

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ПРЕЦИЗИОННЫХ АКУСТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ В ЖИДКИХ КРИСТАЛЛАХ

Фазовые переходы в жидких кристаллах сопровождаются существенным изменением характера температурных зависимостей скорости и коэффициента поглощения ультразвука, а также их анизотропии. В этом случае первостепенный интерес представляет измерение не столько абсолютных величин акустических параметров, сколько их изменений, причем чувствительность аппаратуры к изменениям скорости и коэффициента поглощения ультразвука должна быть достаточно высокой, поскольку эти изменения весьма малы, абсолютная точность при этом может быть невысокой. Немаловажным требованием является малый объем исследуемого образца, позволяющий обеспечить малые градиенты температуры и индукции ориентирующего магнитного поля. Весьма узкий температурный интервал фазовых переходов (0,5 К и менее), сильная зависимость акустических параметров ЖК от температуры требует поддержания и измерения температуры с погрешностью не более $5 \cdot 10^{-3}$ К. Ниже описывается оригинальный импульсно-фазовый метод переменной частоты и установка для его реализации, позволяющая измерять на частотах 3,6 ; 8,8 ; 15 МГц относительное изменение скорости $\Delta c/c$ и абсолютное изменение коэффициента поглощения $\Delta \alpha / f^2$ ультразвука с разрешающей способностью $5 \cdot 10^{-6}$ и $(4 \dots 20) \cdot 10^{-15} \text{ с}^2_{\text{м}}^{-1}$ соответственно. Рассматриваются также способы и приборы, позволяющие измерять температуру с разрешающей способностью $1 \cdot 10^{-3}$ К и регулировать с погрешностью $\pm 3 \cdot 10^{-3}$ К.

ИМПУЛЬСНО-ФАЗОВЫЙ МЕТОД ПЕРЕМЕННОЙ ЧАСТОТЫ

Блок-схема метода представлена на рис.2.1. Радиоимпульс подается одновременно на кварцевый пьезопреобразователь, расположенный в измерительной камере 1 и на аттенуатор 2, прошедшие

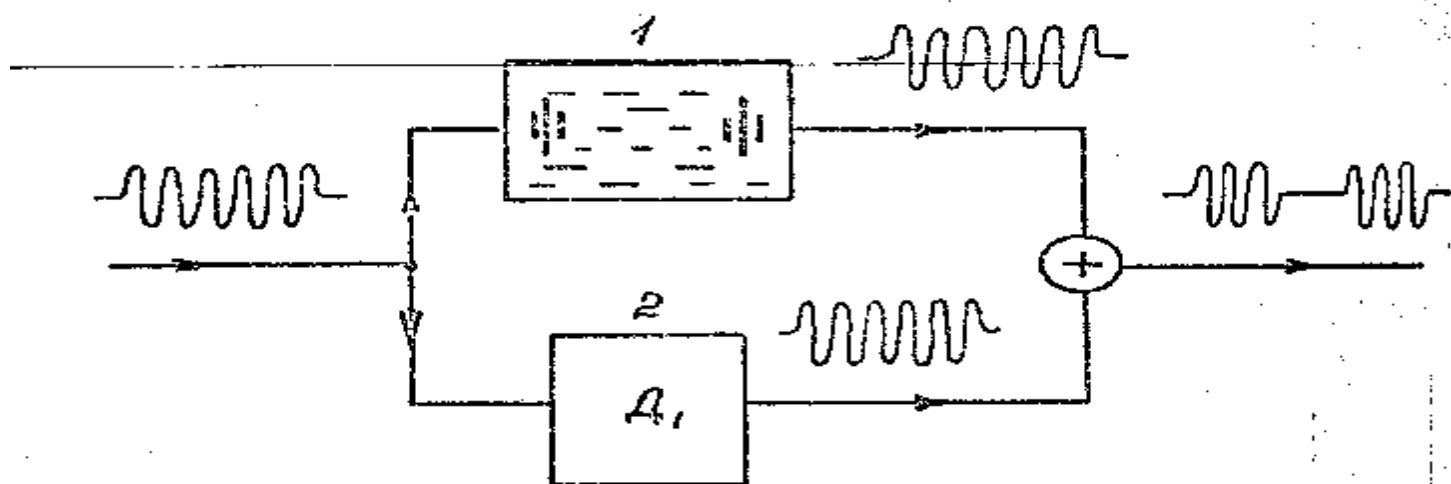


Рис.2.1. Блок-схема импульсно-фазового метода.

