

Локальные упругие измерения в твердых телах с использованием техники акустического трансформера

В. М. Левин, Е. С. Мороков¹⁾, К. А. Валуев

Институт биохимической физики им. Н. М. Эмануэля РАН, 119334 Москва, Россия

Поступила в редакцию 16 сентября 2020 г.

После переработки 11 ноября 2020 г.

Принята к публикации 18 ноября 2020 г.

В работе описан эффект преобразования фокусированного ультразвукового излучения в коллимированные пучки продольных и поперечных волн в объеме полусферического трансформера после преломления на его поверхности. При закреплении полусферы на исследуемом плоскопараллельном объекте сформированные узконаправленные пучки упругих волн, падающие по нормали к поверхности образца, позволяют проводить упругие измерения с минимальными погрешностями, которые могли быть вызваны рефракционными аберрациями фокусированного пучка.

DOI: 10.31857/S1234567821010109

Упругие характеристики принадлежат к числу фундаментальных свойств твердых тел. Долгое время объектами упругих исследований были совершенные тела с однородной макро- и мезоструктурой – кристаллы, стекла и т.д. Сегодня наблюдается все возрастающий интерес к структурно-организованным материалам и объектам, характеризующимся как градиентным распределением свойств, так и представляющим собой многофазные системы с резкими межфазными границами. Их изучение и применение требует не только знания интегральных характеристик таких объектов, но и данных о локальных значениях соответствующих свойств и о их распределении по объему образца.

Существует ограниченный круг экспериментальных методик локальных упругих измерений. Как правило, они являются ультразвуковыми и базируются на локальном возбуждении и приеме высокочастотного ультразвука (гиперзвука) и измерении времени его распространения на определенной длине пробега. Локальный характер взаимодействия зондирующего ультразвука с исследуемым объектом обеспечивается либо использованием фокусированных ультразвуковых пучков [1, 2], либо точечным возбуждением локального ультразвука, например, за счет импульсного нагрева в фокальной зоне лазерного пучка пико- и фемтосекундными лазерными импульсами (так называемый лазерный ультразвук [3–5]).

Наиболее эффективной и доступной методикой для измерения локальных значений объемных зву-

ковых скоростей являются импульсные измерения с использованием фокусированного ультразвука [2, 6]. Фокусированный импульс, создаваемый в иммерсионной среде, падает по нормали на плоскопараллельный образец, размещенный вблизи фокальной плоскости пучка. Время задержки между эхо-импульсами от передней поверхности и дна образца, идущими из фокальной перетяжки, позволяет по известной толщине образца находить значение скорости звука в области перетяжки. Эхо-сигналы от дна формируются за счет распространения в образце различных типов упругих волн; соответственно, описываемая техника дает возможность одновременно измерять локальную величину скорости как продольных, так и поперечных волн.

Техника микроакустических измерений использовалась для измерения локальных упругих характеристик в ряде актуальных современных объектов – в графитовых [7] и фуллеритовых [8–11] структурах; в нанокompозитах [12, 13], армированных композитах [14, 15], полимерах с распределенной степенью кристалличности [16], сплавах и керамиках для измерения локальных упругих свойств [17]. В каждом случае имелась своя причина для проведения локальных измерений – малые размеры образцов, принципиальная структурная и механическая неоднородность, нежелательность механической обработки образца и т.д.

Для локальных измерений используются ультразвуковые пучки с небольшими угловыми апертурами $2\theta_m$, формирующие в иммерсионной среде протяженные фокальные перетяжки. Формирование отраженных эхо-сигналов осложняется рефракционными эф-

