TECHNISCHE HOGESCHOOL DELFT

Snelheidsveranderingen van akoestische golven in koper





LABORATORIUM VOOR TECHNISCHE NATUURKUNDE

LORENTZWEG

DELFT

Snelheidsveranderingen van akoestische golven in koper

door

R. Aptroot januari 1976

Verslag van het afstudeerwerk verricht op de Tussenafdeling der Metaalkunde Vakgroep : Fysische en Chemische Metaalkunde Sektie : Metaalfysica Sektieleider : Prof.dr.ir. P. Penning

Afstudeerbegeleider: Dr.ir. A. van der Beukel

SAMENVATTING

Onderzocht is de verandering van de snelheid en de demping van akoestische golven in 0.2% vervormde koper éénkristallen (0.F.H.C. 99,98% koper) tijdens cyclische belasting.

-1-

Er is gebruik gemaakt van apparatuur gebaseerd op de puls echo techniek, met een frequentie van 10 MHz. Deze apparatuur is geschikt gemaakt voor gelijktijdige meting van demping en snelheidsveranderingen. De bij kamertemperatuur gemeten effecten zijn kwalitatief in overeenstemming met uit de theorie verwachte effecten, die optreden bij het lostrekken van gepinde dislokaties.

SUMMARY

Puls echo technics are used to measure ultrasonic velocity and attenuation changes during loading and unloading of 0.2% deformed copper single crystals (0.F.H.C. 99,98% copper).

The ultrasonic equipment is changed to make it possible to measure velocity and attenuation simultaneously.

The measurements at room temperature are qualitatively in agreement with dislocation breakaway effects expected from theory.

IN	١H	00	DS	0P	GAV	E
----	----	----	----	----	-----	---

Samenvatting	1	
Summary		
Inhoudsopgave		
1. Inleiding		
2. Theoretische achtergrond	6	
2.1. Wisselwerking dislokaties met puntfouten	6	
2.2. Berekening van de oriëntatiefaktoren	9	
3. Experimentele methode	11	
3.1. Overzicht van de meetopstelling	11	
3.2. Vervaardiging van de proefstukken	12	
3.3. Rek en spanningsmeting	12	
3.3a. Rekmeting	12	
3.3b. Spanningsmeting	13	
3.4. Snelheids- en dempingsmeting	14	
·3.4a. Pulsechomethode	14	
3.4b. Dempingsmeting	14	
3.4c. Absolute snelheidsmeting	15	
3.4d. Het meten van snelheidsveranderingen	16	
3.5. Lijmproblemen	16	
4. Experimentele resultaten	18	
4.1. Kristaloriëntaties	18	
4.2. Vervorming bij 78K	19	
4.3. Vervorming bij 300K	20	
4.4. Meting van de golfsnelheid in Rb ₂ ZnBr ₄	25	
5. Konklusie	27	
literatuur		
Appendix A.I. Wijzigingen meetapparatuur		
A. II Schema digitale tijdsvertraging	38	

blz.

-3-

1. INLEIDING.

Lijnvormige roosterfouten in kristallen, dislokaties, hebben invloed op sommige fysische eigenschappen van deze kristallen. Dislokaties kunnen onder invloed van in het kristal aanwezige schuifspanningen bewegen.

Door de aanwezigheid van beweeglijke dislokaties neemt de elasticiteitsmodulus van een materiaal af terwijl de inwendige demping toeneemt (Nowick en Berry (1972)).

Deze bijdrage van de dislokaties kan verdwijnen door de dislokaties onbeweeglijk te maken (pinnen).

Dit onbeweeglijk maken is mogelijk door de aanwezigheid van puntfouten (b.v. vreemde atomen) in het materiaal. Voor puntfouten is het energeties gunstig zich in de buurt van een dislokatie te bevinden (Fiore e.a., 1968). De dislokatie moet dan voor hij kan bewegen de bindingsenergie met de puntfouten overwinnen. Bij kleine koncentraties puntfouten in de orde van één per dislokatie zullen de dislokaties niet onbeweeglijk worden maar alleen op de plaats van het vreemde atoom gehinderd worden. Bij voldoende grote schuifspanning in het glijvlak van de dislokatie b.v. bij het aanbrengen van een uitwendige spanning op het materiaal zal de dislokatie losgetrokken worden van het vreemde atoom (ontpinnen).

Deze verandering van de lengteverdeling over de dislokaties heeft een grote invloed op de elasticiteitsmodulus en de demping. Het doel van dit onderzoek is deze invloed met behulp van akoestische golven te meten.

De modulus M van het materiaal is te bepalen met de snelheid v van akoestische golven in het materiaal volgens

$$v = \sqrt{M/\rho}$$

(1.1)

-4-

waarin ρ de dichtheid van het materiaal is. Veranderingen van de modulus geven dus een verandering van de snelheid volgens

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{1}{2} \frac{\Delta M}{M}$$

(1.2)

De demping (Q^{-1}) in het materiaal kunnen we bepalen uit de amplitude afname van de akoestische golven. Hiertoe bepalen we het logarithmisch dekrement, waarvoor geldt:

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi}$$

Het logarithmisch dekrement wordt gedefinieerd als

$$S = \frac{W}{2E}$$
(1.4)

waarin E de totale energie van een vrij trillend systeem is en W het energie verlies per trilling.

Voor het bepalen van v en δ kan gebruik gemaakt worden van de pulsecho techniek. Deze techniek maakt het mogelijk de looptijd t en de amplitude afname van een akoestische golf in vaste stof te meten. Uit de looptijd t en de proefstukdikte s kan dan de snelheid v berekend worden.

$$v = \frac{2s}{t}$$

Snelheidsveranderingen kunnen nu bepaald worden uit

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{\Delta s}{s} - \frac{\Delta t}{t}$$
(1.6)

Behalve de looptijdveranderingen moeten dus ook de veranderingen van de afmetingen van het proefstuk gemeten worden.

Het logarithmisch dekrement wordt bepaald uit de demping per echo α volgens:

$$\delta = \frac{\alpha v}{2sv} = \frac{\alpha}{2tv}$$

waarin v de golf frequentie is.

(1.3)

(1.5)

(1.7)



toenemende spanning→ ontpinnen van een dislokatie





hysterese in de dislokatie rek als fuktie van de spanning

figuur 2.2

2. THEORETISCHE ACHTERGROND.

2.1. Wisselwerking van dislokaties met puntfouten

Volgens Granato-Lücke (1956) geldt voor akoestische golven in een kristal:

$$\Delta Q^{-1} = \Omega K_1 \Lambda L^4 \omega \qquad (2.1.1.)$$

$$\Delta_{v} = -\frac{\Delta v}{v} = \Omega K_2 \Lambda L^2 \qquad (2.1.2.)$$

Waarin ΔQ^{-1} de bijdrage is van de dislokaties aan de demping. Δ_v is de verandering van de golfsnelheid tengevolge van de dislokaties Ω is een oriëntatiefaktor (zie paragraaf 2.2) K_1 en K_2 zijn konstanten

L is de gemiddelde dislokatie lijnlengte

Λ is de dislokatie dichtheid

 ω is de frequentie van de aanstootpuls.

We zullen nu nagaan hoe Δ_v verandert als we door het aanbrengen van een uitwendige spanning op het kristal, de dislokaties lostrekken van onbeweeglijke pinpunten.

Hierbij zal voor kamertemperatuur ook de thermische aktivering een rol spelen.

Teutonico e.a. (1964). Lücke e.a. (1968).

Daar we alleen geïnteresseerd zijn in een kwalitatieve verklaring van het effekt zullen we een eenvoudig beeld van gepinde dislokaties gebruiken (zie fig. (2.1)).

We gaan uit van een dislokatie die aan de uiteinden vast zit in een dislokatienetwerk.

We nemen verder aan dat deze dislokatie door een pinpunt in het midden van de dislokatie is gepind.

Resulteert een uitwendige belasting op het kristal in een schuifspanning in het glijvlak en in de glijrichting van de dislokatie dan zal deze uitbuigen en bij voldoende grote spanning losschieten van het pinpunt. Blijft de spanning onder de kritische schuifspanning dan zal geen plastische vervorming optreden.

Laten we nu de spanning weer afnemen dan verwachten we dat de dislokatie weer zal terugbuigen tot deze wordt gepind door het pinpunt,

-6-

dit zal echter bij een veel lagere uitwendige spanning gebeuren dan het ontpinnen. We verwachten dus een hysterese in de spanningsafhankelijkheid van de rek (zie fig. 2.2).

Voor de fraktie ontpinde dislokaties als gevolg van thermische aktivering en spanning in het schuifvlak kunnen we schrijven (Osterman (1970)).

$$f(\sigma,T) = 1/\{1 + \exp \left[(U_1 - U_2)/kT \right] \}$$
(2.1.3.)