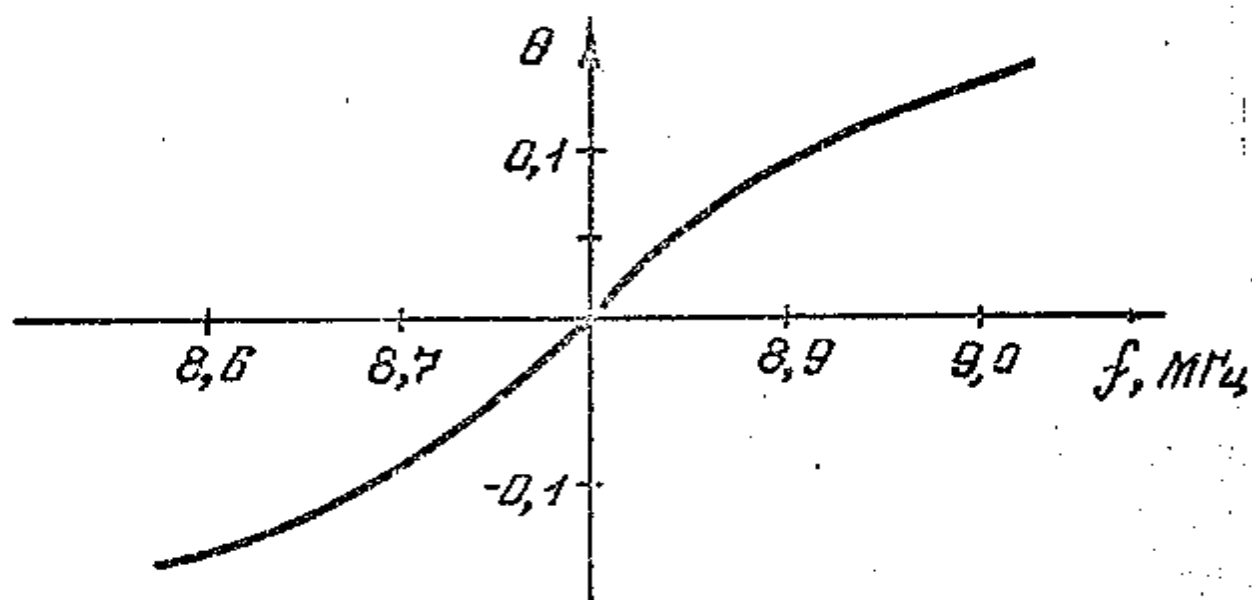


Рис.2.2. ФЧХ кварцев: 8,8 МГц

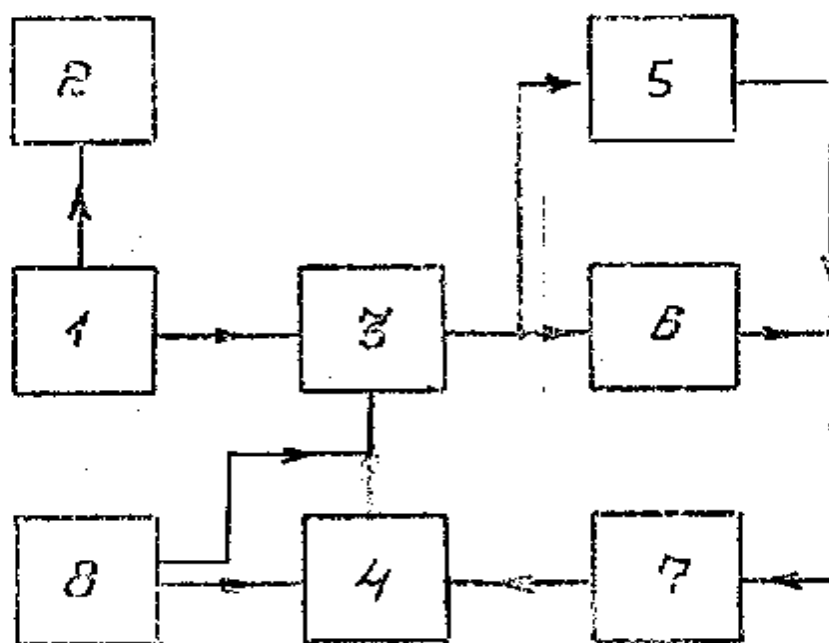


Рис.2.3. Блок-схема цепи с обратной связью

через исследуемый объект и аттенуатор сигналы суммируются. При длительности импульса τ_M , удовлетворяющей соотношению $\frac{d}{c} < \tau_M < \frac{2d}{c}$, (где d - акустическая база, c - скорость звука) прошедшие импульсы перекрываются во времени, и их сумму можно наблюдать на осциллографе; паразитные сигналы, обусловленные многократными отражениями в камере, разделены по времени от основного. При условии $\tau_M \gg T$ (T - период колебаний) можно считать прошедшие через камеру и аттенуатор сигналы непрерывными и записать их следующим образом:

$$u_k = U_k \cdot \sin\left[2\pi f\left(t + \frac{d}{c}\right) + \varphi(f) + \varphi_0\right], \quad (2.1)$$

$$u_a = U_a \cdot \sin(2\pi f t), \quad (2.2)$$

где f - частота сигналов, t - текущее время, $\varphi(f)$ - фазовый сдвиг в пьезопреобразователях, зависящий от частоты, φ_0 - постоянный фазовый сдвиг. При выравнивании амплитуд сигналов аттенуатором $U_k = U_a = U$ и их сумма запишется следующим образом:

$$u = u_a + u_k = 2U \cdot \sin\left[2\pi f\left(t + \frac{d}{2c}\right) + \frac{\varphi(f) + \varphi_0}{2}\right] \cdot \cos\left[2\pi f\left(\frac{d}{2c} + \frac{\varphi(f)}{2} + \frac{\varphi_0}{2}\right)\right] \quad (2.3.)$$

и будет равна нулю при условии

$$f \cdot \frac{d}{c} + \frac{\varphi(f)}{2\pi} + \frac{\varphi_0}{2\pi} = \frac{1}{2} + n, \quad (2.4)$$

где $n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$

Пусть при $c = c_0$ условие (2.4) выполняется на частоте f_0 , если скорость изменится на величину Δc , то условие (2.4) будет выполняться на частоте $f_0 + \Delta f$. Запишем соответствующие выражения:

$$f_0 \frac{d}{c_0} + \frac{\varphi(f_0)}{2\pi} + \frac{\varphi_0}{2\pi} = \frac{1}{2} + n \quad (2.5)$$

$$(f_0 + \Delta f) \cdot \frac{d}{c_0 + \Delta c} + \frac{\varphi(f_0 + \Delta f)}{2\pi} + \frac{\varphi_0}{2\pi} = \frac{1}{2} + n \quad (2.6)$$

Отсюда следует, что

$$f_0 \frac{d}{c_0} = (f_0 + \Delta f) \cdot \frac{d}{c_0 + \Delta c} + \frac{\Delta \varphi}{2\pi} \quad (2.7)$$

