\eta)$, измеренные по методике, описанной в параграфе 2.2, имели, как и для волн другого типа [50], 3 явно выраженных участка – зоны сильной ($\eta < 20$ сПуаз), умеренной ($20 < \eta < 100$ сПуаз) и слабой ($\eta > 100$ сПуаз) вязкостной чувствительности. На 1-м из них акустический отклик $\Delta \alpha$ возрастал с η линейно. На 3-м – он насыщался и практически не зависел от η , что ограничивало динамический диапазон ультразвуковых измерений. В работе [50] это ограничение связывается с большими временами релаксации молекул вязких жидкостей по сравнению с периодом зондирующей волны $1/f_n$: при $1/f_n$ много меньшем времени релаксации молекул вязкая жидкость уже не оказывает сопротивление перемещению одной ее части относительно другой, и акустический отклик $\Delta \alpha$ не меняется с η . Для волн, представленных на рис.4.16 - 4.17, периоды колебаний различны и находятся в диапазоне 20 - 45 нс. В соответствии с этим насыщение откликов разных мод также различно и наступает при разных значениях вязкости.

Для исследования зависимости вязкостного отклика нормальных волн от нормированных толщин пластины H/ λ и пленки h/ λ дополнительно изготавливались еще два образца с иными толщинами пленок ZnO $h/\lambda = 0.03$ и $h/\lambda = 0.06$ и другими толщинами пластин $H/\lambda = 1.34$ и $H/\lambda = 2.6$. Отклики мод в этих образцах на действие одной и той же жидкости (η , ρ = constant) менялись с H, h и λ , т.к. при этом менялись частоты f_n и глубины проникновения мод в жидкость $\delta_n = (\sqrt{2}\eta/\rho\pi f_n)$ из-за дисперсии.



РИС.4.16. Амплитудно-частотные характеристики нормальных акустических волн в структуре пьезоэлектрическая пленка ZnO/непьезоэлектрическая пластина Si, измеренные без жидкостной нагрузки (а) и с дистиллированной водой (б).

Толщина ZnO h = 10.5 мкм, толщина Si H = 380 мкм, период ВШП (длина волны) λ = 200 мкм. Маркеры 1 – 6 – нормальные акустические волны разных номеров n = 0 - 6.



РИС.4.17. Амплитудные отклики нормальных акустических волн разных номеров на вязкость жидкости, измеренные в структуре пленка ZnO/пластина Si при комнатной температуре. (а) – малые значения вязкости, (б) – значения вязкости в диапазоне $\eta = 1.03$ сПуаз (вода) – 1490 сПуаз (глицерин). Отклик на воду принят в качестве нулевого.

Выводы параграфа.

- Чувствительность нормальных акустических волн к вязкости жидкости, нанесенной на одну из поверхностей пластины, зависит от номера моды, толщины пластины и длины волны.
- 2. Она также меняется при металлизации поверхности пьезоэлектрической пластины из-за перестройки упругих полей пьезоактивных мод в приповерхностном слое.
- 3. При измерении вязкости перекрестная чувствительность нормальных волн к электрическим характеристикам жидкости быть может подавлена либо поверхности пьезоэлектрической металлизацией пластины на границе с либо использованием качестве жидкостью, В материала пластины В низкоомного непьезоэлектрического кремния. последнем случае И чувствительность нормальных волн к вязкости дополнительно зависит от толщины пьезоэлектрического слоя, используемого для возбуждения волн.
- 4. При измерении вязкости предпочтительным является использование амплитудного отклика волн как слабо зависящего от температуры.
- 5. Диапазон наиболее сильной чувствительности нормальных волн к вязкости ограничен значениями η < 100 сПуаз.

4.5. Трехпараметрический датчик жидкости на поверхностных и нормальных акустических волнах [A12].

Мотивация. Измерение физических параметров жидких веществ, необходимое во многих отраслях науки и техники, обычно проводится с помощью индивидуальных датчиков для каждого жидкостного параметра. При этом объем пробы должен составлять порядка 1 мл [2,3]. Все это сужает область применения.

Известна работа [155], в которой описан метод одновременного измерения нескольких параметров жидкости - плотности, вязкости, проводимости и диэлектрической проницаемости. Метод основан на использовании SH-ПАВ, которая распространяется в 3-х параллельных акустических каналах - двух металлизированных и одном не металлизированном. В первом металлизированном канале постоянно находится известная жидкость (вода). В двух других каналах располагают тестируемую жидкость. Измеряя разницу в величинах поглощения и скорости акустической волны В ДВУХ металлизированных каналах, находят плотность и вязкость тестируемой жидкости. Измеряя разницу в поглощении и скорости волны во втором металлизированном и металлизированном каналах, определяют елинственном не проводимость И диэлектрическую постоянную той же жидкости. Предполагается, что металлизация не меняет структуру волны, вклады в акустические отклики от плотности и вязкости при и без металлизации одинаковы, а температура жидкости постоянна. Однако все это в общем случае не выполняется.

Известна другая работа [156,157], в которой также разработан метод одновременного измерения нескольких параметров жидкости. Метод основан на использовании нормальной акустической волны SH-поляризации, которая распространяется в тонкой пластине с одним металлизированным и одним не металлизированным каналом, параллельными друг другу. Вначале в обоих каналах находится известная жидкость (вода). Затем в те же каналы вводится тестируемое вещество. Измеряются 4 величины - два значения амплитуды и два значения фазы волны, прошедшей через жидкость. Те же величины рассчитываются численно по известным параметрам пластины и варьируемым параметрам жидкости. Составляется целевая функция в виде сумма квадратов разностей измеренных и рассчитанных значений амплитуды и фазы, и находится ее минимум, соответствующий искомому набору жидкостных параметров. В результате 4-х измерений определяют 5 искомых величин – модуль упругости, плотность, вязкость, диэлектрическая постоянная и электрическая проводимость. При таком подходе снова предполагается, что волна на металлизированной и свободной поверхностях одинакова, что температура жидкости не меняется и что определение набора 5-ти искомых параметров по минимуму целевой функции однозначно.

Цель настоящего параграфа – продемонстрировать иной физических принцип одновременного измерения нескольких параметров жидкости, который свободен от некоторых недостатков двух описанных. Он основан на установленной в параграфах 4.1-4.4 зависимости сенсорных свойствах нормальных акустических волн от направления распространения, номера моды, толщины пластины и длины волны. Метод позволяет определять вязкость η , электрическую проводимость σ и температуру t жидкостной пробы объемом порядка 100 мкл без физического воздействия на нее, если не считать вибрацию и небольшой нагрев при повышенных акустических мощностях [158].

Методика. В отличие от описанных выше датчик настоящей работы производит зондирование жидкостной пробы 3-мя акустическими волнами, которые распространяются в одном пьезоэлектрическом кристалле и имеет отличающиеся сенсорные свойства. Упругие и электрические поля каждой из волн проникают в жидкость, нанесенную на кристалл (глубина ~ 100 мкм), и меняют свою скорость V (фазу $\Delta \phi$) и амплитуду A (поглощение $\Delta \alpha$) в зависимости от физических свойств жидкости и сенсорных характеристик волн.

Ключевым моментом при таком подходе являются а) выбор типа зондирующего акустического колебания в зависимости от измеряемого параметра жидкости и б) выбор формы акустического отклика (Δφ или Δα) для каждой зондирующей волны.

Оптимизация типов акустических колебаний и формы акустических откликов проводилась экспериментально по методике, описанной в параграфах 3.1 и 4.2 – 4.4. Использовались структуры на основе промышленно выпускаемых пластин ниобата лития разной ориентации и толщины (Таблица 4.2). Встречно-штыревые преобразователи содержали 20 и 40 пар штырей (параграф 3.1). Распространение волн проводилось по оси X и перпендикулярно этой оси. Число волн в каждом направлении колебалось от 10 до 15, а их общее количество во всех структурах превышало 500.

Для каждой волны и структуры экспериментально оценивались a) величина акустического поглощения в присутствии жидкости, б) эффективность возбуждения с помощью ВШП, в) частотное разрешение как от волн с близкими скоростями, так и от высших гармоник мод низких порядков (параграф 3.1) и г) соотношение акустических откликов на максимальную вязкость $\eta = 1490$ сПуаз (глицерин) (параграф 4.4) и

максимальную проводимость σ = 0.5 Сим/м (селективность) (параграф 4.3). Среди всего многообразия возбужденных волн выбирались такие, которые обладали наименьшим жидкостным поглощением, наибольшей эффективностью возбуждения, достаточным частотным разрешением и максимальной чувствительностью к одному из физических параметров жидкости при минимальной чувствительности к другому. Различные варианты сравнивались между собой, и определялся наилучший.

При этом использование акустических волн нормального типа для измерения температуры жидкости исключалось изначально ввиду зависимости результатов измерений от сорта анализируемого вещества (параграф 4.4., рис.4.18).

Для измерения калибрационных кривых, как и в параграфах 4.3 и 4.4, изготавливались водные растворы с различной вязкостью и проводимостью, для чего использовались таблицы, связывающие величины η и σ с процентным содержанием, соответственно, глицерина и NaCl в дистиллированной воде [125].