-7-

Hierin is σ de spanning in het schuifvlak.

T de temperatuur

 ${\rm U}_1$ en ${\rm U}_2$ zijn de aktiveringsenergieën voor respektievelijk ontpinning en pinning.

$$U_{1} = U_{0} \left(1 - \frac{\sigma 3 b^{2} l}{2 \sqrt{2} U_{0}}\right)^{2}$$
(2.1.4a)

$$U_{2} = \frac{9Gb^{4}}{4l} \left(\frac{\sqrt{2\sigma l^{2}}}{3 Gb^{2}} - 1\right)^{2}$$
(2.1.4b)

Hierin is

 $U_{\mbox{\scriptsize o}}$ een aktiveringsenergie (bindingsenergie van dislokatie met een puntfout).

b de lengte van de burgersvektor

2 de dislokatielengte

G de glijdingsmodulus

Voeren we nu het aantal dislokatiesegmenten per volume-eenheid N in, dan geldt:

$$N = \frac{\Lambda}{L}$$
(2.1.5)

Voor een exponentiële verdeling van de lengten i met een gemiddelde netwerklengte L geldt voor het aantal dislokatiesegmenten met lengten tussen i en i+di.

$$N(l)dl = \frac{\Lambda}{L^2} \exp(-l/L)dl \qquad (2.1.6)$$

Voor de snelheidsverandering kunnen we nu schrijven met (2.1.2) en (2.1.5).

$$\Delta_{v} = \Omega K_{2} \int_{0}^{\infty} \mathcal{I}^{3} N(\mathcal{I}) d\mathcal{I} \qquad (2.1.7)$$

Als we aannemen dat na ontpinning geldt dat de dislokatiesegmenten met lengte 21 verdeeld zijn om een gemiddelde lengte 2L dan geldt:

$$N(2l)d(2l) = \frac{\Lambda}{(2L)^2} \exp(\frac{-2l}{2L})d 2l = \frac{1}{2}N(l)dl \qquad (2.1.8)$$

Als we de snelheidsverandering voor ontpinning Δv_1 noemen en na volledige ontpinning Δv_2 dan geldt:

$$\Delta v(\sigma,T) = \int_{0}^{\infty} f(\sigma,T) (\Delta v_2 - \Delta v_1) d\mathcal{I} \qquad (2.1.9)$$

met (2.1.7), (2.1.8) en (2.1.9) volgt nu

$$\Delta v(\sigma,T) = 3\Omega K_2 \int_{0}^{\infty} f(\sigma,T) \mathcal{I}^3 N(\mathcal{I}) d\mathcal{I} \qquad (2.1.10)$$

Nu geldt voor lim $f(\sigma,T) = 1$

 $\sigma \rightarrow \infty$

4

Berekenen we nu $\frac{\Delta v(\sigma, T)}{\Delta v(max)}$ dan vinden we met (2.1.6)

$$\frac{\Delta v (\sigma, T)}{\Delta v \max} = \frac{1}{6 \mathcal{I}^{4/3}} \int_{0}^{\infty} f(\sigma, T) \mathcal{I}^{3} \exp(-\mathcal{I}/L) d\mathcal{I} \qquad (2.1.11)$$

Voor het berekenen van deze integraal is een computerprogramma geschreven.

In verband met de beschikbare rekentijd is als bovengrens voor Z genomen 20L dus 20x de gemiddelde lijnlengte.

Dat deze berekening geen grote invloed kan hebben blijkt voor een paar waarden met als bovengrens 100L die maximale afwijkingen gaven van 1:10⁴.

-8-

2.2. Berekening van de oriëntatie faktoren

In de Granato-Lücke theorie komt een oriëntatie faktor Ω voor. We kunnen Ω voor fcc metalen beschouwen als een gemiddelde over de 12 glijsystemen van de oriëntatie faktoren Ω_k (k=1 tot 12), die de verhouding geven tussen de spanning in de elastische golf en de schuifspanning die werkt op de dislokatie in de k-de schuifsysteem. Er geldt nu:

 $\Omega = \frac{1}{12} \sum_{k} \Omega_{k}$

(2.2.1)

-9-

 $\boldsymbol{\Omega}_k$ hangt af van de voortplantingsrichting van de golf en de richting van de deeltjes verplaatsing.

In tabel (2.2.1) zijn de oriëntatie faktoren vermeld, die betrekking hebben op de in dit experiment gebruikte elastische golven. De in de tabel vermelde waarden zijn berekend voor koper met de volgende elastische konstanten:

$$c_{11} = 1.6839 \quad 10^{12} \quad dyne \quad cm^{-2},$$

 $c_{12} = 1.2142 \quad 10^{12} \quad dyne \quad cm^{-2},$
 $c_{44} = 0.7539 \quad 10^{12} \quad dyne \quad cm^{-2}.$

Hierbij is gebruik gemaakt van de door Green (1966) gegeven analyse. Met de waarden uit tabel (2.2.1) vinden we nu

$$\Omega_{L} = 0.077$$

 $\Omega_{T_{1}} = 0.205$
 $\Omega_{T_{2}} = 0.192$

Dit zijn waarden die ook door Henneke (1968) zijn berekend. Deze waarden gelden echter voor een homogene dislokatieverdeling. Voor een kristal dat plastisch is vervormd zal de dislokatieverdeling niet meer homogeen zijn, bovenstaande getallen zullen dan, strikt genomen, niet meer geheel juist zijn. Tabel (2.2.1)

-10-

k	glijsysteem	, ^µ k	^Ω kL	^Ω kT1	^Ω kT ₂
1	(111)110	0	0	0	0.384
2	(111)101	0.272	0.181	0.154	0.096
3	(111)011	0.272	0.181	0.154	0.096
4	(111)011	0.408	0.050	0.154	0.096
5	(111)110	0.272	0	0.616	0.384
6	$(1\overline{1}1)10\overline{1}$	0.136	0.050	0.154	0.096
7	(111)101	0.408	0.050	0.154	0.096
8	(111)110	0.272	0	0.616	0.384
9	(111)011	0.136	0.050	0.154	0.096
10	$(11\overline{1})1\overline{1}0$	0	0	0.	0.384
11	(111)101	0	0.181	0.154	0.096
12	(111)011	0	0.181	0.154	0.096
Ω			0.077	0.205	0.192

nummer glijsysteem

k

^μ k .	Schmidt faktor voor een spanning in de 112 richting
Ω kL	oriëntatie faktor lingitudinale golf
^Ω kT.	oriëntatie faktor transversale golf, 001 gepolariseerd
Ω _{kT}	oriëntatie faktor transversale golf, 110 gepolariseerd
11 2	

De voortplantingsrichting van de golf is altijd 110.





3. EXPERIMENTELE METHODE

3.1. Overzicht van de opstelling

De meetopstelling is te splitsen in 5 delen zie fig. (3.1).

-11-

1. Het centrale deel van de meetopstelling wordt gevormd door een koper proefstuk waarvan de akoestische golfsnelheid en de demping van akoestische golven als funktie van de vervorming worden gemeten. Daar de meting vooral betrekking heeft op veranderingen van de golfsnelheid en de demping, is gekozen voor een continu toenemende vervorming. Dit is gedaan om instel onnauwkeurigheden bij het stapsgewijs opbrengen van de belasting te vermijden. De vervormingssnelheid is laag gekozen (< 0,02 cm/min) om veranderingen gedurende één meting zo klein mogelijk te houden.

Tijdens de meting worden continu geregistreerd:

De kracht op het proefstuk als funktie van de tijd.
 3a. De rek in de richting van de kracht als funktie van de tijd.
 3b. De rek in de richting van de akoestische golf als funktie van de tijd.

Met een vooraf ingestelde tijd tussen twee meetpunten werd gemeten:

- 4. De demping van de akoestische golf. (foto van scoopbeeld).
- De looptijd van de akoestische golf in het kristal. Deze tijd werd door een printer afgedrukt op een strook naast de tijd waarop de meting wordt verricht.

De printer is gekoppeld aan de kamera, zodat bij iedere gemeten doorgangstijd, automatisch een foto gemaakt wordt, waaruit de bijbehorende demping berekend kan worden.

Op de schrijvers waarop kracht en rek gemeten werden, werd op het moment dat de printer een looptijd afdrukt een markering gemaakt zodat de meetpunten ondubbelzinnig bij elkaar te vinden zijn.

Van ieder kristal is de lengte in de richting van de akoestische golf voor en na de vervorming met een micrometer gemeten.

Van een aantal kristallen is de demping bepaald als funktie van de frequentie.













schema rekmeting



3.2. Vervaardiging van de proefstukken

De éénkristallen zijn binnen het laboratorium vervaardigd uit O.F.H.C.koper. Gericht met een terugstraal laue opname tot op 1[°] van de gewenste oriëntatie. Gezaagd met vonkverspanen. Met de hand parallel geslepen in slijp mal (tot 1 μ m/cm) op papier tot 600 mesh. Daarna electrolytisch gepolijst.