где: $\Delta \varphi = \varphi(f_0 + \Delta f) - \varphi(f_0)$

После преобразования при $\Delta c \ll c$ получим:

$$\frac{\Delta c}{c_0} = \frac{\Delta f}{f_0} + \frac{\Delta \varphi}{2\pi} \cdot \frac{c_0 + \Delta c}{d \cdot f_0} \approx \frac{\Delta f}{f_0} + \frac{\Delta \varphi}{2\pi} \cdot \frac{c_0}{d \cdot f_0} \quad (2.8)$$

или

$$\frac{\Delta c}{c_0} = \frac{\Delta f}{f_0} \left(1 + a \cdot \frac{c_0}{d} \right) \quad (2.9)$$

где $a = \Delta \varphi / 2\pi \Delta f$ — крутизна фазово-частотной характеристики (ФЧХ) системы из двух пьезопреобразователей вблизи частоты f_0 , которую можно определить следующим образом. Измерив частоты f_1 и f_2 , соответствующие минимумам суммарного сигнала при различающихся на единицу значениях n в жидкости с известной скоростью звука из формулы (2.4), можно определить величину

$$\frac{\Delta \varphi^*}{2\pi} = \frac{\varphi(f_2)}{2\pi} - \frac{\varphi(f_1)}{2\pi} = \frac{d}{c} (f_1 - f_2) + 1 \quad (2.10)$$

соответствующую частотам соседних минимумов суммарного сигнала, и аппроксимировать ФЧХ пьезопреобразователей ломаной линией, вид которой для пьезопреобразователей с резонансной частотой 8,8 МГц показан на рис.2.2. Проведенные измерения показали, что вблизи частоты резонанса ФЧХ достаточно хорошо описывается отрезком прямой линией с угловым коэффициентом $a = 1,1 \cdot 10^{-6} \text{ Гц}^{-1}$, при этом

$f_2 - f_1 = 150$ кГц. Подставив это значение в формулу (2.9), нетрудно увидеть, что при $c = 1500$ м.с⁻¹, $d = 8$ мм величина $a \cdot c_0 / d = 0,2$, то есть систематическая ошибка от пренебрежения сдвигом фазы в пьезопреобразователях составляет 20%. Из выражений (2.10) и (2.9) получим расчетную формулу для относительного изменения скорости ультразвука:

$$\frac{\Delta c}{c} = \frac{\Delta f}{f} \cdot \frac{1}{(f_2 - f_1) \tau}, \quad (2.11)$$

где τ — время прохождения радиоимпульса через образец. Поскольку крутизна ФЧХ пьезопреобразователей зависит от акустического импеданса среды, в которой они работают, поправочный коэффициент $[(f_2 - f_1) \tau]^{-1}$ определяется при всяком существенном изменении скорости звука или плотности исследуемого объекта.

Изменение коэффициента поглощения ультразвука $\Delta \alpha / f^2$ определяется по изменению показаний аттензатора ΔD по формуле

$$\frac{\Delta \alpha}{f^2} = \frac{\Delta D}{d \cdot f^2 \cdot 8,69}, \quad (2.12)$$

где ΔD измеряется в децибеллах. Нелинейность амплитудно-частотных характеристик (АЧХ) пьезопреобразователей приводит к дополнительным погрешностям в измерении величины $\Delta \alpha / f^2$, поэтому применялись пары кварцев с некоторым разносом резонансных частот, с тем чтобы получить более плоскую АЧХ.

СИСТЕМА ПРИБОРОВ ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ИЗМЕРЕНИЙ В ЖИДКИХ КРИСТАЛЛАХ, ОРИЕНТИРОВАННЫХ МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ

Блок-схема электронной части установки приведена на рис.2.3. Сигнал с генератора синусоидальных колебаний 1, частота которого измеряется частотомером 2 типа ЧЗ-34, подается на усилитель-формирователь прямоугольных радиоимпульсов 3, управляемый видеосигналом с блока развертки осциллографа 4 типа СІ-70-І. С выхода усилителя-формирователя 3 радиоимпульс подается на передаточный

пьезопреобразователь из кварца X-среза в измерительной камере 5 и на аттенуатор 6 типа Д4-3. Сигнал, прошедший через исследуемый объект, с приемного пьезопреобразователя и сигнал с выхода аттенуатора 6 суммируются на входе полосового усилителя 7, с выхода которого результирующий сигнал подается на вход осциллографа 4. Генератор 8 типа Г5-56 служит для запуска осциллографа 4, ~~следовательно,~~ и усилителя-формирователя 3, этим генератором устанавливается необходимая частота повторения радиоимпульсов, исключающая нагрев образцов. ~~Длительность радиоимпульсов регулируется изменением длительности видеосигнала управления с блока развертки осциллографа 4.~~

Эскиз измерительной камеры приведен на рис.2.4. Корпус камеры I изготовлен из немагнитной нержавеющей стали Х17Н13М, в него на резьбе ввернуты вставки 2 из того же материала, в которых эпоксидным клеем закреплены кварцы X-среза 3, покрытые титаном. Кварцы соединяются с электронной схемой теплостойким коаксиальным кабелем 4. Контакт с кварцами осуществляется пружинками 5, оплетка кабеля припаяна к латунной заглушке 6. Камера закрывается крышкой 7, в которой установлен фторопластовый зонд 8 с термопарой. Крышка 7 и вставки 2 уплотнены фторопластовыми прокладками (на рисунке не показаны). Камера помещена в термостат (см.ниже), размещенный между кернами электромагнита ФМ-1 на поворотном устройстве, позволяющем устанавливать угол между волновым вектором и вектором индукции магнитного поля от 0 до 90° с погрешностью $\pm 0,5^\circ$.