¹⁾e-mail: es_morokov@yahoo.com

фектами на границе иммерсии и образца – преломление увеличивает угловую апертуру входящего пучка и разрушает структуру его фокуса, трансформируя фокус в каустику. Рефракционные aberrации определяют методику прямого применения фокусированного ультразвука для локальных измерений. Методика включает смещение зондирующего пучка в иммерсии по направлению к образцу для локализации параксиального фокуса прошедшего пучка на задней поверхности образца [2, 6]. Для образцов с высокими значениями скорости звука aberrации могут оказаться столь велики, что выполнить требования методики оказывается невозможно геометрически. Для проведения локальных упругих измерений в таких образцах было предложено использовать акустический трансформер – твердую полусферу из достаточно жесткого материала, контактирующую своей плоской поверхностью с передней поверхностью плоского образца [8, 9, 18]. Когда фокус зондирующего пучка в иммерсии совпадает с центром полусферы, зондирующий пучок проходит сферическую поверхность трансформера, не теряя своей пространственной структуры [19]. Его преломление на плоской границе трансформера и образца сопровождается существенно меньшими рефракционными aberrациями, что обеспечивает возможность выполнения локальных упругих измерений. Именно с использованием такой методики были обнаружены рекордные величины продольной скорости звука c_L в полимеризованных фазах высокого давления фуллерита C_{60} [8, 9], и выявлено неоднородное распределение c_L в объеме образцов полимеризованного фуллерита [10].

В работе рассматривается иная возможность использования полусферического трансформера для выполнения локальных упругих измерений. Пространственная структура пучка, заходящего в объем полусферы, многообразна в зависимости от положения точки схода лучей в иммерсии относительно центра сферической поверхности. В частности, при смещении фокуса за пределы полусферы какая-то часть падающих лучей может оказаться параллельной оси падающего пучка и нормальной к поверхности образца [18]. Возможность получения коллинеарного зондирующего пучка малого поперечного сечения представляет особый интерес для выполнения локальных упругих измерений в твердотельных образцах – снимаются принципиальные геометрические ограничения на толщину исследуемых образцов, определяемые необходимостью локализации параксиального фокуса на задней поверхности образца; также убираются неконтролируемые системати-

ческие погрешности, возникающие за счет различия времени прохождения зондирующего импульса через образец для различных угловых компонент сходящегося пучка. В работе теоретически анализируются условия для формирования коллинеарного пучка в трансформере, оценивается степень коллинеарности лучей в таком пучке. Далее, предлагаемая методика проверяется экспериментально в ходе измерений на модельных образцах.

Рассмотрим в лучевом приближении взаимодействие сходящегося ультразвукового пучка с угловой апертурой (половиной угла раскрытия) θ_m в иммерсии с твердой полусферой радиуса R , выполненной из материала со скоростями c_L и c_T продольного и поперечного звука соответственно (рис. 1). Заранее

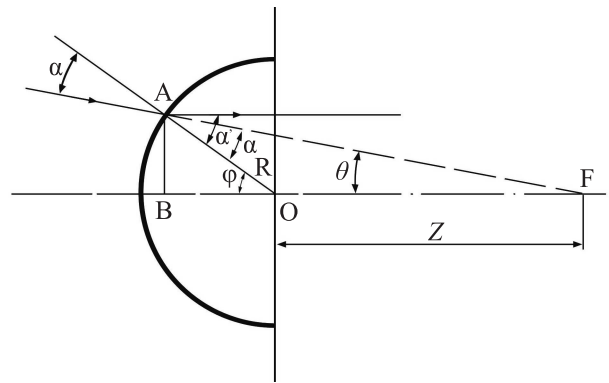


Рис. 1. Ход лучей в полусфере

предполагается, что скорости c_L и c_T в полусфере заметно больше скорости звука в иммерсии. Ось падающего пучка нормальна к плоской части поверхности полусферы и проходит через ее центр. Лучи падающего пучка частично отражаются от поверхности, частично заходят в нее, преломляясь на сферической поверхности. Структура преломленного пучка в полусфере определяется позицией z фокуса падающего пучка относительно центра полусферы. В референтной позиции $z = 0$ зондирующий пучок проникает в трансформер без искажения хода лучей. При смещении фокуса F за пределы трансформера ($z > 0$) преломленный луч располагается дальше падающего от оси пучка (рис. 1); при соответствующем смещении $z = z_s(\theta)$, $s = L, T$, конус лучей, идущих в падающем пучке под углом θ к оси пучка, в результате преломления может трансформироваться в поверхность лучей, параллельных оси пучка и нормальных к границе трансформера с образцом.