РИС.4.18. Температурный отклик акустической пластинчатой моды частотой 14,59 МГц в пластине $128^{\circ}Y,X+90^{\circ}$ -LiNbO₃ толщиной $H/\lambda = 1,0$ при нагрузке пластины различными жидкостями (точки – эксперимент, линии – подгоночные кривые).

Ориентация	Толщина	Период ВШП	H/λ	Количество пар
	Н, мкм	λ, мкм		штырей N
128°	500	200	2.5	20
128°	500	400	1.25	20
128°	500	500	1	20
128°	500	300	1.67	20
128°, 64°, 41°	350	100	3.5	20
128°, 64°, 41°	350	200	1.75	20
128°, 64°, 41°	350	400	0.875	20
128°, 64°, 41°	350	500	0.7	20
128°	500	100	5	40
128°	500	200	2.5	40
128°, 64°, 41°	350	100	3.5	40
128°, 64°, 41°	350	200	1.75	40

Таблица 4.2. Структуры, использованные для оптимизации акустических колебаний трехпараметрического датчика жидкости на основе пластин поворотных У-срезов LiNbO₃.

Полученные результаты. Характеристики наиболее подходящих волн, найденные в результате такого поиска, приведены в Таблице 4.3. Конструкция датчика основана на этих волнах и пластине 128°Y-LiNbO₃ (рис.4.19). Тестируемая проба наносится на верхнюю (шлифованную) поверхность пластины. На нижней (полированной) и верхней (шлифованной) поверхности располагаются 3 пары ВШП с разными периодами λ.

Первая (горизонтальная) пара ВШП с периодом $\lambda = 20$ мкм находится на нижней поверхности пластины. Она генерирует поверхностную акустическую волну частотой 185 МГц, которая, будучи локализованной у нижней поверхности, «не чувствует» вязкость и электрическую проводимость жидкости, а измеряет ее температуру t. Передача тепла с верхней на нижнюю поверхность производится за счет теплопроводности ниобата лития (4,6 Вт/м·К). Оптимальной формой акустического отклика ПАВ при температурных измерениях является измерение фазы волны $\Delta \varphi$, т.к. оно более чувствительно к температуре, чем амплитуда волны.

Вторая (вертикальная) пара ВШП находится на верхней поверхности пластины и имеет период $\lambda = 300$ мкм. Она генерирует одну из волн Лэмба высокого порядка частотой 29.77 МГц. Эта волна имеет физический контакт с жидкостью, а поскольку путь ее распространения полностью металлизирован, она не чувствительна к электрической проводимость жидкости σ , а только к ее вязкость η . Для снижения зависимости этой волны от температуры t формой ее отклика выбрано изменение вносимых потерь Δ ВП как наименее чувствительный к температуре параметр по сравнению с фазой $\Delta \varphi$: при изменении температуры от 20 до 70°С величина потерь меняется всего на ± 0.1 дБ.

Наконец, третья (горизонтальная) пара ВШП с периодом $\lambda = 300$ мкм также находится на верхней поверхности пластины. Она генерирует иную волну Лэмба высокого порядка частотой 23.9 МГц, путь распространения которой металлизирован лишь частично. Эта волна «сильно» реагирует на электрическую проводимость жидкости σ и «слабо» на ее вязкость η и температуру t. Формой акустического отклика третьей волны служит изменение фазы $\Delta \phi$, что в отличие от изменения амплитуды позволяет однозначно определить значение проводимости жидкости σ (параграф 4.3). Нежелательные вклады в отклик $\Delta \phi$ этой волны от вязкости η и температуры t учитываются по результатам измерений в двух первых акустических каналах.

Канал №1			Канал №2			Канал №3		
перпендикулярно оси Х		по оси Х		перпендикулярно оси Х				
(f = 185 МГц)		(f=29.77 МГц)		(f = 23.90 МГц)				
$\Delta \varphi(\eta)$	$\Delta \varphi(\sigma)$	Δφ(t)	$\Delta \alpha (\eta)$	$\Delta \alpha \left(\sigma \right)$	$\Delta \varphi(t)$	$\Delta \varphi(\eta)$	Δφ(σ)	$\Delta \varphi(t)$
0	0	-11 град/°С	4.8 дБ	0	0	-6°	-33 град	-2.9
		-				при	при	град/°С
						η = 1500 cПyaз	σ=0.5 Сим	_

Таблица 4.3. Сенсорные свойства акустических волн, используемых в трехпараметрическом датчике жидкости на пластине 128° -LiNbO₃ толщиной H/ λ = 1.67.

Калибрационные кривые и рабочие характеристики макета датчика представлены на рис.4.19 и в Таблице 4.4, соответственно. Диапазон измеряемых значений простирается от единиц до 1500 сПуаз для вязкости, от 0.005 до 0.5 Сим/м для проводимости и от 10 до 100 °C для температуры. Из-за насыщения кривых при больших η и σ точность измерения этих параметров ухудшается с их ростом.

Кроме того, ввиду функциональной зависимости электрического отклика в канале \mathbb{N} 3 одновременно от двух параметров жидкости (проводимости σ и диэлектрической проницаемости ε [159], точность измерений σ , приведенная в Таблице 4.4, справедлива лишь для жидкостей с величинами $\varepsilon/\varepsilon_0$ в диапазоне от 40 до 80, для которых эта зависимость относительно слаба (рис.4.21). Напомним, что для воды и глицерина, которые использовались при калибровке, значения $\varepsilon/\varepsilon_0$ равны, соответственно, 78 и 43, что попадает в указанный диапазон.

Аналогично, ввиду «акустической неразделимости» двух других характеристик жидкости - вязкости и плотности – калибровка акустических датчиков как правило производится в единицах акустической вязкости 1 AV = $\eta \times \rho \Pi \cdot r/cm^3$ [154], а поскольку изменения вязкости намного превышают изменения плотности жидкости последними изменениями обычно пренебрегают. Так, при увеличении концентрации глицерина с 0 до 100 % вязкость его водных растворов увеличивается с 1.05 до 1490 сПуаз (в 1490 раз), а плотность – всего с 1 до 1.26 г/см³ (на 26 %) [125].





РИС.4.19. Конструкция чувствительного элемента (а), его изображение в корпусе (б) и фотография макета с электронным блоком (в).



РИС.4.20. Калибрационные кривые макета трехпараметрического датчика жидкости (20°С).

Характеристика	Значение	Характеристика	Значение
Объем тестируемой пробы V	~ 100 мкл	Погрешность измерения t	менее ± 0.5 °С
Диапазона вязкостей η	1 - 1500 сПуаз	Погрешность измерения о	±20 %
Диапазон температур t	10-100°C	Питающее напряжение U	9 B
Диапазон проводимости σ	0 – 0.5 Снм/м	Питающий ток I	100 мА
	±10 % при п ≤10 сПуаз		
Погрешность измерения η	± 20 % при 10 сПуаз η ≤ 200 сПуаз ± 40 % при 200 сПуаз ≤ η ≤ 1500 сПуаз	Размер акустической ячейки	36 х 20 х 0.5 мм ³

Таблица 4.4. Рабочие характеристики макета трехпараметрического датчика жидкости.



РИС.4.21. Зависимость акустического отклика от диэлектрической проводимости жидкости (расчет по [159]).

Выводы параграфа.

- Для одного из наиболее распространенных пьезоэлектрических кристаллов LiNbO₃ определены ориентация, толщина, совокупность акустических волн и формы их откликов, которые наиболее подходят для одновременного измерения вязкости, проводимости и температуры в одной пробе жидкости.
- 2. С использованием этих волн разработан, изготовлен и испытан макет трехпараметрического жидкостного датчика на пробах объемом порядка 100 мкл. Проведена его калибровка. Определен диапазон измеряемых величин и точность измерений. Показано, что наиболее высокая точность достигается при вязкости η до 200 сПуаз, проводимости σ до 0.5 Сим/м, диэлектрической постоянной ε/εо от 40 до 80 и температуре от 10 до 70°С.
- Измерение температуры жидкостной пробы делает определение ее вязкости и электрической проводимости более корректными по сравнению с известными аналогами. Однако при η > 200 сПуаз, σ > 0.5 Сим/м и ε/ε0 < 40 точность измерений таким датчиком резко снижается.
- Форма жидкостной пробы, наносимой на датчик, не влияет на результаты измерений, если ее высота превышает глубину проникновения зондирующих волн в пробу (≥ 100 мкм), а площадь перекрывает зондирующие акустические пучки.
- Отсутствие чувствительных покрытий повышает долговременную стабильность и улучшает повторяемость измерений разработанного макета по сравнению с аналогами, использующими такие покрытия.

4.6. Интегральная решетка акустических датчиков для распознавания жидкостей микролитрового объема [A13-A15]

Мотивация. Особой областью применения датчиков жидкости является идентификация и классификация жидких веществ по совокупности физических характеристик. Такое применение бывает необходимо, когда требуется отличить одну жидкость от другой или определить ее соответствие заданному стандарту.