Для получения высокой разрешающей способности импульсно-фазового метода переменной частоты электронная аппаратура должна удовлетворять определенным требованиям. Точная фиксация равенства нулю суммы прошедшего и опорного радиоимпульсов на экране осциллографа возможна только при высокой спектральной чистоте исходного сигнала. Следовательно, генератор I и усилитель-

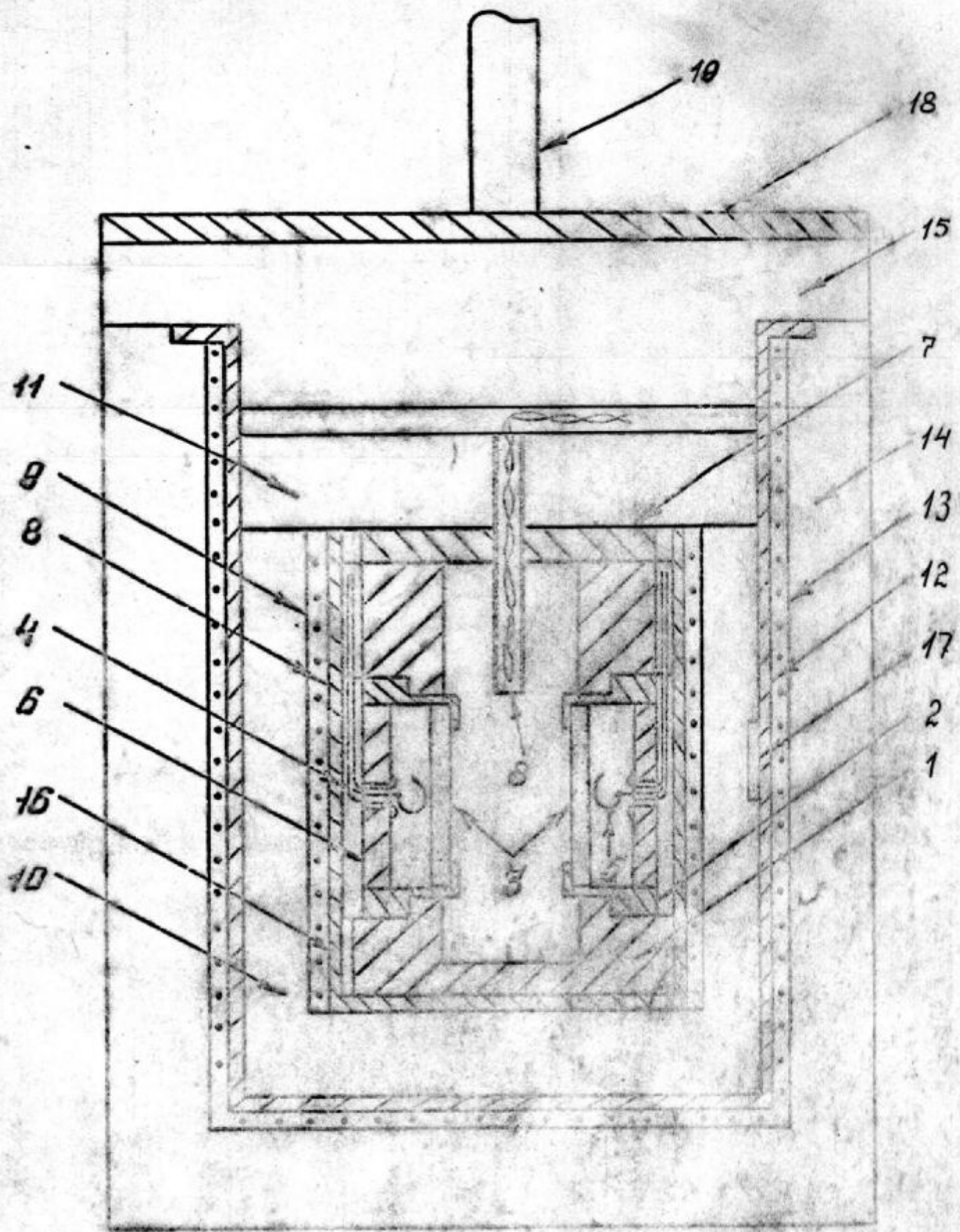


Рис. 2.4. Эскиз измерительной камеры и горючего.

формирователь 3 должны иметь минимальные нелинейные искажения и минимальную паразитную модуляцию всех видов. Задающий генератор должен обеспечивать возможность плавной перестройки и иметь малый временной дрейф частоты. Таким требованиям удовлетворяют LC-генераторы со схемами стабилизации режимов. В установке применялся задающий генератор прибора ГЧ-158 фирмы "Теела", дополнительно снабженный устройством плавной перестройки частоты. Относительный уход частоты не превышал $1 \cdot 10^{-8}$ мин⁻¹. Усилитель-формирователь радиоимпульсов 3 и полосовой усилитель 7 разработаны специально для данной установки. Усилитель-формирователь радиоимпульсов имеет рабочий диапазон частот 1 ... 30 МГц и обеспечивает амплитуду выходного напряжения 25 В на нагрузке 50 Ом, подавление сигнала в паузе более 80 дБ. Схема усилителя приведена на рис. 2.5. Он состоит из предварительного каскада на транзисторе VI и двухтактного выходного каскада на транзисторах V4, V5. Импульсная модуляция осуществляется подачей видеопульса от усилителя, собранного на ИС D I в базовую цепь транзисторов V4, V5 и на коммутационные диоды V2, V3, последние служат также для температурной стабилизации режимов выходных транзисторов.