Лучи, идущие в падающем пучке под углом $\theta \leq \theta_m$ к оси, встречают преломляющую поверхность в точке A под углом α к нормали, проведенной из

центра сферы в точку преломления, и входят в сферу под углом α' . Позиция точки А на сфере задается углом наклона нормали φ . Углы α и φ находятся из треугольника АОФ через радиус сферы R , смещение фокуса z и угол наклона падающего луча θ :

$$\varphi = \alpha + \theta; \quad \sin \alpha = (z/R) \cdot \sin \theta;$$

откуда

$$\sin \varphi = \frac{z}{R} \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta + \sin \theta \cdot \sqrt{1 - \frac{z^2}{R^2} \cdot \sin^2 \theta}. \quad (1)$$

В результате преломления в трансформере образуются продольные (L) и поперечные волны (Т), направления которых задаются углами преломления α'_s ($s = L, T$):

$$\sin \alpha'_s = \frac{c_s}{c} \cdot \sin \alpha = \frac{c_s}{c} \cdot \frac{z}{R} \cdot \sin \theta, \quad s = L, T. \quad (2)$$

Преломленные лучи, параллельные оси пучка, формируются при выполнении условия:

$$\alpha'_s = \varphi \quad (\text{или} \quad \sin \alpha'_s = \sin \varphi). \quad (3)$$

Сдвиг фокуса $z_s(\theta)$, необходимый для трансформации конуса θ падающих лучей в поверхность преломленных лучей, продольных ($s = L$) или поперечных ($s = T$), параллельных оси пучка, находится из условия (3) с использованием выражений (1) и (2):

$$z_s(\theta) = \frac{R}{(c_s/c) - 1} \cdot \frac{1}{\sqrt{1 + \{(c/c_s)/(1 - c/c_s)\}^2 \cdot \sin^2 \theta}}. \quad (4)$$

Для упругих измерений используются пучки с небольшими угловыми апертурами θ_m : обычно $\theta_m \sim 8^\circ \div 15^\circ$, реже до 30° . Полусферы для трансформеров изготавливаются из материалов со скоростями звука c_L и c_T , заметно большими скорости звука в иммерсии c : $c_L \sim 6$ км/с, $c_T \sim 3-4$ км/с (сталь, плавленный кварц и др.), тогда как $c \leq 1.5$ км/с (вода, ртуть, спирт и т.д.). В этих условиях значения смещения $z_s(\theta)$ фокуса зондирующего пучка, требуемого для формирования преломленных лучей, параллельных оси системы, оказываются близкими для всех угловых компонент зондирующих пучков. В качестве стандартного используется смещение, при котором коллинеарный преломленный пучок формируется для параксиальных лучей $\theta \approx 0$:

$$z_s(\theta) \approx z_s(\theta = 0) = z_{s0} = \frac{R}{(c_s/c) - 1}, \quad s = L, T. \quad (5)$$

После выбора позиции фокуса в падающем пучке остается вопрос о структуре прошедшего пучка на

выходе его из трансформера. Фронт пучка на задней границе полусферы определяется величинами фазового сдвига $\Psi(\theta)$ на ней для разных угловых компонент θ падающего пучка. Из геометрических соображений угловая зависимость фазы $\Psi(\theta)$ на плоской границе полусферы имеет вид:

$$\Psi(\theta) = \Psi_0 - \frac{2\pi f}{c} \cdot R \cdot \frac{\sin \varphi(\theta)}{\sin \theta} + \frac{2\pi f}{c_s} \cdot R \cdot \frac{\cos \varphi(\theta)}{\cos[\alpha'(\theta) - \varphi(\theta)]}, \quad (6)$$

где Ψ_0 – величина фазы в фокусе падающего пучка, f – частота зондирующего ультразвука, R – радиус полусферы, $\varphi(\theta)$ и $\alpha'(\theta)$ – углы, определяемые выражениями (1)–(2). Для выбранного смещения фокуса (5) можно показать, что при таком выборе угловая зависимость фазы Ψ имеет при $\theta = 0$ стационарную точку высокого порядка – разложение $\Psi(\theta)$ по малой величине $\sin \theta$ начинается с членов 4-го порядка:

$$\Psi(\theta) \approx \Psi(\theta = 0) + \frac{2\pi f \cdot R}{c_s} \cdot B_s \cdot \sin^4 \theta + O(\sin^5 \theta), \quad (7)$$