Одним из наиболее эффективных устройств, разработанных для этих целей, является мультисенсорная система «электронный язык». Ее ключевым элементом является набор (решетка) отличающихся друг от друга неселективных сенсоров [1,2] (потенциометрических, вольтаметрических, оптических, гравиметрических), отличие между которыми достигается использованием разных чувствительных покрытий [2-5]. Хотя ряд устройств этого типа уже выпускаются промышленностью (Alpha M.O.S., France; Insent Inc., Atsugi-chi, Japan), поиск новых путей идентификации и классификации жидкостей продолжается.

Так, в работе [155], уже упомянутой в параграфе 4.5, трехканальный датчик, примененный для измерения отдельных параметров, был модифицирован применительно к идентификации жидкостей. С этой целью были изготовлены три однотипных 3-х канальных образца, работающие на разных частотах. Образцы были объединенные в единую сенсорную систему, в которой каждый из них измерял изменение поглощение и изменение скорости SH-ПАВ при введении тестируемого вещества. Экспериментальные данные подвергались специальной математической обработке (многокомпонентный анализ), в результате которой распознавались 13 сортов виски.

Аналогично, в упомянутой в параграфе 4.5 работе [156-157], измеренная совокупность жидкостных параметров была использована для идентификации других жидких веществ, биологических реакций и межклеточных взаимодействий.

Цель настоящего параграфа – показать, что идентификация жидкостей может проводиться и на основе установленной в диссертации зависимости сенсорных свойств нормальных акустических волн от направления распространения, номера моды, толщины пластины и длины волны.

Стратегия. Внешний вид интегральной решетки акустических датчиков жидкости представлен на фотографии рис.4.22. Решетка состоит из трехдюймовой пластины 128°Y-LiNbO₃ толщиной H = 500 мкм и 3-х систем по 4 пары ВШП с периодами 200, 300 и 488 мкм каждая. Периоды ВШП задают длины волн λ в соответствующих акустических

каналах. Преобразователи располагаются по концентрическим окружностям, в центре которых находится кювета для анализируемого вещества. Углы между осями преобразователей и ось X (перпендикуляр к базовому срезу пластины, рис.4.22) составляют $\Theta = 0^{\circ}$, 30° , 60° и 90° . Период λ , апертура 2a, число пар штырей N и расстояние L между преобразователями одной окружности одинаковы, а для разных окружностей они отличаются (Таблица 4.5). При такой топологии в одной пластине возбуждаются сразу 12 семейств по 10 - 15 нормальных акустических волн, каждая из которых - отдельный жидкостной датчик.

Распространяясь по разным направлениям Θ и имея отличающиеся длины волн λ при одинаковой толщине пластины H, нормальные волны нулевого и высших порядков проходят через жидкость в кювете, по-разному уменьшая свою амплитуду. Уменьшение амплитуды каждой моды служит ее акустическим «откликом», который определяется как разница между вносимыми потерями S12 при наличии жидкости и без нее: $\Delta S_{12} = S_{12}(c$ жидкостью) - $S_{12}(без жидкости)$ (рис.4.23). Хотя температурная зависимость S_{12} слаба (параграф 4.5) измерения проводятся при комнатной температуре 22°C и атмосферном давлении, т.к. от этого зависят свойства жидкости. Для измерений используется анализатор четырехполюсников KEYSIGHT 5061B, точность которого составляет менее ± 0.1 дБ (параграф 2.2).

Таблица.4.5. Ха	рактеристики	жидкостного	анализатора
на пластине	128°Y-LiNbO ₃	толщиной Н =	= 500 мкм.

№ системы ВШП	Период ВШП λ, мкм	Апертура ВШП 2а, мкм	Число пар штырей N	Расстояние между ВШП L, мкм	H/λ
1	200	4900	20	24000	2.5
2	300	7850	20	41000	1.67
3	488	12750	16	56000	1.02



РИС.4.22. Внешний вид жидкостного анализатора на трехдюймовой пластине 128°Y-LiNbO₃. Содержит 3 системы по 4 пары встречно-штыревых преобразователей и тефлоновую ванночку в центре: диаметр ванны - 20 мм, толщина стенок - 2 мм.



РИС. 4.23. Амплитудно-частотные характеристики нормальных акустических волн, измеренные в каналах $\Theta = 0^{\circ}(a)$ и $60^{\circ}(b)$ без жидкости (жирная линия) и с дистиллированной водой (тонкая линия). Пластина 128°Y-LiNbO₃. Толщина $H/\lambda = 1.67$.

На первом этапе сенсорные свойства возбужденных волн исследовались с помощью жидкостей с известными физическими свойствами. В качестве таковых, как обычно (параграф 2.2), использовались дистиллированная вода с малой вязкостью η и низкой электрической проводимостью σ ($\eta = 1.03$ сПуаз, $\sigma < 10-3$ Сим/м), глицерин с высокой вязкостью и малой проводимостью ($\eta = 1490$ сПуаз, $\sigma < 10-3$ Сим/м) и водные растворы NaCl с малой вязкостью и высокой проводимостью ($\eta \sim 1$ сПуаз, $\sigma \approx 0.5$ Сим/м). «Отклики» на воду возникали вследствие переизлучения волн из высокоскоростной среды (пластины) в низкоскоростную среду (жидкость) при наличии у волны ненулевого вертикального смещения на границе пластина-жидкость. «Отклики» на глицерин были обусловлены как переизлучением, так и вязкоупругим волны под действием вязкости. Наконец, «отклики» на водные растворы NaCl наряду с переизлучением были вызваны взаимодействием электрических полей акустических волн в пьезопластине с носителями заряда в проводящей жидкости (акустоэлектронное поглощение).

На втором этапе интегральная решетка тестировалась по отношении к нескольким сортам воды, молока и бензина, которые оказывали комбинированное воздействие сразу 3-х факторов - переизлучения, вязкоупругого затухания и акустоэлектронного поглощения. Суммарное воздействие этих факторов зависело от тестируемой жидкости и свойств зондирующей волны.

Совокупность «откликов», измеренных для волн разных номеров и каналов, представлялась в виде полярных гистограмм, по углу которых откладывался номер датчика (акустической моды n), а по радиусу – отличие вносимых потерь этой моды ΔS_{12} для дистиллированной воды и анализируемого вещества в дБ. Сравнение гистограмм проводилось по их форме, площади S, положению и величинам характерных минимумов и максимумов. Площадь S определялась суммированием площадей составляющих гистограмму треугольников, боковые стороны которых - «отклики соседних мод $\Delta S_{12}(n)$ и $\Delta S_{12}(n+1)$, а угол между ними - $\Box = 3600/n$:

$$S = 0.5 \cdot \sin \beta \cdot \sum [\Delta S_{12}(n) \cdot \Delta S_{12}(n+1)]$$
(4.3)

Результаты и их обсуждение. Рис.4.23 показывает, что при нанесении жидкости, как и в параграфе 3.1, большая часть нормальных волн поглощается неполностью и достигает

приемного ВШП с уменьшенной интенсивностью. Отсутствие полного поглощения выгодно отличает волны этого типа от ПАВ, которые в тех же условиях исчезают.

Далее, из-за различия сенсорных свойств волн для разных направлений (угол Θ), номеров n, толщин H и длин волн λ их «отклики» ΔS_{12} на одинаковые жидкости различны. Это различие прослеживается как для всех акустических каналов, так и для всех калибрационных жидкостей, использованных в работе, когда отдельные физические свойства жидкостей воздействуют на амплитуду зондирующих волн «по отдельности» (рис.4.24, 4.25).

То же различие прослеживается и для жидкостей, физические свойства которых воздействуют на зондирующие волны одновременно. На рис.4.26 показаны 3 примера такого воздействия. Полученные для этих примеров гистограммы отличаются друг от друга как для разных жидкостей в одном канале (рис.4.26(а) и 4.26(б)), так и для однотипных жидкостей в одном (рис. 4.26(а), 4.26(б)) и разных (рис.4.26(б), 4.26(в)) каналах. Подобные отличия характерны для других мод и каналов, что доказывает возможность идентификации жидкостей новым методом. Отметим: чувствительных покрытий и специальной математической обработки сигналов при этом не требуется.

Использование всех волн, возбужденных в пластине, и всех датчиков, размещенных на поверхности интегральной решетки, не является обязательным: для каждой жидкости существует свой оптимальный набор волн и датчиков, которые обеспечивают наиболее достоверную идентификацию. Примером такого подхода служат Таблица 4.6 и рис.4.27, где для наиболее достоверной идентификации использованы разные моды разных каналов: отличие площадей гистограмм S разных сортов бензина, рассчитанное по (4.3), составило от 14 до 33 %.


Рис.4.24. Амплитудные «отклики» нормальных акустических волн, измеренные в разных направлениях одной пластины с фиксированной относительной толщиной $H/\lambda = 1.67$ (Таблица 4.5, система № 2). $\Theta = 0^{\circ}$ (а), 30° (б), 60°(в), 90° (г).



РИС.4.25. Амплитудные «отклики» нормальных волн, измеренные в пластинах с разной относительных толщиной H/λ при фиксированном направлении распространения Θ . Толщина $H/\lambda = 1.02$ (а) и 2.5 (б). Направление распространения $\Theta = 60^{\circ}$



РИС.4.26. Гистограммы жидкостей, измеренные нормальными акустическими волнами в пластине 128°Y-LiNbO₃: по углу - номер датчика (акустической моды), по радиусу – отличие «откликов» на тестируемую жидкость и на дистиллированную воду (дБ).