Полосовой усилитель (см. рис. 2.6) имеет усиление по напряжению 40 ... 46 дБ при коэффициенте шума 1,5 дБ. Полоса пропускания выбирается из условия удовлетворительной передачи импульсного сигнала и составляет 0,5 ... 3 МГц. Входной импеданс усилителя определяется его входной емкостью, которая не превышает 20 пф. Первый каскад усилителя выполнен на малощумящем полевом транзисторе V3, основное усиление обеспечивается каскадной схемой на транзисторах V4, V5, с нагрузкой в виде контура

LI, C9, R8, элементы которого определяют рабочую частоту

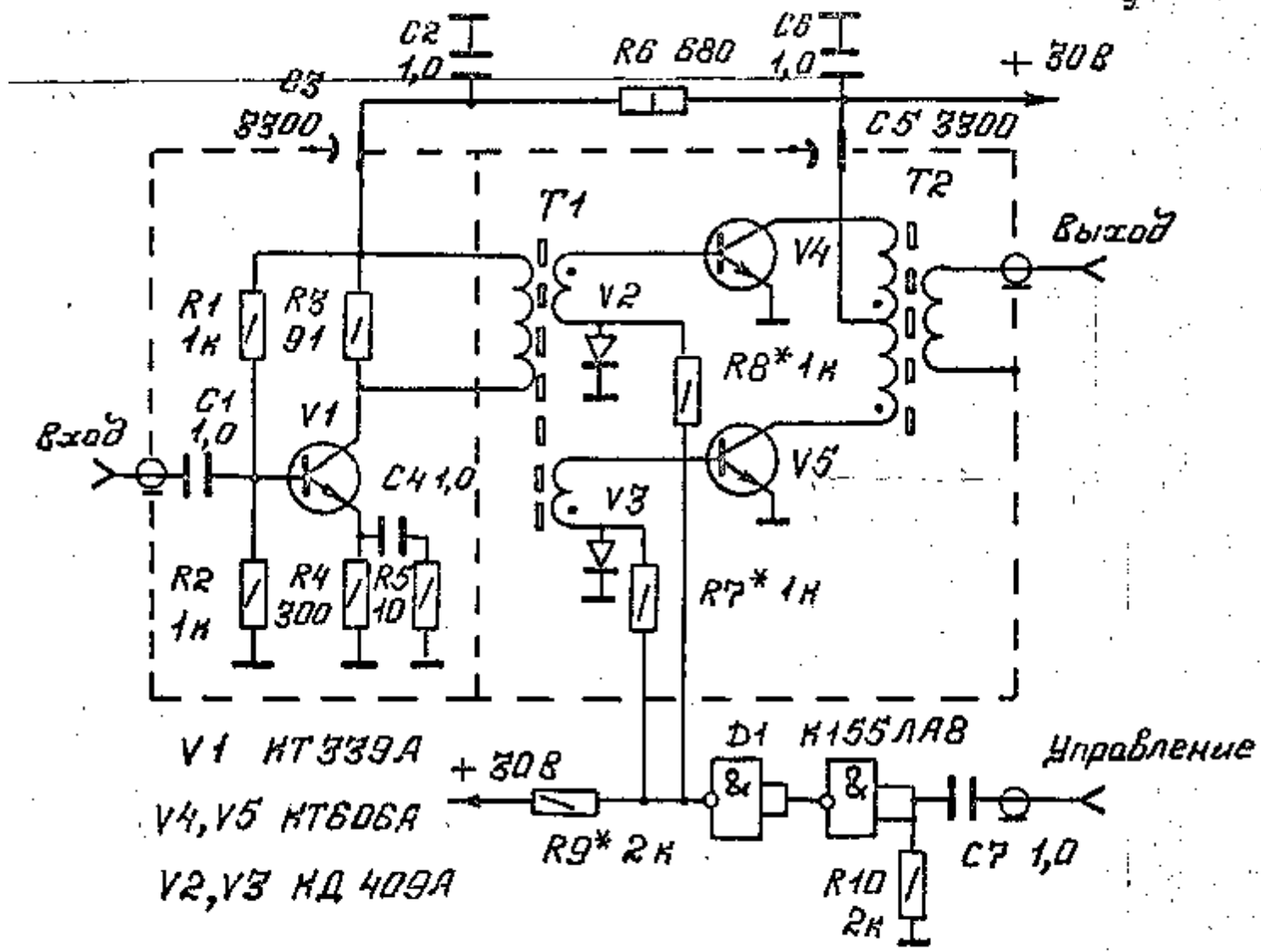


Рис.2.5. Принципиальная схема усилителя-формирователя радиоимпульсов.