3.3. Rek en spanningsmeting

3.3a. Rekmeting

Voor de rekmeting bij stikstoftemperatuur zijn speciale rekmeters vervaardigd, die het mogelijk moesten maken ook grotere rekken bij stikstoftemperatuur te meten (zie fig. 3.2).

De rekmeters zijn gemaakt van een 1 mm dikke veren stalen strip die in de gewenste vorm is gebogen. Op het tot op 0,8 mm afgeslepen slappe gedeelte van de strip zijn aan weerskanten rekstrookjes (HBM-type LY 21, konstantaan folie) geplakt die een tak vormen van een wheatstone meetbrug. De rekmeters werden aangesloten op twee Helliger meetbruggen die beide een zelfde oscillator als voeding gebruiken.

Het uitgangssignaal van de bruggen werd op een tweekanaals Hewlett Packard schrijver geregistreerd (fig. 3.3).

De rekmeters werden voor iedere meting geijkt met behulp van een speciaal vervaardigd rekapparaat (armverhouding 1:4,70 (fig. 3.4). Hiermee was het mogelijk de rekmeters in stikstof te ijken. De gevoeligheid van de rekmeters bij 77K bedroeg 92% van de gevoeligheid bij kamertemperatuur.

Dit is in tegenspraak met door Chiarito (1961) gevonden toename van de gevoeligheid bij lagere temperaturen.

De kleinere gevoeligheid bij stikstoftemperatuur van de door mij gebruikte rekmeters zou misschien verklaard kunnen worden uit een grotere bruigstijfheid van de epoxy dragers van de rekstrookjes. Daar echter de meting niet nadelig wordt beïnvloed is dit niet verder onderzocht.

Voor rekmeter a waarmee de dikteverandering in de richting van de akoestische weg gemeten werd is een nauwkeurigheid nodig van dezelfde orde als de nauwkeurigheid van de snelheidsmeting (beter dan 1:10⁴).





figuur 3.5

De afleesnauwkeurigheid van de micrometer bij de ijking en de schaal van schrijver levert een fout van 2% bij volle schaal uitslag. Door in dit meetbereik steeds met de volle schaal te kompenseren komt er nog eens een fout van 1% bij voor de ingestelde kompensatie spanning. De totale fout wordt dus van de orde van 3% van de volle schaal. Bij een volle schaal van 50 µm wordt de absolute fout 1,5 µm. De kristallen hebben een dikte van 10 mm dus de fout in de dikte meting wordt nu (1,5:10⁴).

3.3b. Spanningsmeting

Bij de metingen in de trekbank (Instron) is gebruik gemaakt van een 500 kgf meetcel die werd geijkt met een gewicht van 25 kgf. De kracht werd geregistreerd op een bij de trekbank behorende schrijver.

Geschatte meetfout is in de orde van 1%.

Bij de metingen in de tot drukbank omgebouwde Sleeswijk trekbank is de kracht gemeten met een krachtopnemer HBM type U1/2Mp in kombinatie met een meetversterker die een uitgangsspanning van 1mV levert bij 100 kgf belasting. De kracht wordt weergegeven op een vlakbedschrijver Kipp type BD8.

De meetcel is geijkt bij 100 kp. (1 kp is gedefinieerd als 9,80665 Newton) met behulp van een drukdoos HBM type V1/100 kp in kombinatie met een precisie kompensator HBM type PKG Nr. 600.06. Hierbij is gebruik gemaakt van de waarden opgegegevn door de Physikalische – Technische Bundesanstalt in het certificaat Nr. P.T.B. 141-10197/70-41 tabel 2 blz. 4.

De meetfout in de drukkracht is kleiner dan 0,5%.

De rekmeter b die de rek meet in de richting van het kristal waarin de spanning wordt opgebracht werd geijkt op 1% rek bij volle schaal uitslag. De nauwkeurigheid hiervan bedraagt <u>+</u> 0,05% rek.

Voor proeven waarbij alleen elastisch gedeformeerd werd zijn rekstrookjes op het kristal geplakt.

Deze zijn geijkt met behulp van de op de Hellige brug aanwezige calibratie mogelijkheid. Door de fabriek wordt daarvoor een nauwkeurigheid van 1% opgegeven bij 100 µm/m volle schaal.

-13-







schema van de meetopstelling voor dempings meting en absolute snelheids meting.

figuur 3.7

Bij de metingen in vloeibare stikstof deed zich een moeilijkheid voor die de nauwkeurigheid van de metingen aanzienlijk beinvloedde. Door het vormen van dampbelletjes op het oppervlak van de rekstrookjes werd plaatselijk de afvoer van de in de rekstrookjes ontwikkelde warmte belemmerd, hetgeen grote fluktuaties in de meting van de rek tot gevolg had (in de orde van 10 μ rek). Door een vat zonder bode, over de rekstrookjes en het te meten kristal te plaatsen werd gemeten in stikstofdamp waardoor de fluktuaties verdwenen. Daar de onderkant van het kristal nog wel in stikstof stond kon toch de temperatuur van het kristal op 77K gehouden worden (zie fig. 3.5).

-14-

Het vat werd bovenaan gasdicht gemaakt met nonaq kranenvet.

3.4. De snelheids- en dempingsmeting

3.4a. De pulsecho-methode

De transducer van piëzoelectrisch materiaal, in ons geval kwarts, wordt met lijm bevestigd op een vlak van het proefstuk waarvan we de voortplantingssnelheid willen meten. In de transducer wordt met een electrische puls een akoestische puls opgewekt. Deze plant zich voort in het proefstuk, reflekteert aan de overliggende zijde en keert terug naar de transducer. Dit zal zich herhalen tot de puls is uitgedempt (fig. 3.6). Bij iedere reflektie aan het vlak waarop de transducer geplakt is zal een klein deel van de energie uit de puls de transducer in trilling brengen. De electrische spanning die hiervan het gevolg is wordt versterkt. Het versterkte signaal wordt op een oscilloscoop zichtbaar gemaakt (fig. 3.7). Hierop verschijnt nu een echotrein met exponentieel afnemende amplitudes van de echo's.

3.4b. De dempingsmeting

Door nu de amplitudes van de opvolgende echo's te meten kan de demping van de ultrasone puls worden berekend.

Door de frequentie van de aanstootpulsgenerator te veranderen is het mogelijk de demping als funktie van de frequentie te meten. In ons geval is dit gedaan bij frequenties van 10,30 en 50 MHz.

٩



Om het tijdrovende amplitude meten niet tijdens de meting te hoeven doen wordt het scoopbeeld gefotografeerd. Hierbij is gebruik gemaakt van een geautomatiseerde fotokamera merk Philips met Carl Zeissobjectief type pp1027 (nr. 7032) belichtingstijd 0,5s, diafragma f6,5, film llford 8.4, ontwikkelt in Rodinal (1:50) gedurende 10 min. De amplitudes werden geprojekteerd met een microfilm leesapparaat. De schaalverdeling op het scoopbeeld is meegefotografeerd, zodat voor eventuele vertekening gekorrigeerd kan worden. Uit de gemeten amplitudes wordt met behulp van de Hewlett Packerd tafelcomputer de demping berekend (programma nr. 09100-70812). Het is noodzakelijk hierbij voor ruis te korrigeren (fig. 3.8).

3.4c. De absolute snelheidsmeting

Voor het meten van de absolute snelheid van de akoestische puls in het proefstuk kunnen we gebruik maken van de volgende methode.

De oscilloscoop (Tectronix Type 556 Dual Beam) heeft twee onafhankelijke tijdbases en bovendien een inwendige tijdvertraging die kan worden ingesteld met een tienslagen potentiometer. Wordt nu de eerste tijdbasis ingesteld op bijvoorbeeld 100 µs volle schaal en de tweede basis op 10 µs volle schaal, dan geeft de tienslagen potmeter een tijdsvertraging van 0,1 µs per schaaldeel.

De echotrein wordt nu op beide kanalen zichtbaar gemaakt.

Het verdraaien van de tienslagen potmeter verandert de tijdsvertraging en zet steeds een ander deel van de echotrein op de tweede tijdbasis. Door nu de standen van de tienslagen potmeter af te lezen als twee veruitelkaar liggende echo's in het midden van het scherm staan is de tijd tussen deze echo's te meten. Als het aantal tussenliggende echo's is geteld kan na meting van de proefstuk dikte de snelheid berekend worden.

De reproduceerbaarheid van deze meting bedraagt 1:5 . 10⁺⁴. De absolute nauwkeurigheid is echter ongeveer 1%, daar transducer dikte, lijmlaag dikte en afwijkingen in de afmetingen van het proefstuk ook een rol spelen.