где $\Psi(\theta = 0)$ – значение фазы на задней границе для параксиальных лучей; $B_s = \frac{1}{4} \cdot (c/c_s)^2 \cdot \frac{1 - \frac{3}{2} \cdot c/c_s}{(1 - c/c_s)^4}$ – коэффициент, зависящий от поляризации ($s = L, T$) преломленного пучка. Для используемых материалов (сталь, плавленный кварц) величины коэффициентов B_s невелики: $B_L \approx 0.03$ для продольных волн и $B_T \sim 0.1$ для поперечных. Максимальный фазовый сдвиг $\Delta\Psi$ возникает между фазой $\Psi(\theta = \theta_m)$ лучей, ограничивающих апертуру зондирующего пучка, и фазой параксиальных лучей $\Psi(\theta = 0)$:

$$\Delta\Psi_m \equiv \Psi(\theta = \theta_m) - \Psi(\theta = 0) \approx \frac{2\pi f \cdot R}{c_s} \cdot B_s \cdot \sin^4 \theta_m. \quad (8)$$

Сдвиг пропорционален радиусу полусферы R и существенно зависит от апертуры θ_m зондирующего пучка. Для $R \sim (2-3)$ мм и обычных апертур $\theta_m \sim 8^\circ - 15^\circ$ сдвиг фазы оказывается порядка $2\pi/1000$ для продольных волн и порядка $2\pi/100$ для поперечных. С увеличением апертуры фазовые aberrации на фронте выходящего пучка возрастают, оставаясь, тем не менее, приемлемыми для использования таких пучков в локальных измерениях. При таком разбросе фазы по фронту преломленного пучка на выходе из трансформера зондирующий пучок, входящий в образец, соответствует по своим параметрам плоским пучкам, с точностью измерений порядка 0.1%. Стоит отметить, что точность измерений сходящихся пучками равна 2–3%, которая обусловлена разницей времени распространения от излучателя до мишени и обратно вдоль лучей, различающихся углом наклона к оси пучка. Это сравнение демонстри-

рует выигрыш в точности локальных измерений при использовании трансформера.

Таким образом, падающий пучок порождает в объеме полусферы почти коллинеарные зондирующие пучки продольных и поперечных волн с диаметрами поперечных сечений D_s , пропорциональными радиусу трансформера R и угловой апертуре падающего пучка θ_m :

$$D_s(\theta) = \frac{2R}{1 - (c/c_s)} \cdot \sin \theta_m, \quad s = L, T. \quad (9)$$

Телескопический ход лучей при использовании полусфер малого радиуса оказывается идеальным для локальных упругих измерений – параллельный пучок падает по нормали к поверхности образца и образует эхо-сигналы от его поверхности и дна, неискаженные фазовыми набегами, возникающими при преломлении наклонно падающих лучей. Локальность измерений определяется, в первую очередь, диаметрами D_L и D_S коллимированных пучков в трансформере. Квазиколлимированные зондирующие пучки продольных и поперечных волн имеют различную пространственную структуру. Лучи в пучке продольных волн при $z = z_L$ равномерно распределены по поперечному сечению пучка, так как в его формировании на сферической поверхности трансформера принимают участие в равной мере все лучи падающего пучка. В центральной части пучка поперечных волн при $z = z_T$ лучи отсутствуют, так как конверсии мод для приосевых лучей, падающих по нормали к сферической границе трансформера, при преломлении не происходит. Соответственно, отраженные эхо-сигналы для поперечных волн имеют меньшую амплитуду, чем для продольных.