(а) - свежее (темная область) и испорченное (светлая область) молоко. Канал $\Theta = 90^{\circ}$, толщина пластины $H/\lambda = 2.5$.

(б) - вода из природного источника в Н.Иерусалиме (темная область) и природного источника в Истринском районе (светлая область). Канал $\Theta = 90^{\circ}$, толщина $H/\lambda = 2.5$.

(в) – вода из природного источника в Н.Иерусалиме (темная область) и природного источника в Истринском районе (светлая область). Канал $\Theta = 60^{\circ}$, толщина $H/\lambda = 1.67$.

Таблица 4.6. Набор нормальных волн и ориентаций акустических каналов, использованных для идентификацию разных сортов бензина.

NoNo	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Θ, град	30°	0°	0°	0°	0°	90°	90°	90°	90°	90°
λ, мкм	200	300	200	200	200	200	200	200	200	200
f, MГц	19.8	29	12.48	30	39.7	21.08	23.42	26.57	30.17	49.92



РИС.4.27. Гистограммы разных сортов бензина, измеренные нормальными акустическими волнами из Таблицы 4.6: по углу - номер датчика (акустической моды), по радиусу – отличие «откликов» на тестируемую жидкость и на дистиллированную воду (дБ).

- Зависимость сенсорных свойств нормальных акустических волн от направления распространения, номера моды, толщины пластины и длины волны позволяет различать жидкости по их физическим свойствам, получать акустические «изображения» вкуса и устанавливать соответствие различных продуктов и их сортов заданному стандарту.
- Отсутствие чувствительных покрытий повышает повторяемость и долговременную стабильность измерений, но требует высокой стабильности температуры, поскольку свойства жидкостей обычно температуро-зависимы.
- 3. Использование специфических покрытий и многомерных методов обработки «откликов» могут дополнительно расширить функциональные возможности такой решетки, улучшив ее разрешающую способность, т.к. в этом случае дополнительно к акустическим особенностям добавятся специфика пленок и мощь математического аппарата.

Заключение.

В Заключении диссертации сформулированы основные результаты работы:

1. Класс акустических волн, пригодных для детектирования жидкостей, не ограничивается акустическими волнам SH-поляризации (как это считалось в большинстве предыдущих работ), а может быть существенно расширен за счет более распространенных обобщенных волн Лэмба, продольных волн Анисимкина И.В. AN и мод квазипродольной поляризации QL.

2. Моды AN и QL, принадлежащие к семейству нормальных волн высших порядков, могут распространяться в направлениях и кристаллах с низкой степенью симметрии, в двухслойных (пленка/пластина) и трехслойных (пленка 1/пластина/пленка 2) структурах. Благодаря слабой дисперсии вариации толщины пластины и длины акустической волны не приводят к значительным отклонениям частоты этих мод.

3. При толщинах пластин $H/\lambda \ge 3$ возможна интерференция нормальных волн высших порядков между собой, а на частотах $f \ge 3f_o$ (f_o - частота нулевой моды) – их интерференция с высшими гармониками мод более низких порядков. Наиболее подходящими являются пластины толщиной $H/\lambda \le 3$, рабочие частоты $f \le 3f_o$ и преобразователи с числом пар штырей $N \ge 20$.

4. В двухслойных (пленка/пластина) и трехслойных (пленка 1/пластина/пленка 2) структурах свойства нормальных волн варьируются независимым изменением толщин и материалов пластины и пленок.

5. При металлизации поверхности пластины нормальные волны либо «подтягиваться», либо «отталкиваться» от этой поверхности, меняя свою чувствительность к поверхностной нагрузке.

6. В пьезопластинах с односторонней металлизацией и в структурах с одной и двумя пленками разной толщины, нормальные волны не являются ни симметричными, ни антисимметричными относительно плоскости, равноудаленной от свободных поверхностей.

7. Отклонение потока энергии нормальных волн от волновой нормали зависит от номера моды. Потоки энергии мод излучаются на разных частотах и образуют «веер» вокруг направления распространения.

8. Чувствительность нормальных волн к температуре, электрической проводимости и вязкости жидкости, примыкающей к одной из поверхностей пьезоэлектрической

пластины, различна и зависит от номера моды n, толщины пластины H, длины акустической волны λ , граничных условий на противоположной поверхности и направления распространения (угла Θ). Варьированием n, H, λ , Θ чувствительность мод может целенаправленно изменятся.

9. При измерении проводимости жидкости предпочтительным является фазовый отклик нормальных волн как имеющий с ней однозначную функциональную зависимость, а при измерении вязкости жидкости – амплитудный отклик волн как наименее зависящий от температуры. Температурная чувствительность нормальных волн в присутствии жидкости отличается от таковой для пластины без жидкостной нагрузки.

10. Разработан, изготовлен и испытан лабораторный макет датчика вязкости, нечувствителеный к электропроводности жидкости.

11. Разработан, изготовлен и испытан лабораторный макет акустоэлектронного датчика для одновременного измерения вязкости, электрической проводимости и температуры жидкости микролитрового объема. Благодаря отсутствию чувствительных покрытий датчик обладает высокой долговременной стабильностью, а результаты измерений – высокой повторяемостью. Благодаря малому проникновению зондирующих волн в пробу по сравнению с ее толщиной форма пробы и ее точный объем не влияют на результаты измерений.

12. Разработан, изготовлен и испытан лабораторный макет акустоэлектронного датчика для распознавания жидких веществ. Не имея чувствительных покрытий, датчик позволяет различать жидкости по их физическим свойствам, получать акустические «изображения» вкуса и устанавливать соответствие продуктов и их сортов заданному стандарту. Датчик обладает высокой долговременной стабильностью, а результаты измерений – высокой повторяемостью. Форма и точный объем жидкостной пробы не влияют на результаты измерений.

Литература.

- 1. В.В.Малов. "Пьезорезонансные датчики". М.: Энергоатомиздат, С. 272, 1989.
- 2. Дж. Фрайден. "Современные датчики. Справочник". М.: Техносфера. С.592, 2006.
- 3. О.Л. Балышева. "Акустоэлектронная компонентная база", Журнал Радиоэлектроники № 6 (http://www.cplire.ru), 2014.
- 4. В.В.Малов. "Разработка и исследование частотных датчиков механических величин на основе управляемых пьезоструктур". Автореферат дис.канд.техн.наук. М., 1971
- 5. A.Bryant, D.L.Lee, J.F.Vetelino. "Surface acoustic wave gas detector" 1981 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Chicago (IL), 14-16 Oct. 1981, P.171, 1981
- D'Amico, A. Palma, E. Verona. "Palladium-surface acoustic wave interaction for hydrogen detection", Appl. Phys. Lett., M. 41. P. 300, 1982.
- Ivan V.Anisimkin, "New type of an acoustic plate modes: quasi-longitudinal normal wave", Ultrasonics, 42 (10) (2004) 1095-1099, 2004
- Yu.V.Gulyaev, "Properties of the Anisimkin Jr.' modes in quartz plates", IEEE Trans. On Ultrason, Ferroelect., Freq. Contr., UFFC-54 (7) (2007), 1382-1385, 2007.
- Yu.V.Gulyaev, "Peculiarities of the Aisimkin Jr. plate modes in LiNbO₃ and Te single crystal" IEEE Trans. on Ultrason, Ferroelect., Freq. Contr., UFFC-56 (6) (2009), 1042-1045, 2009.
- M.Onoe, S.Kaga, "Analytical study of Anisimkin's (Quazilongitudinal) modes in piezoelectric plates", 2010 IEEE International Frequency Control Symposium, New Port Beach, California – June 2-4, 2010, paper ID 6041, 2010.
- 11. И.А.Викторов. "Физические основы применения ультразвуковых волн Рэлея и Лэмба в технике". – М.: Наука, С. 168., 1966
- М.К.Балакирев, И.А.Гилинский. "Волны в пьезокристаллах." Новосибирск: Наука, С. 240, 1982
- Auld B.A., "Acoustic Fields and Waves in Solids", J. Wiley & Sons, New York, V.1. P.424,V.2. P.414, 1973.
- Дж. Фарнел. "Свойства упругих поверхностных волн. Физическая акустика". Под. ред. У.Мэзона, Р.Тиерстена: Пер. с анг. – М.: Мир. С.139-202, 1973
- 15. Slobodnik A.J., Jr., Conway E.D., Delmonico R.T. "Microwave Acoustic Handbook". Air Force XCambridge Research LabReport, № AFCRLR-TR-73-0597. P. 728, 1973.
- 16. V.I.Anisimkin. "General Properties of the Anisimkin Jr.'Plate Modes", IEEE Trans.Ultrason. Ferroelectr.Freq.Control. V.57. N°9, 2028-2034, 2010.
- Tiersten H.F., Rubin D. "On the fundamental antisymmetric mode of the wedge guide". IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Milwaukee, 11-14 Nov., p.117-120, 1974