-15-





. 1

figuur 3.9

3.4d. Het meten van snelheidsveranderingen

Hiervoor wordt gebruik gemaakt van een gewijzigde rondzing methode volgens Forgacs. (1961) fig. 3.9.

Een pulsgenerator levert een golftrein van enkele sinusvormige 10 MHz trillingen met een maximum van 10V top-top (fig. 3.10a). Via een impedantie-aanpassingsnetwerk wordt deze spanningsvariatie overgedragen op het kwarts kristal dat geplakt is op het te onderzoeken proefstuk. De echo's van de opgewekte akoestische golf worden door het kwartskristal weer omgezet in spanningstrillingen van enkele milivolts top-top (fig. 3.10b).

Deze echo's worden versterkt en gelijkgericht (fig. 3.10c). Met behulp van een poort vormer en een instelbare tijdsvertraging wordt uit de echo serie één echo uitgekozen (fig. 3.10d). Alleen deze echo wordt doorgelaten en de eerste flank levert een puls als een ingesteld triggerniveau wordt overschreden (fig. 3.10e).

Nu wordt een vaste tijdsvertraging in werking gesteld die na ongeveer 300 µs een nieuwe puls afgeeft. Deze nieuwe puls is het ingangssignaal voor de periode teller en levert het trigger signaal van de aanstootpulsgenerator en de instelbare tijdsvertraging van de poortvormer (fig. 3.9).

Bovenstaande principe beschrijving is geschematiseerd. Voor een volledige beschrijving van de werking van de pulsechomethode met echokeuze (coïdidentie schakeling) zie het kandidaatsverslag van P. Kik, het kandidaatsverslag van R. Aptroot en de appendices in dit verslag.

De tijd tussen de opeenvolgende pulsen wordt geteld met een frequentieteller, op de teller is een printer aangesloten. De printer biedt de mogelijkheid het systeem automatisch met vaste tijdsintervallen te laten meten. Hier is gebruik van gemaakt. Zodat de dempingsmeting en de snelheidsmeting automatisch en gelijktijdig werden uitgevoerd.

3.5. Lijmproblemen

De kwartstransducer wordt op het proefstuk geplakt om een goed akoestisch kontakt te verkrijgen. De daarvoor geschikte lijm is afhankelijk van de omstandigheden.

Voor metingen bij lage temperaturen voldoet nonaq stopcock grease het best tot deformaties van 0,3%.

-16-





.....

Met normale spoelalcohol (een mengsel van ethanol en methanol) zijn bij lage temperaturen soms deformaties tot 0,6% mogelijk. Bij kamertemperatuur voldoet nonaq uitstekend voor longitudinale trillingen. Voor transversale trillingen is Dow Chemical C.V. 200 gebruikt.

Daar het onderzoek in het begin gericht was op deformaties van enkele procenten bij lage temperatuur is in de literatuur gezocht naar een methode van plakken waarbij grote deformaties mogelijk waren. Een oplossing hiervoor is niet gevonden.

De door P. Kik (1974) gevolgde methode: deformeren tot lijmbreuk, opwarmen, opnieuw lijmen en daarna deformeren, was in dit onderzoek niet zinvol: de temperatuur tot waar moet worden opgewarmd (-50^OC) voordat de lijm weer voldoende vloeibaar wordt om zich opnieuwte hechten ligt boven de temperatuur waarbij een deel van het te onderzoeken effekt herstelt.

-17-



, richting van de ultrasone golf 4.2 figuur

4. EXPERIMENTELE RESULTATEN

4.1. Kristal oriëntaties

De in dit experiment gebruikte proefstukken zijn kubusjes met ribben van 10 mm. Ze zijn vervaardigd uit koper éénkristallen. Uitgangsmateriaal was O.F.H.C. koper (99,98% Cu).

De oriëntatie van de kristallen is zo gekozen dat bij een klein aantal primaire glijsystemen geen oriëntatie draaiing van het kristal zal plaatsvinden als gevolg van de deformatie.

Een kristal waarbij de belasting wordt aangebracht in de <112> richting blijkt hieraan te voldoen. Er zijn twee primaire glijsystemen en er treedt geen oriëntatie draaiing op (Weiner 1974). Dit is echter alleen waar als het kristal precies in de <112> richting belast wordt. Bovendien heeft deze symetrische oriëntatie t.o.v. de slipsystemen tot voordeel, dat de momenten, die verantwoordelijk zijn voor grip effekten (Fleischer en Chalmers,1957) elkaar opheffen.

De andere richtingen van de proefstukken is zo gekozen dat het mogelijk is zuivere longitudinale, dan wel transversale golven in het kristal op te wekken.

De <110> richting is als voortplantingsrichting gekozen om het mogelijk te maken transversale golven op te wekken met verschillende snelheden (zie fig. 4.1 en 4.2).

Bij golfvoortplanting in de <110> richting kunnen we afhankelijk van de polarisatie van de trilling drie voortplantingssnelheden onderscheiden:

 V_L de snelheid van de longitudinale golf polarisatie 110 V_{T1} de snelheid van de transversale golf polarisatie 110 V_{T2} de snelheid van de transversale golf polarisatie 001

golfsoortsnelheid 10^3 m/sL110T2110T10010012.90

Tabel 4.1

Hiermee kunnen de drie elastische konstanten berekend worden (Kittel (1971)).

De waarden in tabel 4.1 gelden bij kamertemperatuur. Bij afkoelen zal de snelheid toenemen.



figuur 4.3

Dit is gemeten voor de longitudinale golf. Het is noodzakelijk hierbij voor de lineaire uitzettingskoëfficiënt te korrigeren (fig. 4.3). Tijdens afkoelen komen geen niet-lineaire veranderingen voor in de snelheid.

4.2. Vervorming bij 78K

In fig. 4.4. zien we de snelheidsveranderingen en de dempingsverandering van longitudinale golven in de <110> richting tijdens deformatie met een reksnelheid van 0,002 cm/min. Op grond van de formules (2.1 en 2.2) uit de Granato-Lücke theorie zijn deze krommen niet te begrijpen. Als we uitgaan van een lineaire toename van de dislokatie dichtheid met de rek verwachten we een lineaire afname van de snelheid en lineaire toename van de demping als funktie van de rek. Een toename van de snelheid zou nog te verklaren zijn als we uitgaan van dislokaties met grote lijnlengten die tidens deformatie losgetrokken worden van pinpunten (anomaal snelheidseffekt (Truell e.a. 1969)), echter zou dan de demping toe moeten nemen.

Dit is niet het geval. Als we uitgaan van de formules (2.1 en 2.2) dan zouden we moeten veronderstellen dat de dislokatie lijnlengte afneemt. Of dat mogelijk is kunnen we nagaan door gebruik te maken van tabel (2.2.1). We gaan uit van een uniforme dislokatie verdeling. De grootste bijdrage aan de demping wordt geleverd door de dislokatie in de glijsystemen 2,3,11 en 12 ($\Omega_{k1} = 0,181$).

Toename van de dislokatie dichtheid zal in het begin vooral optreden in de glijsystemen 4 en 7 (μ_k ; 0,408). Dit geeft dus een toename in de demping tenzij de in de glijsystemen 4 en 7 gevormde dislokaties de in de glijsystemen 2,3,11 en 12 aanwezige dislokaties gaan doorsnijden en zodoende de lijnlengte doen afnemen. We hebben dan dus te maken met twee elkaar beconcurrerende effekten, die eventue el kwalitatief de gemeten krommen zouden kunnen verklaren.

Dezelfde proef uitgevoerd bij kamertemperatuur zou dan echter hetzelfde effekt moeten vertonen. Dit werd niet gevonden.

Bovendien meten we, als we een bij 0,1% gedeformeerd kristal, na opwarmen tot kamertemperatuur en daarna weer afkoelen tot 78K, opnieuw maar nu elastisch deformeren, althans voor kleine belastingen dezelfde kromme (fig. 4.5).

-19-



Dit wijst er dus op dat de gemeten veranderingen onafhankelijk zijn, althans voor kleine belastingen van de voorgeschiedenis van het proefstuk.

Gedacht zou kunnen worden aan inhomogene deformatie als gevolg van het verschil in uitzettingscoëfficiënt tussen kwarts en koper. Na het afkoelen zal dan de zijde van het kristal,waar de transducer is geplakt, een drukspanning ondervinden. Waardoor er in het proefstuk een inhomogene spanningstoestand ontstaat wat tot gevolg heeft dat de gemeten demping zou moeten toenemen (Truell e.a. 1969) tijdens afkoelen, dit is inderdaad gemeten. Gaan we aan het kristal trekken dan zou deze inhomogene spanningsverdeling moeten verdwijnen om de gemeten krommen te verklaren.