Верификация метода выполнялась на импульсном акустическом микроскопе SIAM-2010 (ИБХФ РАН) с применением линзы на рабочей частоте 50 МГц с угловой апертурой $\theta_m = 30^\circ$ и фокусным расстоянием $F = 3.75$ мм. Подробное описание микроскопа представлено в работе [16]. В качестве трансформера использовались кварцевые полусферы диаметром 1.7 мм и высотой 0.85 мм. Скорости продольных и поперечных волн в материале трансформера равны $c_L = 5500$ м/с и $c_T = 3200$ м/с соответственно. Методика опробовалась при измерении скорости звука в стеклянных пластинках (предметных стеклах) толщиной $d = 1.1$ мм. Характерные для стекла скорости звука лежат в диапазонах 4–6 км/с для продольных волн и 2.5–4 км/с для поперечных. В качестве иммерсии использовалась вода ($c = 1.49$ км/с).

Зондирующее излучение формировалось в виде ультракоротких (1.5–2 колебания) импульсов фоку-

сированного ультразвука. Положение фокуса зондирующего пучка регулировалось за счет перемещения фокусирующей системы по вертикали, описываемого координатой z . Фокусирующей системой регистрировались осциллограммы эхо-сигналов, возникающих при отражении зондирующего импульса в системе иммерсия-полусфера-образец, для выбранного набора положений фокуса на оси системы. Эволюция структуры эхо-сигнала при смещении фокуса зондирующего пучка по оси z прослеживается на $V(z, t)$ сканах (рис. 2). На таких сканах величина регистрируемого сигнала при некотором положении z фокуса пучка в определенный момент t наблюдения отображается в виде градации серого для точки в системе координат (z, t) . Эхо-импульсы отображаются на $V(z, t)$ сканах в виде 2–3 чередующихся узких полос белого и черного цвета, отображающих синусоидальную форму отдельного эхо-импульса. Для удобства наблюдения за их эволюцией такие сканы строятся в координатах $(z, t - 2(z - z_0)/c)$, отсчет смещения z производился вверх и вниз из положения z_0 , когда фокус линзы совпадал с центром сферы. Временной вычит $2(z - z_0)/c$ для каждого эхо-импульса обеспечивает его неизменное положение на временной шкале $V(z, t)$ -скана (рис. 2); соответственно, полосы, отвечающие импульсам, представляются в виде горизонтальных линий.

На рисунке 2 представлен $V(z, t - 2(z - z_0)/c)$ скан для кварцевой полусферы радиусом $R = 0.85$ мм, а также эхограммы, полученные при разных положениях фокуса зондирующего пучка – на вершине полусферы (A1), в ее центре (A2), и, наконец, при смещениях $z_L = 0.3$ мм (A3) и $z_T = 0.6$ мм (A4), соответствующих формированию в трансформере коллимированных пучков продольных и поперечных волн соответственно. Эхо-сигнал В, отраженный от вершины полусферы, формируется осевыми компонентами пучка и регистрируется вне зависимости от смещения фокуса линзы. Остальные эхо-импульсы возникают и исчезают при определенных положениях фокуса. Особенности формирования эхо-сигналов при выделенных положениях фокуса зондирующего пучка показаны на эхограммах в центральной части рис. 2; здесь же справа показан ход лучей в системе трансформер – образец. Эхо-сигнал L, формируемый продольными волнами при отражении от плоской границы трансформера и образца регистрируется линзой при совмещении фокуса с центром сферы. В таком положении наблюдаются переотраженные эхо-сигналы в объеме полусферы. При смещении фокуса L-сигнал, сформированный сходящимися лучами продольных волн, плавно трансформируется в