- A.M.Lomonosov, P.D.Pupyrev, P.Hess, et.al. "Leaky wedge waves in sungle crystal silicon." IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Prague, 21-25 July, p. 1362-1365, 2003.
- 19. Камщицкий И.В. "О поверхностной волне, бегущей вдоль ребра упругого клина", Алгебра и Анализ., № 1. С. 86-92, 2008.
- П.Д.Пупырев. "Линейные и нелинейные клиновые волны в твердых телах", Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, Москва, 2017
- И.В.Анисимкин, В.И.Анисимкин, Ю.В.Гуляев. "Метод поверхностных акустических волн: новые аналитические возможности". Поверхность.. № 8. С. 3-9, 2000.
- 22. Р.Г. Крышталь, А.В. Медведь, Ф.Е. Проказин, А.А. Соколова. "Способ измерения малых изменений температуры". Патент на изобретение № 2549223. Опубликовано 20.04.2015. Бюл. №11, 2015.
- 23. Р.Г.Крышталь, А.В. Медведь, Ф.Е. Проказин, А.А. Соколова. "Чувствительные элементы на основе резонатора на ПАВ для датчиков температуры с термометрической лупой", Датчики и системы. №1. стр 31-36, 2014.
- 24. Ю.В. Гуляев, Р.Г. Крышталь, А.В. Медведь, В.Е. Земляков, В.В. Шемет, Хоанг ван Фонг, "Перестраиваемый газовый датчик на основе акустического волновода", Акустический журнал, № 1., т.47, стр.52-55, 2001
- 25. Р.Г. Крышталь, А.В. Медведь "Исследование сорбционных процессов в структуре пьезоэлектрик – пленка молекулярно - импринтированного полимера с помощью поверхностных акустических волн Рэлея," ЖТФ. том 79. №9. Стр.120-124, 2009.
- Ю.В.Гуляев. "Акустоэлектронные устройства обработка и генерации сигналов", М., Радиотехника, 2012
- 27. H.Campanella Pineda "Thin-film acoustic wave resonators FBAR: fabrication, heterogeneous integration with CMOS technologies and sensors applications", Doctoral thesys, Barcelona and Montpellier, December 2007
- M. Benetti, D. Cannata, F. Di. Pietrantonio, V. Foglietti, E. Verona, "Microbalance chemical sensor based on thin-film bulk acoustic wave resonators". Applied Phys.Lett., v.87, pp. 173504 1-3, 2005
- M. Penza, G.Cassano, P. Aversa, E. Verona, M. Benetti, D. Cannata, F. Di Pietrantonio, W. Wlodarski. "Thin film bulk acoustic resonator vapor sensors with single-walled carbon nanotubes – based nanocomposite layer". IEEE Sensors 2007, Atlanta (GE), 28 – 31 October 2007, p.185. 2007

- 30. A. Reinhardt, M. T. Delaye, J. Abergel, V. Kovacova, M. Allain, L. Andreutti, D. Mercier, J. Georges, F. Tomaso, P. P. Lassagne, E. Defaя, N. Chretien, T. Baron, G. Martin, E. Lebrasseur, S. Ballandras, L. Chommeloux, J. M. Lesage. "Ultra-high Q.f product laterally-coupled AlN/silicon and AlN/sapphire High Overtone Bulk Acoustic wave Resonators". IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Prague (Czech Republic), 21-25 July, p.1992-1995, 2013.
- 31. M. Benetti, D. Cannatà, F. Di Pietrantonio, V. Fedosov, E. Verona, Gigahertz-range Electro-Acoustic Devices Based on Pseudo-Surface-Acoustic-Wave in AlN/Diamond/Si Structures, Appl. Phys. Letters, 87, 033504 1-3, 2005.
- R.M.White, S.W.Wenzel. "Plate-Mode Ultrasonic Sensor". US Patent 5,189,914, March 2, 1993
- 33. B.V. Sveshnikov, S.G. Suchkov, S.S. Yankin [et al], "Feasibility of SAW tags in the 6 GHz frequency band", 2013 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Prague (Czech Republic), 21-25 July, p. 1408–1411, 2013.
- 34. Ю.В.Гуляев, С.Г.Сучков, С.С.Янкин. "Радиочастотная идентификационная метка на поверхностных акустических волнах". Радиотехника и Электроника. Т.60. - №4. С.429, 2015.
- 35. M.Hamsch, R.Hoffmann, W.Buff, M.Binhack, S.Klett. "An Interrogation Unit for Passive Wireless SAW Sensors Based on Fourier Transformation". IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectric, Freq.Control. V.51. No.11. pp.1449-1456, 2004.
- L.M.Reidl, I.M.Shrena. "Wireless Measurements of Temperature Using Surface Acoustic Wave Sensors". IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectric, Freq.Control. V.51. No.11. P.1457-1463, 2004.
- A.Karilainen, T.Finnberg, T.Uelzen, K.Dembowski, J.Muller. "Mobile Patient Monitoring Based on Impedance-Loaded SAW Sensors". IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectric, Freq.Control. V.51. No.11. P.1464-1469, 2004.
- J.Vig. "Chemical and biological sensor based on microresonators". US Patent 5,744,902, Apr.28, 1998
- 39. Vig, A,Ballato. "Techniques for sensing the properties of fluids with a resonators assembly". US Patent 6,260,408, Jul.17, 2001
- 40. Zaitsev B.D., Kuznetsova I.E., Shikhabudinov A.M., Vasiliev A.A., "The research of the piezoelectric crystal resonators with the lateral field excitation", Proceedings of IEEE Ultrasonics Symp., 2010, Oct. 11-13, 2010, San-Diego, USA, pp.946-949, 2010.

- 41. Y.Hu, L.A.French, K.Radecsky, M.Pereira da Cunha, P.Millaed, J.F.Vetelino. A Latera; "Field Excited Liquid Acoustic Wave Sensor". IEEE Trans. Ultrason, Ferroelectr., Frequency Control, V.51, № 11. p.1373-1380, 2004.
- B.D. Zaitsev, A.M.Shikhabudinov, A.A.Teplykh, I.E. Kuznetsova. "Liquid sensor based on a piezoelectric lateral electric field-excited Resonator". Ultrasonics. V.63. p.179-183, 2015.
- 43. A.Itoh, M.Ichihasi "Separate density and viscosity measurements of unknown liquid using quartz crystal microbalance", J.Aip Advances. V. 6. № 9. P.206-249, 2016
- 44. F.Tan, P.Ye, D.Qui, L.Guo, W.Huang, H.Zeng, D.Hou "A new method for measuring properties of liquid by using a single quartz crystal microbalance", European Frequency and Time Forum & International Frequency Control Symposium 10 – 13 July 2017, Besançon, France, paper 11067, 2017.
- 45. T.Oyama, J.Kondoh, S.Shiokawa. "Measurements of Particles in Liquid Using Surface Acoustic Wave Sensor". Proc. of the 2004 IEEE International Frequency Control Symposium, Montreal (Canada) 23 – 27 Aug., p.235-240, 2004.
- 46. Kostial P. Surface Acoustic "Wave Control of the Ion Concentration in Water", Appl. Acoustics. N 41. p.187-193, 1994.
- Kostial P., Machalikova J., Cernobila F. "Using an Immersion Surface Acoustic Wave Sensor for Liquid Testing", J.Phys III France, N3. P.355-362, 1993.
- Kostial P., Machalikova J., Kaniok J. "The Application of Surface Acoustic Waves for the Study of Liquids", Acta Phys. Slov. Vol. 43.No.3. P.169-176, 1993.
- 49. Kostial P., Machalikova J. "Surface Acoustic Wave Diagnosis of Oil Wearing, Acta Acustica. N1.P.119-122, 1993.
- Sicco A.J. Martin S.J. "Acoustic Wave Viscosity Sensor", Appl. Phys. Lett. 50(21), 25, P.1474 - 1476 May 1987.
- Hughes R.C., Martin S.J., Frye G.C., Ricco A.J. "Liquid-Solid Phase Transition Detection with Acoustic Plate Mode Sensors: Application to Icing of Surfaces", Sensors&Actuators. 1990.Vol. A21-A23. P.693-699, 1990.
- Moritake H., Inoue M., Toda K. "Liquid Viscosity Measurement Using Plate Mode Shear Horizontal Waves on a Piezoelectric Ceramic Thin Plate", Jpn.J.Appl.Phys. Vol. 36. p.6088-6091, 1997
- Moriizumi T., Unno Y., Shiokawa S. "New Sensor in Liquid Using Leaky SAW", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Denver (CO), 14-16 Oct. P.579-582., 1987