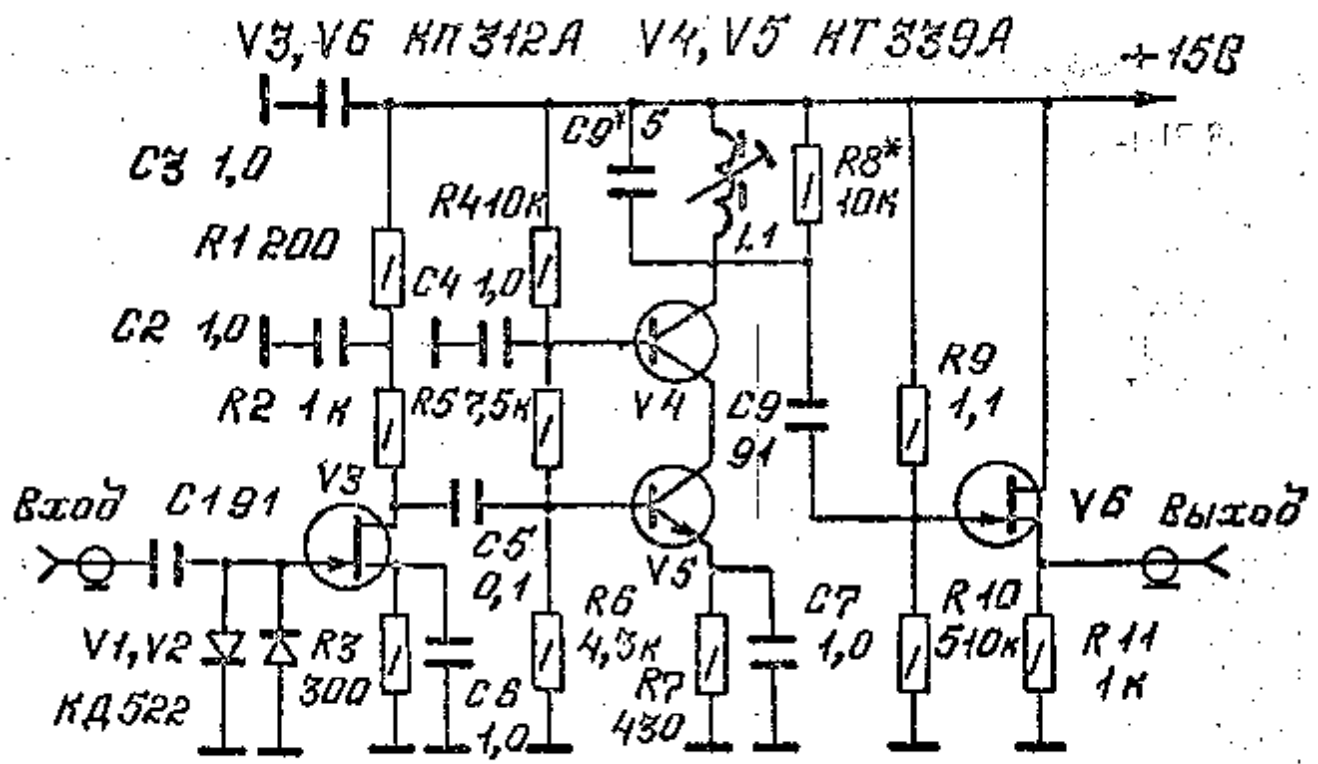


Рис.2.6. Принципиальная схема полосового усилителя.

и полюсу пропускания всего устройства. Транзистор V 6 служит для получения низкого (порядка 200 Ом) выходного сопротивления усилителя.

Питание усилителей осуществлялось от стабилизированных источников постоянного тока типа Б5-44. Для определения поправочного коэффициента в формуле (2.11) время прохождения радиоимпульса через образец измерялось прибором И2-24, имеющим разрешающую способность 2 нс.

ИЗМЕРЕНИЕ И РЕГУЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ

Из всех способов измерения температуры в малых объемах при использовании современных измерительных приборов самую высокую чувствительность обеспечивают термопары из благородных металлов, в частности хромель-копелевые, имеющие термо-эдс порядка 6,9 мВ/100 К [101]. Однако в связи с плохой повторяемостью и нелинейностью температурной характеристики эти термопары требуют индивидуальной градуировки.

По результатам градуировки, проведенной по ртутному термометру типа ТР-1 с ценой деления 0,1 К, методом наименьших квадратов была подобрана степенная функция $T = 16,267 \cdot U^{0,944} + 273,15$ К, (где U - в милливольтках), аппроксимирующая зависимость между температурой T и термо-эдс U со среднеквадратическим отклонением не более 0,1 К в интервале 300 ... 400 К. Термо-эдс измерялась потенциометром постоянного тока типа Р363-1 с погрешностью не более 0,07 мкВ, что обеспечивало разрешающую способность 0,001 К. Второй спай термопары помещался в сосуд Дьюара с тающим льдом, который, в свою очередь, - в холодильный шкаф с температурой 278 К. Таким образом, привязка измеряемой температуры к абсолютной термодинамической шкале осуществлялась с погреш-

ностью $\pm 0,1$ К, а минимальное фиксируемое изменение температуры составляло $0,001$ К.

Поддержание постоянной температуры исследуемого объекта в течение длительного времени, обеспечение малых градиентов температуры представляют собой весьма сложную задачу. Многие исследователи, стремясь уменьшить воздействие окружающей среды на температуру объекта, окружают его оболочками с большой теплоемкостью, используют водяные термостаты. Однако при увеличении теплоемкости, в идеале до бесконечности, эти приспособления становятся практически неуправляемыми.

В данной работе применялась система двойного термостатирования с двумя маломощными маломинерционными нагревателями, конструкция которых показана на рис.2.4. На корпус камеры I с минимальным зазором надет медный каркас 8 с бифилярно намотанной манганиновой спиралью 9. Нагреватель закрыт войлочным кожухом 10, крышкой II и помещен во второй нагреватель аналогичной конструкции (детали 12 и 13), в свою очередь, закрытый войлочным кожухом 14 и крышкой 15. Датчиком температуры внутреннего нагревателя 16 является терморезистор ММТ-6, вклеенный в паз камеры I. Аналогичный датчик температуры внешнего нагревателя 17 приклеен к корпусу 12. Мощность внутреннего нагревателя составляла 1 Вт, внешнего 15 ... 50 Вт в зависимости от требуемой температуры.

Температура каждого нагревателя регулировалась специально разработанным электронным устройством, имеющим чувствительность $1 \cdot 10^{-5}$ К и относительный температурный дрейф не более $5 \cdot 10^{-6}$. Схема регулятора приведена на рис.2.7. Сигнал разбаланса термочувствительного моста $R_1 - R_4$ усиливается ИС А1 и подается на оптрон Ц1, обеспечивающий гальваническую развязку цепей коммутации нагревателя В1 от схемы управления. Необходимая температура задается магазином сопротивлений R2 типа МСР-60.