Dit gaat echter alleen op voor de demping. Dat de gemeten snelheid afneemt als gevolg van inhomogene deformatie en dus zou toenemen als de inhomogene deformatie verdwijnt laat zich niet zo eenvoudig voorstellen, tenzij we aannemen dat de vorm van de echo hierdoor verandert en een extra bijdrage levert aan de rondzingtijd.

Dat deze verandering van de snelheid niet is te zien in fig. 4.3 is niet verwonderlijk daar in dat geval de methode voor absolute snelheidsmeting gebruikt werd (zie paragraaf 3.4c) deze methode is niet afhankelijk van de echovorm, terwijl de rondzingmethode dat wel is.

Deze metingen bij 78K zijn dus hoogst onbetrouwbaar, temeer daar het niet mogelijk was nogmaals een kristal tot meer dan 0,2% te rekken zonder dat de transducer losliet van het proefstuk.

Beide problemen zouden te ondervangen zijn indien we beschikken over een materiaal dat geschikt is als akoestische lijm bij 78K en bovendien plastisch blijft bij deze temperatuur.

Een onderzoek hiernaar vergde mijns inziens teveel tijd, zodat verdere metingen bij kamertemperatuur zijn uitgevoerd.

4.3. Vervorming bij 300K

Een kristal (A) is gedeformeerd met een drukkracht in de 112 richting. De snelheidsverandering en de demping zijn gemeten als funktie van de rek (figuur 4.6).

Snelheid en demping veranderen lineair met de rek. Na 0.025% deformatie is het kristal ontlast en hersteld. Hierbij nam het $\frac{\Delta v}{v}$ effekt af.

-20-



figuur 4.5

Het kristal is daarna weer belast tot een deformatie was opgetreden van 0,1% bij een belasting van 12.10^6 N/m². Het nu 0,1% gedeformeerde proefstuk is vervolgens 3x cyclisch belast tot 6.10^6 N/m² (figuur 4.7). Tij-dens deze cyclische belasting is de snelheidsverandering gemeten (figuur 4.8).

Zowel de rek bij maximale belasting als de maximale snelheidsverandering blijken toe te nemen bij iedere volgende cyclus.

Kennelijk worden tijdens iedere cyclus nog dislokaties gevormd. We kunnen dus nog niet spreken van elastische deformatie.

Het kristal A is vervolgens tot 0,2% gedeformeerd bij een belasting van 20.10^6 N/m^2 .

Wederom is nu cyclisch belast, echter maar tot 3.10⁶ N/m². De rek bij maximale belasting nam nu niet meer meetbaar toe.

De snelheidsverandering als funktie van de belasting is gemeten (figuur 4.9).

Een volgend kristal (B) is eveneens tot 0,2% gedeformeerd bij een belasting van 20.10^6 N/m². Ook dit kristal is cyclisch belast. Hier vinden we kwalitatief dezelfde snelheidsverandering als funktie van de belasting (figuur 4.10) als bij kristal A.

Bij deze metingen is de belasting kontinu opgebracht met een reksnelheid van 0,0005 cm/min. De max. belasting was 3.10⁶ N/m². Na enkele uren is het kristal met dezelfde reksnelheid ontlast. Nadat de belasting volledig is verdwenen blijkt de snelheidsverandering niet volledig tot 0 te zijn teruggekeerd. (De rek is dan echter wel 0). Dit effekt verdwijnt echter na enige tijd.

Zowel bij proefstuk A als bij proefstuk B (fig. 4.11 voor proefstuk B).

Dit herstel treedt echter niet op als onmiddellijk na ontlasten weer opnieuw belast wordt.

De snelheid blijft dan tot 1.10^6 N/m^2 onafhankelijk van de belasting. De demping neemt dan echter, zij het zeer weinig, toe (fig. 4.12). Bij belasting tot 1.10^6 N/m^2 is ookgeen hysterese waar te nemen.

Bij bestudering van de figuren 4.9 en 4.10 valt het volgende op:

1^e. De grootte van het effekt in beide kristallen verschilt bijna een faktor 2. De kristallen hebben echter niet dezelfde voorgeschiedenis.

-21-







-22-



. 29





-23-



Het kristal met het grootste effekt is na 0,1% deformatie een aantal malen cyclisch belast tot 6.10^6 N/m².

Mogelijk heeft dit invloed op de dislokatiedichtheid gehad.

- 2^e. Er is een duidelijke hysterese effekt. Tijdens ontlasten is de gemiddelde dislokatielengte dus kennelijk groter dan tijdens belasten bij dezelfde waarde van de spanning. Dit is op grond van fig. 2.2 te begrijpen.
- 3^e. We merken op dat er herstel optreedt. Dit herstel blijkt voor de belaste en de onbelaste toestand ongeveer dezelfde grootte te hebben.

Zolang de dislokaties bewegen treedt er kennelijk geen herstel op, gezien de horizontale stukken in de kromme bij het ontlasten vanaf 0,5.10⁶ N/m².

 4^{e} . Na tot ongeveer 1.10^{6} N/m² konstant te zijn gebleven (afgezien van het begineffekt tot 0,4 10^{6} N/m²) neemt de snelheid af. Ontpinning treedt dus pas op na 1.10^{6} N/m².

Om na te gaan of de gemeten krommen passen in de theorie gaan we als volgt te werk (zie hoofdstuk 2).

- a) We nemen aan dat de dislokatiedichtheden in de glijsystemen met $\mu_{\rm L} \neq 0$ (zie tabel 2.2.1) na de deformatie gelijk zijn.
- b) We berekenen de $\frac{\Delta v(\sigma,T)}{\Delta v}$ krommen volgens formule 2.1.11 voor elk glijsysteem afzonderlijk.
- c) Vervolgens vermenigvuldigen we de waarden met de bij het glijsysteem behorende Ω kL (zie tabel 2.2.1).
- d) We passen één punt (b.v. voor $\sigma = 3.10^6 \text{ N/m}^2$) van de berekende kromme aan bij de gemeten kromme.

Als we deze procedure herhalen voor verschillende waarden van de parameters Uo en L dan blijkt dat in een paar gevallen overeenstemming is te bereiken tussen de gemeten kromme en de theorie (fig. 4.13). Hierbij is het begineffekt dat vermoedelijk wordt veroorzaakt door het lostrekken van de dislokaties van vakatures weggelaten.

-2 ----



Kristal B,vergelijking meetresultaten met de theorie figuur 4,13

.

Een moeilijkheid is echter dat de gevonden waarden voor Uo = 3 eV en L = $0,4 \ 10^{-5}$ cm voor de verschillende krommen niet erg reëel zijn. Mogelijk is het uitgangspunt dat de dislokatiedichtheden in de betrokken schuifsystemen gelijk zijn niet juist. Verder is het niet denkbeeldig dat door een niet geheel juiste stand van het kristal ook de schuifsystemen 11 en 12 (zie tabel 2.2.1) een bijdrage leveren.

4.4. Meting van de golfsnelheid in Rb₂ZnBr₄

Op verzoek van de werkgroep microstruktuur zijn metingen gedaan aan een kristal van Rb₂ZnBr₄. De golfsnelheden in de richting van de kristalassen zijn gemeten.

	golfsnelhe	eden in 10	0 ³ m/s	
polarisatie	voortplantingsrichting			
richting	a-as	b-as (. c-as	
a	2.20	0.94	1.16	
b	0.98	2.10	1.22	
c	1.15	1.22	2.53	
a b c	2.20 0.98 1.15	0.94 2.10 1.22	1.16 1.22 2.53	

De metingen met de voortplantingsrichting in de richting van de a-as zijn inverband met de grote demping minder betrouwbaar.

De golfsnelheid in de richting van de c-as, is ook gemeten als funktie van de temperatuur. Om korrektie voor de thermische uitzetting mogelijk te maken is de thermische uitzettingscoëfficiënt in de richting van de c-as gemeten.

Hiervoor is gevonden $\lambda = 5.12 \ 10^{-5} \ ^{\circ}C^{-1}$, de uitzetting bleef bovendien lineair met de temperatuur van 20 tot $100^{\circ}C$. De snelheidsverandering als funktie van de temperatuur vertoont een knik bij $82^{\circ}C$. De in de \overline{b} -richting gepolariseerde golf vertoont een sterke piek in de demping (zie figuur 4-13, 4-14, 4-15).

-25-







5. KONKLUSIE

In de door mij gebruikte kristallen (0.F.H.C. 99,98 % koper) zijn opgeloste vreemde atomen aanwezig, die optreden als pinners van dislokaties. Meetbare ontpinning treedt op als de schuifspanning in het glijvlak van de dislokaties groter wordt dan 2 10⁶ N/m².