- 54. Martin S.J., Ricco A.J., Hughes R.C. "Acoustic Wave Devices for Sensing in Liquids", Proc. of the 4th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Tokyo, Japan, 2 Jun, P.478-481., 1987.
- 55. Shana Z., Josse F. "Analysis of Liquid-Phase based Sensors Utilizing SH Surface Waves on Rotated Y-Quartz", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 4-7 Dec., P.123-126, 1990.
- 56. Nomura T., Yasuda T. "Measurement of Acoustic Properties of Liquids Using SH-type Surface Acoustic Waves", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 4-7 Dec.P.307-310,1990
- Martin B.A., Wenzel S.W., White R.H. "Viscosity and Density Sensing with Ultrasonic Plate Waves", Sensors&Actuators. Vol. A21-A23.P.704-708, 1990.
- 58. Furukawa S., Furukawa H., Nomura T., Yasuda T., Tamura M. "Precise Estimation of Viscosity of Liquid Using Leaky Surface Acoustic Waves Propagating Along Liquid/Polymer/LiNbO3 Structures", 1992 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Tucson (AZ), 20-23 Oct. P.303-306., 1992.
- Somura T., Yasuda T., Furukawa S." One-Port Surface Acoustic Wave Resonator for Sensing in Liquids", 1992 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Tucson (AZ), 20-23 Oct. P.299-302. 1992.
- Hauden D., Hoummady M., Choujaa A., Bastien F. "Acoustic Wave Sensors Quartz Technological Channel and Silicone Technology", 1992 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Tucson (AZ), 20-23 Oct. P.310-313. 1992.
- Jakoby B., Vellekoop M.J." Viscous Losses of Shear Waves in Layered Structures Used for Biosensing", Ultrasonics Symposium Proc., Sendai (Japan), 5-8 Oct., P.90-93. 1998.
- 62. Teston F., Tessier L. Feuillard G., Richard E., Roncin A., Lethiecq M. "The Multi-layered Effective Permittivity Function Applied To the Mass Loading And Viscous Coupling In Shear Horizontal-Acoustic Plate Modes", Sensors&Actuators B. Vol. 59.P.171-176. 1999.
- Herrmann F., Weihnacht M. "Sensor Based On Shear-Horizontal Surface Acoustic Waves in Layered Quartz/SiO2 and LiTaO3/ SiO2 Structures", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., South Lake Tahoe (NV), 17-21 Oct., P.413-416, 1999.
- 64. Calabrese G.S., "Wohltjen H., Roy M.K. Surface Acoustic wave Devices as Chemical Sensors in Liquids. Evidence Disputing the Importance of Rayleigh Wave Propagation", Anal.Chem., N59. P.833-837, 1987.
- Kostial P. "Surface Acoustic Wave Measurements of Evaporation Rate", Appl. Acoustics. Vol.47. N 2. P.121-127. 1996

- 66. Hou J., van de Vaart H. "Mass Sensitivity Of Plate Modes In Surface Acoustic Wave Devices And Their Potential As Chemical Sensors", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Denver (CO), 14-16 Oct. P.573-575. 1987.
- 67. Wenzel S.W., White R.M. A "Multisensor Employing an Ultrasonic Lamb-Wave Oscillator", IEEE Trans.Electron. Devices. Vol. 35. N6. P.735-743. 1988.
- Andle J., Vetelino J., Lade M., McAllister D. "Detection of Nucleic Acid Hybridization with an Acoustic Plate Mode Microsensor", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 4-7 Dec., P.291-294. 1990.
- Andle J.C., Vetelino J.F., Lade M.W., McAllister D.J. "An Acoustic Plate Mode Biosensor", Sensors&Actuators B.N8. P.191-198. 1992.
- Rajendran V., Koike M., Hashimoto K. "Mass Density Sensor For Liquids Using ZnO Film/Al – Foil Lamb Wave Device IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Tucson (AZ), 20-23 Oct., P.263-268. 1992.
- 71. J.C.Andle, J.T.Weaver, J.F.Vetelino, D.J.McAllister "Selective Acoustic Plate Mode DNA Sensor", Sensors&Actuators B 24-25, p.129-133. 1995.
- 72. Josse F., Andle J.C., Vetelino J.F., Dahint R., Grunze M. "Theoretical and Experimental Study of Mass Sensitivity of PSAW-APMs on ZX-LNO", IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control Vol.UFFC42. No.4.1995.
- Josse F., Dahint R., Schumacher J., Grunze M., Andle J.C., Vetelino J. "On the Mass Sensitivity of Acoustic-Plate-Mode Sensors", Sensors & Actuators A. A 53. P.243-248. 1996
- 74. Seigel R.R., Harder P., Dahint R., Grunze M., Josse F., Mrksich M., Whitesides G. "On-Line Detection of Nonspecific Protein Adsorption at Artificial Surfaces", Anal. Chem.Vol.69. N16. P.3321-3328. 1997.
- 75. Teston F., Feuillard G., Tessier L., Lethiecq M. "Mass Sensitivity of Acoustic Plate Mode in Liquids", IEEE Trans. Vol.UFFC 45.- N.5. September 1998
- 76. Dahint R, Bender F, Morhard F. "Operation of Acoustic Plate Mode Immunosensors in Complex Biological Media", Anal. Chem. N 71. P.3150-3156.1999
- 77. Bender F., Dahint R., Josse F., Ricco A.J., Martin S.J. "Characteristics of Acoustic Plate Modes on Ratated Y-Cuts of Quartz Utilized for Biosensing" Applications Anal. Chem. N71. P.5064-5068. 1999.
- 78. Esteban I, Dejous C, Rebiere D, Pistre J, Planade R. "Study of the Mass Sensitivity of SH-APM Sensors with Maple V", Sensors&Actuators. N 76, P.43-50. 1999.
- 79. Andle J.C, Vetelino J.F, Lec R, McAllister D.J. "An Acoustic Plate Mode Immunosensor" IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Denver (CO), 14-16 Oct., P.579-584. 1989

- Rapp M., Moss D.A., Reicher J., Ache H.J. "Acoustoelectric Immunosensor Based On Surface Transverse Waves For In Situ Measurements In Water", Proc. 7th Internat. Conf. on Solid State Sensors and Actuators, Transducers '93, Yokohama, J, June 7-10, P.90-93. 1990
- Bi. Gizeli E., Goddard N.J., Lowe C.R., Stevenson A.C. "A Love Plate Biosensor Utilizing a Polimer Layer", Sensors&Actuators B. N6. P.131-137. 1992
- Kovacs G., Venema A. "Theoretical Comparison Of Sensitivities Of Acoustic Shear Wave Modes For (Bio) chemical Sensing In Liquids", Appl.Phys.Lett. Vol. 61. N6.P.639-641. 1992.
- Kovacs G., Lubking G.W., Vellekoop M.J., Venema A. "A Love Waves for (Bio) chemical Sensing in Liquids1992 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Tucson (AZ), 20-23 Oct., P.281-285. 1992.
- Baer R.L., Flory C.A., Tom-Moy M., Solomon D.S. "STW Chemical Sensors", IEEE 1992 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Tucson (AZ), 20-23 Oct., P.293-298.1992.
- Kovacs G., Vellekoop M.J., Haueis R., Lubking G.W., Venema A. "A Love Sensor for (Bio) chemical Sensing in Liquids, Sensors&Actuators A43. P.38-43. 1994.
- 86. Hunklinger S, von Schikfus M. "Chemical Sensing in Gases and Liquids with Surface Acoustic Devices", Ibid.
- Tom-Moy M., Baer R.L., Solomon D.-S., Doherty T.P. "Atrazine Measurements Using Surface Transverse Wave Devices', Anal. Chem. N 67. P.1510-1516. 1995.
- Welsch W. Klein C., von Schikfus M., Hunklinger S. "Development of Surface Acoustic Wave Immunosensor", Anal. Chem. 1996. N 68. P.2000-2004. 1996.
- Gizeli E., Lowe C.R., Liley M., Vogel H. "Detection of Supported Lipid Layers With the Acoustic Love waveguide device" Application to Biosensors, Sensors&Actuators B.N 34. P.295-300. 1996.
- 90. Du J., Harding G.L., Ogilvy J.A., Dencher P.R., Lake M. "A Study of Love-Wave Acoustic Sensors", Sensors&Actuators A. N 56, P.211-219. 1996.
- Von Schikfus M., Welsch W., Weib M., Hunklinger S. "Biosensing With Surface Acoustic Wave Devises", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Toronto (Canada), 5-8 Oct, pp. 124-128. 1997
- Gizeli E., Liley M., Lowe C.R., Vogel H. "Antibody Binding to a Functionalized Supported Lipid Layer" A Direct Acoustic Immunosensor, Anal. Chem. N 69. P.4808-4813. 1997.