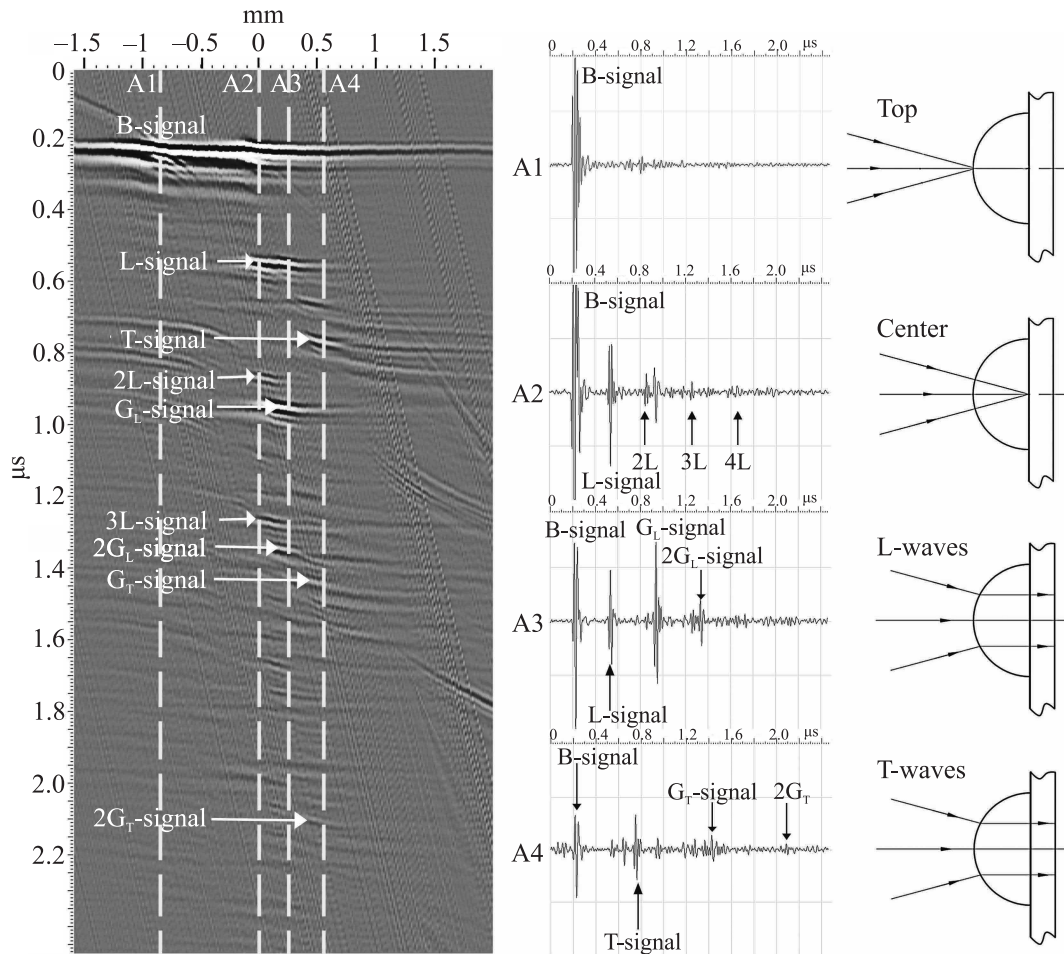


Рис. 2. $V(z, t)$ скан для кварцевой полусферы радиусом 0.85 мм и эхограммы при разных положениях фокуса линзы: на верхушке полусферы (A1), в центре сферы (A2) и при смещении на величины z_L (A3) и z_T (A4), когда достигается ход коллимированных пучков лучей продольных и поперечных волн соответственно

эхо-сигнал, образованный отражением коллинеарного пучка продольных волн от границы трансформера и пластинки. В положении z_L коллинеарный пучок продольных волн эффективно проникает в объем образца; его отражение от его дна образца порождает эхо-сигналы G_L и $2G_L$, обусловленные одинарным и двойным прохождением продольных волн через толщину пластинки. Временной интервал τ_{GL} между L и G_L (или G_L и $2G_L$) представляет время пробега продольного звука туда-обратно через образец. Величина этого интервала позволяет, по известной толщине d образца, определить локальное значение скорости продольной волны в пластинке c_{GL} : $c_{GL} = 2d/\tau_{GL}$. В эксперименте измеренное время пробега $\tau_{GL} = 394$ нс дает для пластинки $d = 1.1$ мм значение $c_{GL} = 5640$ м/с, близкое к ожидаемому.