-27-

Zonder nadere informatie over de dislokatie-lijnlengte en de dislokatieverdeling over de verschillende schuifsystemen is het niet mogelijk de bindingsenergie van de dislokatie aan de pinners te bepalen. Meting van de frequentie-afhankelijkheid van de demping en herhaling van de metingen met transversale golven zal hiervoor noodzakelijk zijn.

Metingen met een op het proefstuk geplakte triller bij 78K zijn niet zinvol zolang er geen akoestische lijm beschikbaar is die bij deze temperatuur plastisch blijft.

De apparatuur in zijn huidige vorm heeft de lastige eigenschap dat, metingen van de snelheidsveranderingen afhankelijk zijn van de echovorm en amplitudeveranderingen van de gedetekteerde echo (en dus ook afhankelijk van dempingsveranderingen).

Een oplossing hiervoor is mogelijk door het inbouwen van een automatische versterkingscontrôle, wat tevens de mogelijkheid inhoud van een automatische dempingsmeting (Truel (1961) blz. 380).

De apparatuur blijft dan wel gevoelig voor veranderingen van de vorm van de echo. Bij kleine deformatie speelt dat echter nauwelijks een rol. Snelheidsveranderingen bij grote deformaties zouden dan gemeten kunnen worden met behulp van de in paragraaf 3.4c beschreven methode. 6. LITERATUUR

Chiarito, P.T.; Strain measurements at cryogenic temperatures. Cryogenic engineering conference University of Mich. Ann. Arbor (1961) 433.

Davidse, J.; Grondslagen van de elektronica 1, 2 en 3. Het Spectrum Utrecht (1970).

Fiore, F.N. and Bauer, C.L.; Binding of solute atoms to dislocations, Progress in materials science 13 (1968) 85.

Fleischer, R.L. and Chalmers, B.; Grip effects in the deformation of single crystals. J. of Mech. and Phys. of Solids, 6 (1958) 307.

Forgacs, R.L.; I.R.E. Trans. Instr. 1-9 (1961) 359.

Granato, A. en Lücke, K.; J. of Appl. Physics 27 (1956) 583.

Green, Jr. R.E. and Hinton, T.; Orientation-dependent dislocations damping factors, Trans. met. soc. aime, 236 (1966) 435.

Henneke, E.G. and Green, Jr. R.E.; Compilation of the modes of elastic wave propagation and the orientation dependence of dislocation damping in copper. Trans. met. soc. aime, 242 (1968) 1071.

Kik, P.; Veranderingen van akoestische golfsnelheden in koper éénkristallen tijdens belasten. Afstudeerverslag TH-Delft (1974).

Kittel, C.; Introduction to solid state physics Wiley & Sons, New York (1971).

Lücke, K., Granato, A. en Teutonico, L.J.; J. of Appl. Physics <u>39</u> (1968) 5181.

Nowick, A.S. and Berry, B.S.; Anelastic relaxation in crystalline solids. Academic Press (413) 1972, New York.

Osterman, A.; Das Verhalten der von versetzungen hervorgerufenen ultraschallabsorption in kupfer unter dem einfluss kleiner äusseren spannung. Dissertatie, TH-Aachen (1970).

Teutonico, J.L., Granato, A. en Lücke, K.; J. of Appl.Physics <u>35</u> (1964) 230.

Truell, R., Elbaum, C. en Chick, B.B.; Ultrasonic methods in solid state physics. Academic Press. New York (1969).

Weiner, D.; Elastic moduli and internal friction of cold worked copper single crystals. Dissertatie TH-Delft (1974).

Appendix A 1

Hoewel de meetopstelling zoals deze door P. Kik is ontworpen en gebouwd in principe goed werkte, bleken er in de praktijk een aantal problemen op te treden (Kik, 1974).

- a. Bij dempingsmetingen traden zonder duidelijke oorzaak plotselinge dalingen van de demping op.
- b. Gelijktijdige dempingsmeting en meting van de looptijden in het kristal was niet mogelijk.
- c. De jitter (snelle veranderingen van de doorgangstijd) was slechts door voortdurend regelen van tijdsvertraging en amplitude kleiner dan
 1 : 10⁺⁴ te houden.
- d. Het was niet mogelijk een afgeschermde kabel te verbinden tussen het kwarts kristal en de versterker ingang.

De kans op storing van buitenaf is hierdoor groot. Het was bijvoorbeeld niet mogelijk de ingebouwde variabele verzwakker te gebruiken. Hiervoor moet men namelijk met de hand in de buurt van de ingang van de versterker komen.

Het is dan niet duidelijk of de amplitude veranderingen door de verzwakker worden veroorzaakt of door kapaciteitsverandering van de signaaldraad (handeffect).

- e. De Hewlett Packard breedbandversterker kon niet volledig worden benut daar op de stand 40 dB versterking de schakeling ging oscilleren.
- f. Door onduidelijke oorzaak zijn een aantal transistoren stukgegaan. Vervanging hiervan is uren werk daar hiervoor de elektronica gedeeltelijk gedemonteerd moet worden.
- g. De hersteltijd van de versterker was te lang.
- h. Dempingsmetingen bij hogere frequenties waren niet mogelijk (van belang voor het bepalen van de dislokatiesdichtheid).
 Blijft de vraag wat de oorzaken zijn van deze ongemakken en hoe ze zijn te verhelpen.

Het eenvoudigste is het onder d genoemde te verhelpen. Denken we het kristal vervangen door een kapaciteit (9 pf) en wordt de toevoerdraad naar het kristal vervangen door afgeschermde kabel (100pf/m) dan komt er een grote kapaciteit parallel aan het kristal. De aanstootpuls wordt daardoor zoveel verzwakt dat er nog nauwelijks echo's zichtbaar zijn.

-30-

Door nu de kristalimpedantie met een aanpassingsnetwerkje naar 50 $\Omega \angle 0^{\circ}$ (karakteristieke kabelimpedantie) te brengen zijn we verzekerd van maximale signaal overdracht zonder storende reflekties in de leiding. De relatief hoge ingangsimpedantie van de versterker heeft op de schakeling geen invloed (Davidse 3, blz. 152).

Het vervaardigen van het aanpassingsnetwerk gaat als volgt:

- 1^e De parallel kapaciteit C van het op het proefstuk geplakte kristal bij lage frequentie wordt bepaald (op een Vector impedantie meter).
- 2^e Kies een parallel kapaciteit enkele malen groter dan de kapaciteit van de triller, zodat kapaciteitvariaties bij het opplakken e.d. geen invloed hebben op het netwerk.
- 3^{e} Maak een spoel met een zelfinduktie die samen met de kapaciteiten van 1^{e} en 2^{e} een afgestemde kring vormt bij de gewenste frequentie. L = ω^{2}/C .
- ^{4^e} Bepaal de Q (kwaliteit) van de kring. Kies een weerstand R zódat de kring een kwaliteit van ongeveer 3 krijgt. Dit is noodzakelijk om opslingering van de kring te voorkomen en dit heeft echo's tot gevolg met lange staarten.
- 5^e Maak nu een transformator(wikkelverhouding l : n) door op een geschikte plaats van de spoel een aftakking te kiezen (autotransformator of tap, Davidse 2, blz. 227), zódat de Ohmse weerstand voor de aansluitdraad naar de aanstootgenerator 50 Ω bedraagt.

$$Z_{kabel} = \frac{R}{n^2} = 50 \ \Omega$$

De fasehoek bedraagt 0° volgens 3^{e} .

Bij gebruikmaking van de juiste kabel (50 Ω coax) hebben we nu een maximale vermogensoverdracht van de aanstoot generator op het kristal.

De transformators zijn met pozijn gewikkeld op een plastic houder met spoelkern. Deze kern is verdraaibaar en maakt het mogelijk de afstemming van het circuit in de opstelling te optimaliseren.

-31-

Bij metingen in stikstof deed zich een moeilijkheid voor. De op bovenstaande wijze gebouwde aanpassingscircuits zijn temperatuurafhankelijk en kunnen dus niet afgekoeld worden. Het is toch noodzakelijk een relatief lange niet afgeschermde draad naar de triller te gebruiken. Dit geeft een extra kapaciteit waardoor extra reflekties in het echopatroon veroorzaakt worden.

Er is een speciale 10 MHz aanpassing gemaakt die wel tot -200⁰C kan worden afgekoeld.

Spoel L n = 100.

diameterdraad 0.071 mm. diameterspoel 3,7 mm zonder kern. L = 15,5 µH.

Ohmseweerstand 5,5 Ω bij 30°C. 0,8 Ω bij -200°C.

Weerstand R (koolweerstand)

R = 39 Ω bij 30°C. R = 48 Ω bij -200°C.

Meting Vectorimpedantiemeter.

54 $\Omega \angle 0^{\circ}$ 10,4 MHz -200°C.