- 93. Freudenberg J., Schelle S., Beck K, von Schickfus M., Hunklinger S." A Contactless Acoustic Wave Biosensor", 1997 IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Toronto (Canada), 5-8 Oct., P.90-93. 1997.
- 94. Du J., Harding G.L. "A Multilayer Structure for Love-mode Acoustic Sensors", Sensors&Actuators A. 65. P.152-159. 1998
- Cowan S.E., Black J., Keasling J.D., White R.M. "Ultrasonic Flexural-Plate-Wave Sensor for Detecting the Concentration of Settling E.Coli W3110 Cells", Anal. Chem. N71.P. 3622-3625. 1999.
- Niemczyk T.M., .Martin S.J., G.S.Frye, Ricco A.J. "A Acoustoelectric Interaction of Plate Modes With Solutions", Appl. Phys. Vol 64. N 10. P.5002-5008. 1998.
- Martin S.J., Ricco A.J., Niemczyk T.A., Frye G.C. "Characterization of SH-Acoustic Plate Mode Liquid Sensors", Sensors&Actuators. B20. P.253-268. 1989.
- Dejous C., Savart M., Rebiere D., J.Pistre "A Shear-horizontal Acoustic Plate Mode (SH-APM) Sensor for Biological Media', Sensors&Actuators B.26-27., P.452-456. 1995
- Caliendo C., D'Amico A., Verardi P., Verona E. "K+ Detection Using Shear Horizontal Acoustic Modes", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 4-7 Dec., P.383-387. 1990.
- 100.Baer R.L., Flory C.R. "Some Limitations on the Use of Leaky SAW Mode Sensors in Liquids", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Orlando (FL), 8-11 Dec., 279-284. 1991.
- 101. Kondoh J., Nakamura M., Matsui Y., Shiokawa S. "Water Recognition Using SH-SAW Sensors", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Orlando (FL), 8-11 Dec. P.390-393. 1991.
- 102. Shiokawa S., Kondoh J., Matsui Y. "Application of liquid phase SH-SAW sensor for biosensing and taste sensor", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Orlando (FL), 8-11 Dec. P.270-273. 1991.
- 103. Kondoh J., Matsui Y., Shiokawa S., Wlodarski W.B. "Enzyme-immobilized SH-SAW biosensor", Sensors&Actuators B 20. P.199-203. 1994.
- 104. Kondoh J., Saito K, Shiokawa S., Suzuki H. "Multichannel Shear Horizontal Surface Acoustic Wave Sensor for Liquid Characterization", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Seattle (WA), 7-10 Nov., P.445-449. 1995.
- 105. Kondoh J., Yogi S., Hayashi S., Shiokawa S. "Measurement Of Complex Permittivity Using a Surface Wave Liquid-Phase Sensor", World Congress on Ultrasonics: Proceedings. Yokohama. P.94-95. 1997.
- 106. Yamazaki T., Kondoh J., Matsui Y., Shiokawa S. "Estimation of Components and Concentrations in Mixture Solutions of Electrolytes Using a Liquid Flow System With

Acoustic Wave Sensor", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Sendai (Japan), 5-8 Oct., P.73-76. 1998.

- 107. Kondoh J., Yamazaki T., Matsui Y., Shiokawa S. "Identification of Ion Species in Electrolitic Solutions Using Surface Acoustic Wave Liquid Flow Sensing System Based on New Pattern Recognition Method", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., South Lake Tahoe (NV), 17-21 Oct., P.471-476. 1999.
- 108. Nomura T., Saitoh A., Horikoshi Y., Furukawa S. "Liquid Sensing System Based On Two Port SH-SAW Resonator", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., South Lake Tahoe (NV), 17-21 Oct., P.477-480. 1999.
- 109. Shiokawa S., Kondoh J. "Surface Acoustic Wave Sensor For Liquid-Phase Application", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., South Lake Tahoe (NV), 17-21 Oct., P.445-452. 1999.
- 110. Joshi S.G., Jin Y. "Use of a SAW Device for Measuring Flow Rate of Liquids", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 4-7 Dec., P.319-321. 1990.
- 111. Anisimkin I.V., Anisimkin V.I., Cimmino A., Verona E. "Multichannel Acoustic Tool for Sensing in Liquid Microdroplets IEEE Ultrasonics Symposium Proc., San Juan, Puerto Rico, 22-25 Oct., P.713-716. 2000.
- 112. B.T.Cunningham, J.R.Williams. "Flexural Plate Wave Sensor and Array". US7000453 (B2), CUNNINGHAM et.al., 28.07.2005
- 113. M.F.Miller, S.Bakshi. "Microfabricated Devices and Method for Fabricating microfabricated devices". US8004021 (B2), BIOSCALE INC, 13.12.2007
- 114. R.M.White, S.V. Wenzel. B.J. Costello. "Plate-mode Ultrasonic Sensors". US5189914 (A), WHITE R. et al., 02.03.1993
- 115. R. M. White, S.V. Wenzel. "Plate-mode Ultrasonic Structure Including a Gel". US5212988 (A), WHITE R. et al., 25.05.1993
- 116. Р.Г.Крышталь, А.В.Медведь. "Одноканальный датчик на горизонтально-сдвиговых поверхностных акустических волнах для идентификации веществ в жидкой фазе", Письма ЖТФ, том 36, вып.2, стр. 31-38. 2010.
- 117. I.E.Kuznetsova, B.D.Zaitsev, E.P.Seleznev, E.Verona. "Gasoline identifier based on SH0 plate acoustic waves". Ultrasonics. V. 70. № 1.P.34–37, 2016.
- 118. E.L.Adler, J.K.Slaboszewics, G.W.Farnell, and C.K.Jen, "PC software for SAW propagation in anisotropic multi-layers", IEEE Trans. Ultrason, Ferroelect., Freq. Contr., vol.37, pp.215-220, Sep.1990
- 119. M.B.Schulz, J.H.Matsinger, "Rayleigh wave electromechanical coupling constants", Appl.Phys.Lett., vol.20, pp.367-369, 1972

- 120. К.Н.Козловский, А.В.Ананских, А.П.Лавут "Расчет Рэлеевских волн на поверхности пластин кварца". Проблемы Радиоэлектроники. Сер. "Общетехническая". Т.10. № 10. - С.70-77, 1968.
- 121. A.J.Slobodnik, Jr. "Surface acoustic Waves", Proceedings of the IRE, vol.64. no.6, pp.581-595, 1976.
- 122. J.D.Sterhagen, K.Mitzner, E.Berkenpas, M.Karlgaard, C.E.Wold, D.W.Galipeau. "A direct Digital Synthesis System for Acoustic Wave Sensors". IEEE Sensors Journal, v.2, no.4, pp.288-293, 2002.
- 123. В.И.Анисимкин, И.И.Пятайкин. "Экспериментальные установки для исследования акустоэлектронных датчиков в импульсном и непрерывно режимах", Нелинейный Мир. Т. 13. № 4. С. 17-20. 2015.
- 124. Hu Y., French Jr. L.A., Radecsky K. "A lateral field excited liquid acoustic wave sensor". IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 5-8 Oct., P.46-51. 2003
- 125. R. C. Weast, Ed. "Chemical Rubber Company Handbook of Chemistry and Physics".66th ed. Boca Raton, FL: Chemical Rubber, p.D254, 1985.
- 126. D.S.Ballantine, R.M.White, S.J.Martin, A.J.Ricco, E.T.Zeller, G.C.Frye, and H.Wohltjen "Acoustic Wave Sensors". San Diego: Academic Press, Ch.3, 1997.
- 127. Anisimkin V.I. IEEE Trans. "Anisotropy of the Acoustic Plate Modes in ST-Quartz and 128oY-LiNbO3", Ultrason., Ferroelectr., Freq. Control. V. 61. N. 1. P.120. 2014.
- Anisimkin I.V., Anisimkin V.I. "Attenuation of Acoustic Normal Modes in Piezoelectric Plates Loaded by Viscous Liquids", IEEE Trans. on Ultrason, Ferroelect., Freq. Contr. V. 53. N 8. P.1487. 2006.
- 129. F. Di Pietrantonio, M. Benetti, D. Cannata, R. Beccherelli, and E.Verona "Guided Lamb Wave Electroacoustic Devices on Micromachined AlN/Al Plates", IEEE Trans. on Ultrason, Ferroelectr., Freq. Control, vol.57, no.5, pp.1175-1182, May 2010
- 130. J. Zou, C.-M.Lin, D. G. Senesky, A. Pisano, "Thermally stable SiO2/AlN/SiO2 Lamb wave resonators utilizing the lowest-order symmetric mode at high temperatures", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Honolulu (HI), 5-8 Oct., 1077-1080, 2003.
- 131. J. Zou, A. P. Pisano, "Temperature compensation of the AlN Lamb wave resonator utilizing the S1 mode", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Taipei, Taiwan, 21-24 Oct., 07329432, 2015.
- 132. Ю.В Гуляев. "Поверхностные электрозвуковые волны в твердых телах". Письма в ЖТФ. Т.9. №1. С.63-65. 1969.
- 133. В.И.Анисимкин., М.А.Магомедов, В.И. Федосов. "Резонатор на сдвиговых поверхностных волнах". Письма в ЖТФ. Т. 11. № 1. С. 56-61. 1985.