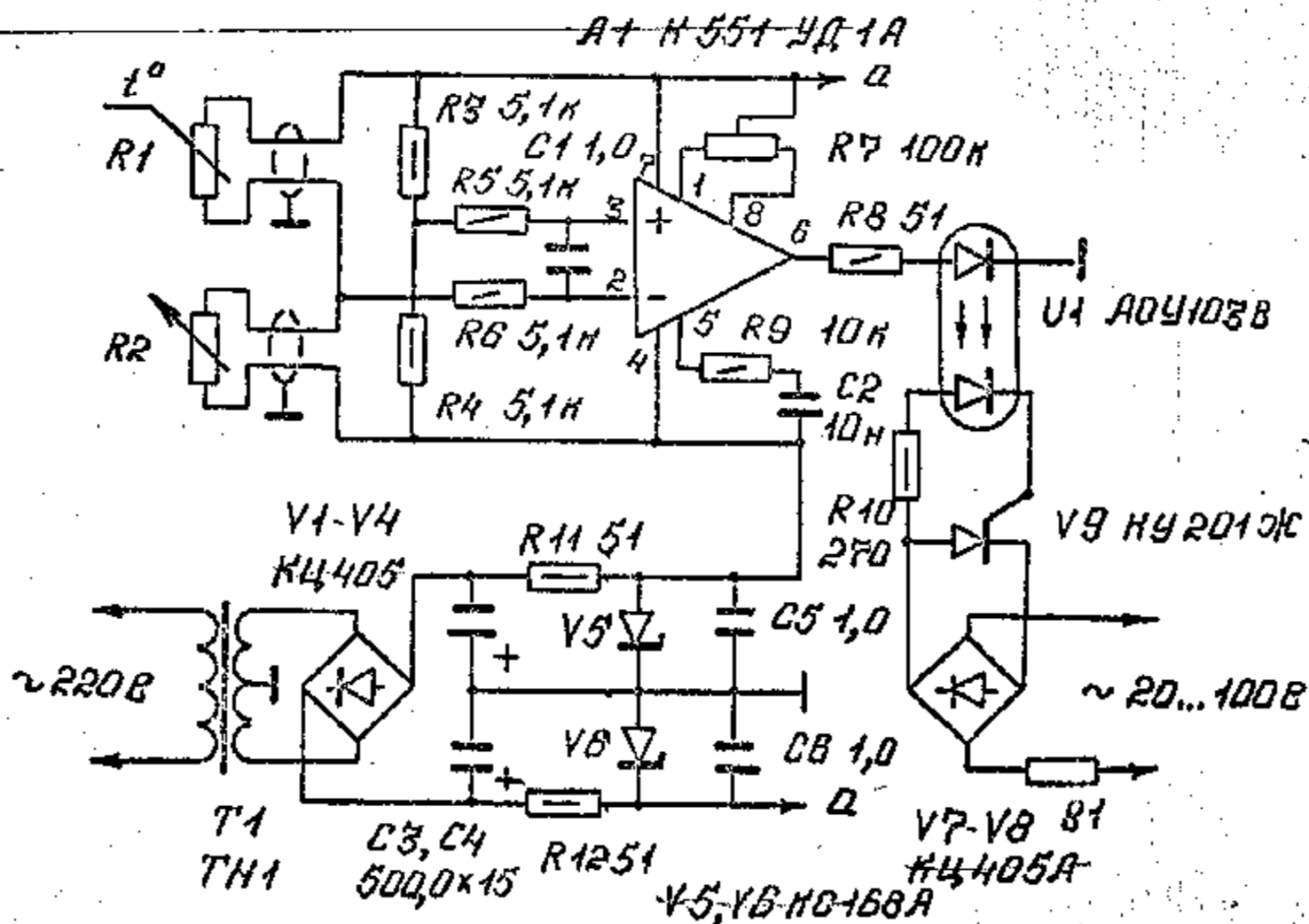


Рис.2.7. Принципиальная схема терморегулятора.

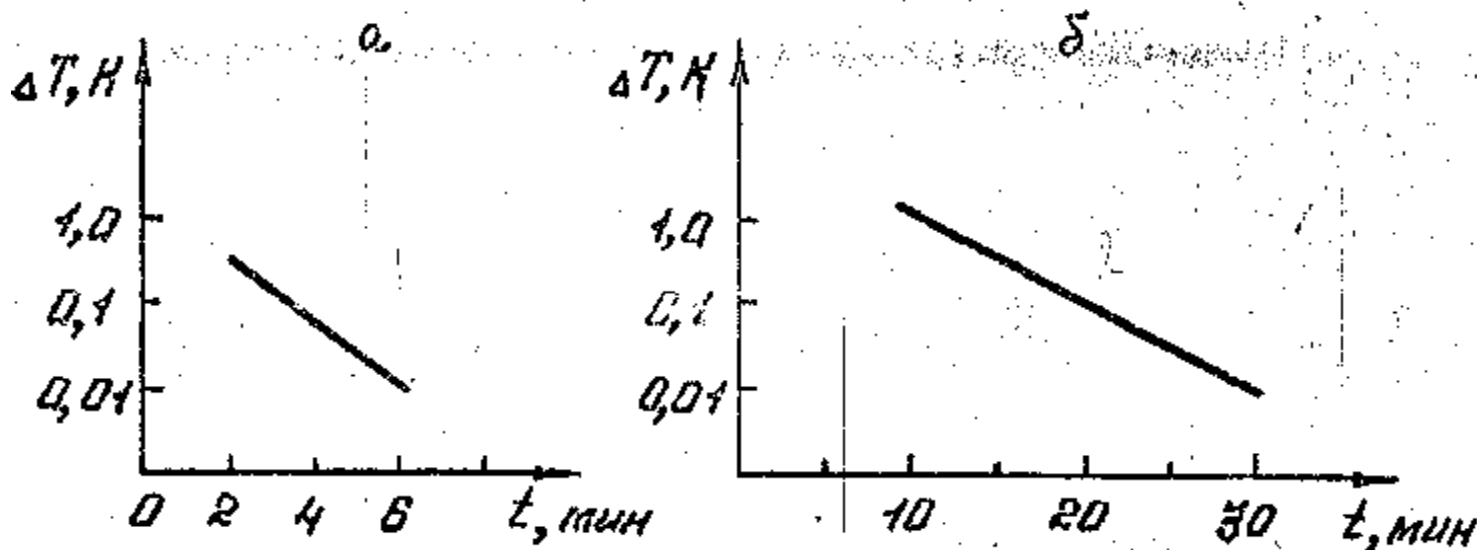


Рис.2.8. Установление температуры в камере.