De versterker.

Bij kontrôle van de juiste werking van het 10 MHz aanpassingsnetwerkje, bleek dat de nuvistor versterker oscilleerde (kandidaatsverslag P. Kik). Bij de bouw van de versterker was geen rekening gehouden met de principes van de hoog frequent techniek (bandbreedte tot 15 MHz, hersteltijd 15 µs). Hiermee zijn de onder a en e genoemde ongemakken te verklaren.

Een wel volgens hoogfrequent technieken gebouwde nuvistor cascode versterker trap bleek echter ook niet een voldoende bandbreedte (tot 40 MHz) te kunnen halen.

Dit in verband met paracitaire kapaciteiten (tot 10pf) die zich niet lieten lokaliseren.

-32-



danddraad fa 7-50 MHE Maangsinneedantie 9k2.2. Llitgonsiinnedantie 50 D. Varstarking 4x

(2rs -

1 voorversterkeer

Met een FET's uitgevoerde cascode versterker trap bleek tot 50 MHz

(-3dB) te komen bij 4x versterking.

De hersteltijd bedraagt ongeveer 0,5 µs.

Het voordeel van de FET's boven de nuvistors is nog dat de hoogspanningsvoeding kan verdwijnen.

Daarvoor in de plaats beschikken we nu over +12V en -12V.

Inmiddels zijn de problemen genoemd onder a,e,d en g verdwenen (bovendien h ten dele).

De versterker is aan de ingang beveiligd tegen hoge spanning i.v.m. de aanstoot puls. De ingangsimpedantie bedraagt 9kl Ω (zie fig. A I-1). Om voldoende versterking te krijgen is een breedband versterker achter de FET trap geplaatst. De uitgangsinpendantie is met een transformator aangepast aan een HP breedband versterker met een ingangsimpendantie van 50 Ω .

Ook de ingang van de gelijkrichter is afgesloten met 50 ohm om een betere aanpassing aan de HP versterker te geven.

In de uitgang poort van de gelijkrichter is een weerstand van 50 Ω opgenomen om de uitgang kortsluitvast te maken.

Blijven over de problemen onder b en c genoemd. Voor een goed begrip van het waarom van de gekozen oplossing zullen we het probleem wat nader bekijken (zie fig. 3.10).

Eerst wordt een aanstootpuls gevormd waarvan de echo's op de scoop zichtbaar zijn.

Eén van deze echo's wordt gedetecteerd en de flank van deze echo wordt gebruikt om een nieuwe startpuls te vormen. Deze startpuls wordt vertraagd en geeft het kommando voor een nieuwe aanstootpuls. Deze aanstootpuls vormt weer nieuwe echo's. Deze nieuwe echo's liggen over de oude heen en kunnen daar dus mee interfereren. In een volkomen stabiele situatie zou dat geen problemen mogen zijn. Alleen de amplitude van de echo's zal hier door toenemen.

Op de meting van de looptijd in het kristal en de demping heeft dit geen invloed. Bekijken we nu wat er gebeurt als er een kleine verandering in de amplitude van de echo's optreedt op het moment dat een nieuwe startpuls gevormd wordt.

We nemen aan een vermindering van de amplitude met ΔA . De omhullende van de gedetekteerde echo zal hierdoor een andere vorm krijgen (zie fig. Al 2).



En de flank zal minder stijl worden zodat nieuwe startpuls Δt later gevormd wordt.

Als we aannemen dat de pulsbreedte Δt en de hoogte van het trigger niveau A_t niet veranderen dan kunnen we uit ΔA , Δt berekenen als we b.v. een driehoekige omhullende aannemen.

e.

$$ts_{\Delta A} = \frac{A - At - A}{A - A} \frac{1}{2} tp.$$

 $ts = \frac{A-At}{\Delta} \frac{1}{2}tp.$

$$\Delta t = ts - ts_{\Delta A} = \frac{\Delta A A t}{A (A - \Delta A)^{\frac{1}{2}} tp.$$

Waarin ts het tijdstip van de startpulsvorming bij amplitude A.

ts _ A het tijdstip van de startpulsvorming bij amplitude A- ΔA . At de amplitude van het triggerniveau.

tp de tijdsduur van de echo.

rekenvoorbeeld:

Voor tp $= \mu s$.

$$\Delta A = 1/50 A$$

At = $\frac{1}{2} A$.

geeft dit $\Delta t \simeq 0.01 \ \mu s$, ofwel 10% van de trillinstijd T = 0,1 μs van de draaggolffrequentie (10 MHz). ΔT = 0,1 T.

Stel dat de vermindering van de amplitude inmiddels weer is te niet gedaan. Voor de nieuwe aanstootpuls is gevormd, dan zal er toch iets veranderen daar de nieuwe aanstootpuls niet meer precies in fase is met de vorige echo's.

De som van amplitudes van de nieuw gevormde echo's en de oude echo's is nu afgenomen daar de oude kleine echo's niet meer in fase zijn met de nieuwe grote echo's. Fase verschuiving $\frac{\Delta T}{T}$. De amplitude van de som der echo's is na te rekenen.

 $\hat{u} = A_o(\sin\omega t + e^{-xn} \sin(\omega t + \frac{\Delta T}{T} 2\pi)).$

 $\hat{u} = A_{o} (sin\omega t + e^{-xn} (sin\omega t \cos \frac{\Delta T}{T} 2\pi + cos\omega t sin \frac{\Delta T}{T} 2\pi)).$

$$\hat{u} = A_{o} \sin\omega t \left(1 + e^{-\kappa n} \cos\frac{\Delta T}{T} 2\pi\right) + A_{o} \cos\omega t e^{-\kappa n} \sin\frac{\Delta T}{T} 2\pi.$$

$$(A_{o} e^{-\kappa n} \sin\frac{\Delta T}{T} 2\pi) \cos\omega t z \acute{e}\acute{e}r klein.$$

Dus

$$\hat{u} = A_0 \sin \omega t (1 + e^{-xn} \cos \frac{\Delta T}{T} 2\pi)$$

De max. amplitude zonder faseverschuiving was:

$$\hat{u} = A_0 (1 + e^{-Xn}) sin\omega t$$

Daar cos $\frac{\Delta T}{T} 2\pi < 1$ zal de amplitude zijn afgenomen. stel e^{-xn} $\simeq \frac{1}{20}$

Dan was de amplitude $\hat{u}_{max} = A_0 \left(1 + \frac{1}{20}\right) = 1,05 A_0$. We berekende voor $\Delta A = \frac{1}{50}$ een ΔT van $\frac{1}{10}$ T.

De nieuwe max. amplitude wordt dus:

 $\hat{u}_{max} = A_0 (1 + \frac{1}{20} 0, 81) = 1,94 A_0$

ofwel $\Delta A = \frac{1}{100}$ van de oorspronkelijke amplitude ook als dus de oorspronkelijke amplitude variatie van $\frac{1}{50}$ A weer is verdwenen.

Dit geeft dus weer een verschuiving van het tijdstip waarop de startpuls gevormd wordt, enz. Dit gaat door totdat een verschuiving tot gevolg heeft dat de amplitude weer toeneemt (halve fase verschoven). Hierdoor verschuift het punt waarop de aanstootpuls gevormd wordt, de amplitide neemt dus nog meer toe enz.

De rondzingtijd zal dus snel tussen twee waarden fluktueren die ongeveer 0,1 µs uit elkaar liggen (op de scoop inderdaad te meten). Door het middelen in de tijd komt echter een waarde uit die op 0,01 µs nauwkeurig is. Is er geen storing van buitenaf dan is het mogelijk dit verschijnsel voor enkele minuten te voorkomen door nauwkeurig instellen van de amplitude of de frequentie van de aanstootgolf dan wel door de tijdsvertraging van de nieuwgevormde startpuls te variëren. Al deze veranderingen hebben namelijk invloed op het faseverschil van de vorige en de nieuwe echo serie.Door dit faseverschil goed te kiezen treedt het boven beschreven verschijnsel niet op en staat de flank van de gedetekteerde echo stil.

Daar echter veranderingen in de looptijd van de echo's in het kristal ook het bovengenoemde faseverschil beïnvloeden kan deze stabiele toestand tijdens deformeren of bij temperatuursverandering van het proefstuk geen stand houden.

Om dit probleem te omzeilen wordt de looptijd in het kristal een voldoende bekende en konstante tijd opgeteld zo dat de nieuwe echo serie wordt gevormd nadat de vorige echo serie niet meer van de ruis is te onderschiden.

Interferentie kan nu niet meer optreden en het instabiel worden van de amplitude zal zich niet meer voordoen.

Voor de technische uitvoering van de tijdsvertraging zie Appendix II.