- 134. P.Nicolay, T.Aubert, "An optimized set of temperature coefficients for LGS", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Praga (Cz), 21 25 July, pp.271-274. 2013.
- 135. V.I.Grigorievskii, V.P.Plessky, "Cubic frequency temperature dependence in periodic structures of recessed electrodes on quartz", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Dresden (Germany), 7 - 10 Oct., pp.803-806., 2012.
- 136. K.Yamamoto, "High coupling and zero TCF SH-SAW and SH-boundary SAW using electrodes/rotated YX-LiTaO3 and SiO2/electrodes/rotated YX-LiTaO3" IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Praga (Cz), 21 - 25 July, pp.1061-1064., 2013.
- 137. I.E.Kuznetsova, B.D.Zaitsev, S.G.Joshi S.G. "Temperature characteristics of acoustic wave in thin piezoelectric plates", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Atlanta (GE), 7-10 Oct., pp.157-160. 2001.
- 138. I. V.Anisimkin, V.I.Anisimkin, Yu.V.Gulyaev, E.Verona, "Temperature properties of the acoustic plate modes in quartz", Russian Phys.: Acoustics, vol.48, no.1, pp.12-15, 2002.
- 139.A. Konno, M. Sumisaka, A. Teshigahara, K. Kano, K.-Y. Hashimo, H. Hirano, M. Easashi, M. Kadota, and S. Tanaka, "ScAlN Lamb wave resonator in GHz range released by XeF2 etching", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Praga (Cz), 21 25 July, pp.1378-1381., 2013.
- 140. M.Kadota, M.Esashi, S.Tanaka, Y.Kuratani, and T.Kimura, "High frequency resonators with wide bandwidth using SH0mode plate wave in LiNbO3", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Praga (Cz), 21 - 25 July 2013, pp.1680-1683. 2013.
- 141.V.I.Anisimkin, "Sensing properties of the Anisimkin Jr. acoustic modes in uncoated STquartz plates", IEEE Trans.Ultrason., Ferroelect., Freq.Contr., vol.60, no.10, pp.2204 -2207, October 2013.
- 142. V.I.Anisimkin, "Anisotropy of the acoustic plate modes in ST-quartz and 128°-LiNbO3", IEEE Trans.Ultrason., Ferroelect., Freq.Contr., vol.61, no.1, pp.120-132, January 2014.
- 143. B.D.Zaitsev, S.G.Joshi, I.E.Kuznetsova, "Propagation of QSH (quasi shear horizontal) acoustic waves in piezoelectric plates", IEEE Trans.Ultrason., Ferroelect., Freq.Contr., vol.46, no.5, pp.1298-1302, May 1999.
- 144. Y.Shimuzu and Y.Yamamoto, "SAW propagation characteristics of complete cut of quartz and new cuts with zero temperature coefficient of delay", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Boston (MA), 5-7 Nov., pp. 420-423,1980
- 145.К.С.Александров, Б.П.Сорокин, С.И.Бурков. "Эффективные пьезоэлектрические кристаллы для акустоэлектроники, пьезотехники и сенсоров", Новосибирск: изд-во

Сибирского Отделения Российской Академии Наук. Т.1. 501 С. 2007; Т.2. 429 С. 2008.

- 146. B.P.Sorokin, A.V.Telichko, "Temperature coefficients of elastic constants of trigonal and tetragonal crystals" Joint conference of the IEEE International Frequency Control and the European Frequency and Time Forum, San Francisco (CA), 2-5 May, pp.1-4, 2011.
- 147. И.В.Анисимкин. "Влияние сорбции и тепловых воздействий на распространения акустических волн в твердотельных структурах". Диссертация на соискание к.ф.-мн. Москва, 2002.
- 148.Hashimoto K., Katoda M., Nakao T., Ueda M., Miura M., Nakamura H., Nakanisi H., Suzuki K. "Recent development of temperature compensated of SAW devices", IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Orlando (FL), 18-21 Oct., pp.79-86, 2011.
- 149.Smith R.T., Welsh F.S. "Temperature dependence of the elastic, piezoelectric, and dielectric constants of lithium tantalate and lithium niobate", J. Appl. Phys. V.42. №6. P.2219. 1971.
- 150. Kraut E.A., Tittmann B.R., Graham L.J., Lim T.C. "Acoustic Surface Waves on Metallized and Unmetallized Bi12GeO20" Appl. Phys. Lett. V.17. №7. P.271. 1970.
- 151. Schweppe H., Quadflieg. "Electromechanical Properties of Bismuth Silicon Oxide (Bi12SiO20)" IEEE Trans. V.UFFC-21. №1. P.56. 1974.
- 152. J.Kondoh, K.Saito, S.Shiokawa, and H.Suzuki, "Simultaneous measurements of liquid properties using multichannel shear horizontal surface acoustic wave microsensor", Jpn. J. Appl. Phys., vol.35, 5B, pp.3093-3096, doi: 10.1143/JJAP.35.3093, May 1996
- 153. B.D.Zaitsev, I.E.Kuznetsova, S.G.Joshi, I.A.Borodina, "Acoustic waves in piezoelectric plates boardered with viscous and conductive liquids", Ultrasonics, vol.39, pp.45-50, doi: 10.1016/S0041-624X(00)00040-8., Jan. 2001
- 154. www.radiocomp.net
- 155.S.Shiokawa, J.Kondoh. "Surface acoustic waves sensor for liquid-phase applications", IEEE Ultrasonics Symposium Proc. Caesars Tahoe, NV, USA, 17-20 October. pp.445-452, 1999
- 156.Зайцев Б.Д., Кузнецова И.Е., "Измерение механических и электрических параметров жидкости", Труды XX сессии РАО, 27-31 октября 2008г., г. Москва, т.2, с.64-68, 2008.
- 157.Зайцев Б.Д., Кузнецова И.Е., "Датчик механических и электрических параметров жидкости", Патент РФ на ПМ №73488 от 20.05.2008. Заявка №2007147776/22, приоритет от 25.12.2007

- 158.D.Beyssen, L.Le Brizounal, O.Elmazria, P.Alnot, I.Perry, D.Maillet. "Droplet heating system based on SAW/liquid interaction." IEEE Ultrasonics Symposium Proc., Vancouver, BC, Canada, p.945-948, 2006
- 159.S.J.Martin, A.J.Ricco, T.M. Niemczyk, G.C.Frye. "Characterization of SH acoustic plate mode liquid sensors", Sensors and Actuators. V.20A. P.253-268. 1989

Литература А.

- А1. Анисимкин В.И., Земляницын М.А., Кузнецова И.Е., Пятайкин И.И., Воронова Н.В., Особенности возбуждения и распространения акустических пластинчатых мод в пьезоэлектрических пластинах. Радиотехника и Электроника, т.58, №10, С.1033-1039, 2013
- А2. Анисимкин В.И., Кузнецова И.Е., Пятайкин И.И., Воронова Н.В. Особенности применения акустических пластинчатых мод высших порядков для акустоэлектронных сенсоров Известия РАН. Серия Физическая. Т.79, № 10, С.1437-1441, 2015
- A3. V.I. Anisimkin, I.I. Pyataikin, N.V. Voronova., Propagation of the Anisimkin Jr. and Quasi-Longitudinal Acoustic Plate Modes in Low-Symmetry Crystals of Arbitrary Orientation. IEEE Trans. UFFC-59, no.4, p.806-810, 2012
- A4. V.I. Anisimkin, N.V. Voronova., Acoustic Properties of the Film/Plate Layered Structure IEEE Trans., v.UFFC-58, no.3, p.578-584, 2011
- A5. E.Verona, V.I.Anisimkin, V.A.Osipenko, N.V.Voronova, Quasi longitudinal Lamb acoustic modes along ZnO/Si/ZnO structures Ultrasonics, v.76, no.4, pp.227-233, 2017
- А6. Анисимкин В.И., Верона Е., Воронова Н.В. Чувствительный элемент для акустического жидкостного сенсора. Заявитель и патентообладатель Российская Федерация, ИРЭ им В.А. Котельникова РАН RU2632575C1, заявл. 25.05.2016, опубл. 06.10.2017, Бюл. № 28.
- А7. Анисимкин В.И., Воронова Н.В., Земляницын М.А., Пятайкин И.И., Шихабудинов А.М. Структура акустических мод в пьезоэлектрических пластинах со свободными и металлизированными поверхностями. Радиотехника и Электроника. Т.57. № 7. С. 808-812. 2012.
- A8. V.I.Anisimkin, I.V.Anisimkin, N.V.Voronova, Yu.V.Puchkov. General properties of the acoustic plate modes at different temperatures. Ultrasonics, v.62, September, pp.46-49, 2015.
- А9. Анисимкин В.И., Пятайкин И.И., Воронова Н.В., Пучков Ю.В. Температурные характеристики акустических мод в пластинах пьезоэлектрических кристаллов SiO₂, LiNbO₃,LiTaO₃, Bi₁₂GeO₂₀ и Bi₁₂SiO₂₀. Радиотехника и Электроника, т.61, № 1, с.83-88, 2016

- А10. Анисимкин В.И., Воронова Н.В., Галанов Г.Н. Детектирование жидкостей акустическими пластинчатыми модами квазипродольного типа. Радиотехника и Электроника,т.55, № 9, 2010
- А11. Анисимкин В.И., Воронова Н.В. Акустические волны для измерения параметров жидкости в одной области микропробы жидкости. Нелинейный мир,т.9, № 2, 2011
- А12. Анисимкин В.И., Воронова Н.В. Трехпараметрический датчик жидкости на основе поверхностных и пластинчатых акустических волн. Нелинейный Мир, Т.14, № 1, СС.48-50, 2016
- А13. Анисимкин В.И., Воронова Н.В. "Интегральная решетка акустических датчиков для приборов электронный язык", Нелинейный мир, Т15, №2, СС. 5-11, 2017
- А14. Анисимкин В.И., Воронова Н.В. "Интегральная решетка акустических датчиков для распознавания жидкостей микролитрового объема" Известия РАН. Сер.Физич., т.81, № 8, СС.1010-1013, 2017.
- А15. Анисимкин В.И., Воронова Н.В. Гибридный акустический сенсор системы электронный нос и электронный язык. Заявитель и патентообладатель Российская Федерация, ИРЭ им В.А. Котельникова РАН - RU2649217C1, заявл. 24.03.2017, опубл. 30.03.2018, Бюл. №10.