(а - нагрев на 0,75 К, б - нагрев на 5 К)

Уменьшение влияния изменения температуры внешнего нагревателя на внутренний требует увеличения разности их температур, что в свою очередь вызывает необходимость увеличения мощности (а значит и инерционности) внутреннего нагревателя. Исходя из этого противоречия, разность температур нагревателей была выбрана равной 5 К. При этом обеспечивались оптимальные параметры системы. Амплитуда колебаний температуры внешнего нагревателя составляла 0,1 К при периоде 90 с, внутреннего - 0,01 К при периоде 10 с, внутренней поверхности измерительной камеры - 0,002 К. Высокая теплопроводность внутреннего нагревателя и камеры обеспечивала температурные градиенты объекта не более 0,003 К. Процесс термостатирования иллюстрируется графиками временной зависимости отклонения температуры объекта от ее предельного значения при нагреве от $T=320$ К на 0,75 К представленными на рис. 2.8. После установления температура объекта в течение последующих 3 часов меняется аperiodически в пределах $\pm 3 \cdot 10^{-3}$ К.

Применение такой малоинерционной системы термостатирования позволяет варьировать скорость изменения температуры в широких пределах, что имеет большое значение при исследованиях вблизи фазовых переходов.

ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТЕЙ ИЗМЕРЕНИЙ

Как было показано в п. 2.2., основное влияние на погрешности измерения относительного изменения скорости распространения и коэффициента поглощения ультразвука оказывает сдвиг фазы в пьезопреобразователях и нелинейность их амплитудно-частотной характеристики. Предел чувствительности (разрешающей способности) метода к изменению скорости и коэффициента поглощения ультразвука накладывают помехи в системе (шумы, нелинейные искажения и паразитная модуляция сигнала), ограничивая его точность (фиксация равновесия

нулю суммы импульсов, прошедших через измерительную камеру и аттенуатор.

При расчетах относительного изменения скорости $\Delta c/c$ и изменения коэффициента поглощения $\Delta \alpha / f^2$ ультразвука по формулам (2.11) и (2.12) отсчетными приборами являются частотомер ЧЗ-34, имеющий относительную разрешающую способность по частоте $1 \cdot 10^{-7}$, и аттенуатор Д4-3 с ценой младшего деления 0,02 дБ, однако вытекающие помехи ограничивали точность фиксации нулевого уровня суммарного сигнала. Погрешность фиксации частоты δf составляла 20, 50 и 70 Гц на частотах измерения 3,6, 8,8 и 15 МГц соответственно, показания аттенуатора фиксировались с погрешностью $\delta D = \pm 0,04$ дБ. За указанные значения приняты изменения частоты и затухания, при которых, с вероятностью 0,98, фиксировался минимальный уровень суммарного сигнала на экране осциллографа. Таким образом, разрешающая способность установки по относительному изменению скорости составляла $(5 \dots 6) \cdot 10^{-6}$, по изменению коэффициента поглощения ультразвука - $(4 \dots 20) \cdot 10^{-15} \text{ с}^2 \cdot \text{м}^{-1}$.

Из формул (2.11) и (2.12) нетрудно получить выражения для максимально возможной относительной погрешности измерения величин $\Delta c/c$ и $\Delta \alpha / f^2$:

$$\frac{\delta(\Delta c/c)}{\Delta c/c} = \frac{2\delta f}{\Delta f} + \frac{\delta f}{f} + \frac{2\delta f}{f_2 - f_1} + \frac{\delta \tau}{\tau} + \left[\frac{\partial(\Delta c/c)}{\partial \tau} \delta \tau + \frac{\partial(\Delta c/c)}{\partial \theta} \delta \theta \right] \frac{c}{\Delta c} \quad (2.13)$$

$$\frac{\delta(\Delta \alpha / f^2)}{\Delta \alpha / f^2} = \frac{2\delta D}{\Delta D} + \frac{\delta d}{d} + \frac{2\delta f}{f} + \left[\frac{\partial(\Delta \alpha / f^2)}{\partial \tau} \delta \tau + \frac{\partial(\Delta \alpha / f^2)}{\partial \theta} \delta \theta \right] \frac{f^2}{\Delta \alpha} \quad (2.14)$$

Два последних слагаемых в формулах (2.13) и (2.14) учитывают температурную и угловую зависимость определяемых величин (см. Главу 3).

Погрешность измерения времени прохождения радиоимпульса через образец $\delta \tau$ определяется конечной крутизной фронта импульса и не превышает $1/4$ периода заполнения. Расстояние между преобразователями определялось с погрешностью $\delta l = 0,1$ мм.

В таблице 2.1. приведены рассчитанные по формулам (2.13) и (2.14) погрешности измерений в БББА в нематической фазе ($\Delta T_S = 10$ К) и в окрестности перехода $N-S_A$ ($\Delta T_S = 0,5$ К).

Таблица 2.1.

f_0	f	d	$\mathcal{S}(\frac{\Delta c}{c}) / \frac{\Delta c}{c}$ %		$\mathcal{S}(\frac{\Delta d}{f^2}) / \frac{\Delta d}{f^2}$ %	
			$\Delta T_S = 0,5$ К	$\Delta T_S = 10$ К	$\Delta T_S = 0,5$ К	$\Delta T_S = 10$ К
3,6	20	16	2,3	13,0	5,6	12,4
8,8	50	8	1,7	3,1	3,2	4,0
15	70	5	1,2	1,6	3,8	3,8

Влияние изменений величины индукции магнитного поля на анизотропию акустических параметров пренебрежимо мало, так как измерения проводились в полях, вызывающих их насыщение. Экспериментальный разброс измеряемых величин $\Delta c/c$ и $\Delta d/f^2$ был в 3...5 раз меньше погрешностей, указанных в таблице 2.1.