Vergelijking van de ultrasone meetapparatuur voor en na de verandering.

	was	İs
lineariteit van de versterker (binnen 5%)	5-100mV	1-100mV
hersteltijd	12 µs	0,5 µs
bandbreedte (-3dB)	5-20 MHz	7-50 MHz
jitter	2.19-4	5.10 ⁻⁵
gelijktijdige meting van doorgangstijd en		
demping	nee	ja
dempingsmeting bij hogere frequenties	nee	ja
afgeschermde signaalleiding te gebruiken	nee	ja

Mocht met het voorgaande de indruk zijn gewekt dat nu volledig probleemloos apparaat is verkregen waarmee precisie metingen kunnen worden verricht dan is deze indruk ten onrechte gewekt.

Er blijven nog een aantal problemen over die zeker opgelost moeten worden doordat van een probleemloos funktioneren van de elektronica kan worden gesproken.

-36-

Ten eerste bevat de elektronica nog een instelbare tijdsvertraging van ongeveer 5 tot 10 μ seconden waar ook fluktuaties in voorkomen. Deze tijdsvertraging zou uit het systeem moeten verdwijnen.

Ten tweede is de amplitude van de gedetekteerde echo van grote invloed op de meting van de doorgangstijd, zoals ook in het voorgaande al is duidelijk gemaakt. Bij veranderingen van de demping tijdens de meting moet dus de versterking worden aangepast. Dit moet met de hand gebeuren, waarbij de amplitude op de oscilloscoop wordt ingesteld.

Daar bij de metingen een foto van het scoopbeeld gemaakt werd kan dus aan de hand van deze foto's worden gekontroleerd of dit inderdaad is gelukt. Variaties van enkele procenten in de amplitude van de gedetekteerde echo zijn daarbij meer regel dan uitzondering.

De invloed hiervan komt neer op rondzingtijd variaties van ± 0,02 µs.

-37-





figuur AII-2

Appendix II

Het ontwerpen en bouwen van een digitaletijdsvertraging van ongeveer driehonderd microseconden.

Willen we looptijden van 40 μ s meten met een nauwkeurigheid van 1 : 10⁺⁴ dan dient de stabiliteit van de elektronica minstens een faktor tien beter te zijn. Dus we mogen variaties van 10⁻⁵x40 μ s is 0,4 ns toelaten. Voor tijden van honderden microseconden is een simpele vertragingslijn niet geschikt in verband met de grote benodigde lengte daarvan. Een eenvoudige monostabiele multivibrator zou ook niet voldoen daar de maximaal haalbare stabiliteit 1 : 10⁺⁴ per ^oC bedraagt.

Dit is de temperatuursstabiliteit van de elektronische komponenten (variatie in vertragingstijd 30 ns/ $^{\circ}$ C).

We kunnen een goed konstante kristaloscillator bouwen, die kontinu oscilleert met daarachter een poort (zie fig. All.1) en een deler. Dit betekent dat we de poort openen op een moment dat het signaal van de oscillator een willekeurige fase heeft. Zouden we nu alleen positieve flanken tellen dan betekent dit, dat de trillingstijd van de oscillator kleiner moet zijn dan 0,4 ns, ofwel een frequentie moet hebben van 25 GHz. Dit is met de ons ter beschikking staande komponenten niet te verwezenlijken. Kunnen we echter een oscillator maken die gestart wordt door de te vertragen puls en nemen we aan dat de inslingertijd van de oscillator konstant blijft, dan zijn we van dit probleem af (zie fig. All-2). Nemen we aan dat we over zo'n oscillator beschikken dan is de tijdsvertraging eenvoudig te verwezenlijken.

Op een geschikt gekozen punt wordt de stroomkring onderbroken.

Hier wordt als de schakeling in bedrijf is een negatieve puls aangeboden. Na 300 µs moeten we nu aan het vervolg van de stroomkring eveneens een negatieve puls aanbieden. Dit kan dan als volgt:

De oorspronkelijke negatieve puls zet een poort open die de oscillator start. De oscillator wordt gebruikt als klok pulsgever voor een teller, is de juiste stand in de teller bereikt, dan wordt een negatieve puls gevormd, die de poort voor de oscillator dicht zet en wordt aangeboden aan de rest van de schakeling.

De teller wordt nu weer in de uitgangsstand gezet (reset). De schakeling is nu klaar voor de volgende puls.

Daar we puls willen vertragen kunnen we gebruik maken van digitale IC's. In het volgende worden de onderdelen van de tijdsvertrager beschreven, de termen uit de digitale elektronica worden bekend verondersteld.

-38-

De oscillator.

Om deze te realiseren gebruiken we een schmitt-trigger met geïverteerde uitgang en 4 nand ingangen. Deze wordt als multivibrator geschakeld met een frequentie zo dicht mogelijk bij de serieresonantie frequentie van een kwarts kristal. Het kwarts kristal komt tussen de uitgang en een van de nogvrije ingangen. Een van de nog overblijvende ingangen wordt via een schakelaar met "laag" niveau verbonden. Zolang de schakelaar gesloten is werkt de oscillator niet. Wordt de schakelaar geopend dan gaat de betreffende ingang vanzelf naar "hoog" en werkt de oscillator. Om belasting van de oscillator door de rest van de schakeling te voorkomen zetten we nog een schmitt-triger in serie. De beide schmitt-triggers zitter op één IC (TEXAS Instruments T.I. SN 7413).

253

De uitgang is via een invertor en een spanningsdeler met een BNC aansluiting verbonden om de meting van de frequentie (zonder belasting van de oscillator) mogelijk te maken. De frequentie in ons geval is 7,70 MHz.

De poort.

Bestudering van de funktie tabellen van beschikbare flip-flops levert als mogelijkheid een D flip-flop (TEXAS Instruments SN 7474). Hiervoor hebben we een positieve flank nodig. De negatieve startpuls moet dus na gelijkspanningsontkoppeling geïnverteerd worden (SN 7404). En daar we of de startpuls of de stoppuls (fig. All-2) willen gebruiken als clockpuls voor de D flip-flop hebben we nog een OF poort nodig (SN 7432).

De deler.

Willen we een tijdsvertraging van 300 μ s dan moet de 7,7 MHz teruggebracht worden tot 3,3 kHz. Dus ruwweg delen door 2000. De goedkoopste oplossing hiervoor bleek te zijn een serie schakeling van 3 variabele modulo tellers van Fairchild (9305). De drie tellers zijn geschakeld als 16, 16, 10 deler (tijdsvertraging \sim 300 μ s) of als 16, 10, 10 deler (tijdsvertraging \sim 200 μ s) afhankelijk van de stand van een schuifschakelaar die op de print gemonteerd is. De delers zijn geschakeld in "50% duty cycle".

De pulsvormers.

Er zijn drie pulsen nodig.

Eén negatieve (de vertragende startpuls) hiervoor gebruiken we de opgaande flank van het laatste bit van de teller die via de geïnverteerde uitgang van een multivibrator (TEXAS Instruments SN 4121) wordt doorgegeven aan de oorspronkelijke schakeling. De tweede en derde puls zijn voor het stoppen van de oscillator en het resetten van de tellers.

Het stop-reset kommando komt 3 µs nadat de nagatieve eerste puls is doorgegeven. Dit is als volgt gerealiseerd: De neergaande flank van de laatste bit wordt vertraagd, door twee invertors (SN 7404) met een kondensator en aangeboden aan een monostabiele multivibrator (SN 7421). Het stop- en terugzet kommando mogen tegelijk komen daar de flank de oscillator stopt en het niveau de tellers reset (master reset active low).

De voeding.

De 5 Volt voeding wordt op eenvoudige wijze uit de bestaande 12 Volt voeding verkregen met behulp van een IC (7805 C).

Bovenstaande schakeling werkt zeer behoorlijk maar bleek in praktijk een vervelende eigenschap te hebben, die niet was voorzien. De 7,7 MHz oscillator dempt namelijk zeer langzaam uit, zodat voor korte rondzingtijden het kan voorkomen dat de looptijd in het proefstuk te krot is om volledige uitdemping van de oscillator te verkrijgen.

Het gevolg is nu dat de oscillator bij opnieuw aanstoten in de fase van de oude trilling doorgaat met oscilleren, er worden dan geen kleine veranderingen van de rondzingtijd meer waargenomen. Deze blijft dan konstant met een nauwkeurigheid van 1 : 3000.000.

Door een extra weerstand over het kristal te zetten is het uitdempen van het kristal versnelt. Dit heeft echter als nadeel dat de kwaliteit van de oscillatorkring sterk is afgenomen, wat de stabiliteit niet ten goede is gekomen.

Een definitieve oplossing van dat probleem is dan ook mijns inziens alleen te verwachten van het inbouwen van een gekochte vertragingslijn b.v. gebaseerd op de looptijd van een akoestische puls in een kwartsstaaf.