При смещении линзы в положение z_T (случай A4 на рис. 2) в теле трансформера образуется квазикол-

лимированный пучок поперечных волн. Наблюдается эхо-сигнал T, формируемый таким пучком при отражении на границе трансформера и пластинки, и эхо-сигналы G_T и $2G_T$ от задней границы пластинки, обусловленные одинарным и двойным прохождением поперечных волн. Указанные сигналы используются для измерения скорости поперечного звука в образце. Временной интервал τ_{GT} между T и G_T (или G_T и $2G_T$) импульсами составляет 672 нс, что соответствует значению скорости поперечных волн $c_{GT} = 3300$ м/с.

Заключение. В работе предложена ультразвуковая методика локальных упругих измерений, основанная на использовании фокусированного высокочастотного ультразвука и трансформации фокусированного зондирующего пучка на поверхности полусферического трансформера в узкие коллимированные пучки продольных и поперечных упругих

волн, входящих по нормали в объем изучаемого образца. Описан ход лучей в объеме трансформера, получены выражения, определяющие положения фокуса падающего пучка, при которых в трансформере образуются квазиколлимированные пучки упругих волн различной поляризации и реализуется телескопический режим для локальных упругих измерений. Телескопический режим измерений был экспериментально реализован с применением кварцевой и стальных полусфер разного диаметра. Экспериментально показана эффективность предложенного метода локальных упругих измерений – методика успешно использовалась для определения локальных значений скоростей звука в областях диаметром 1–2 мм на поверхности образца.

Работа выполнена за счет гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект # 19-32-90246), а также при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект # 1201253306).

1. G. A. D. Briggs and O. V. Kolosov, *Acoustic Microscopy*, Oxford University Press, N.Y. (2010).
2. K. V. Zakutailov, V. M. Levin, and Yu. S. Petronyuk, *Inorganic Materials* **46**, 1635 (2010).
3. В. Э. Гусев, А. А. Карабутов, *Лазерная оптоакустика*, Наука, М. (1991).
4. A. Lomonosov, A. P. Mayer, and P. Hess, *Modern Acoustical Techniques for the Measurement of Mechanical Properties*, ed. by M. Levy, H. E. Bass, and R. Stern, Academic Press, Boston (2001), v. 39, ch. 3, p. 65.
5. O. Matsuda, M. C. Larciprete, R. L. Voti, and O. B. Wright, *Ultrasonics* **56**, 3 (2015).
6. A. A. Goryunov, V. M. Levin, Yu. S. Petronyuk, and K. V. Zakutailov, *Acoustical Imaging* **31**, 230 (2012).
7. Yu. S. Petronyuk and V. M. Levin, *Crystallography Reports* **50**, 690 (2005).
8. В. Д. Бланк, В. М. Левин, В. М. Прохоров, С. Г. Буга, Г. А. Дубицкий, Н. П. Серебряная, *ЖЭТФ* **114**, 1365 (1998).
9. V. M. Levin, V. D. Blank, V. M. Prokhorov, Ja. M. Soifer, and N. P. Kobelev, *J. Phys. Chem. Solids* **61**, 1017 (2000).
10. S. Berezina, V. Blank, V. Levin, and V. Prokhorov, *Ultrasonics* **38**, 327 (2000).
11. V. M. Prokhorov, E. S. Morokov, and D. A. Ovsyanikov, *Journal of Siberian Federal University. Mathematics & Physics* **12**, 85 (2019).
12. V. Levin, Yu. Petronyuk, E. Morokov, L. Chernozatonskii, P. Kuzhir, V. Fierro, A. Celzard, M. Mastrucci, I. Tabacchioni, S. Bistarelli, and S. Bellucci, *Phys. Status Solidi B* **253**, 1952 (2016).
13. V. Levin, E. Morokov, Yu. Petronyuk, A. Cataldo, S. Bistarelli, F. Micciulla, and S. Bellucci, *Polym. Eng. Sci.* **57**, 697 (2017).
14. L. Wang, *Ultrasonics* **37**, 283 (1999).
15. Yu. S. Petronyuk, V. M. Levin, S. Liu, and Z. Qianlin, *Mat. Sci. Eng. A* **412**, 93 (2005).
16. E. S. Morokov, V. A. Demina, N. G. Sedush, K. T. Kalinin, E. A. Khramtsova, P. V. Dmitryakov, A. V. Bakirov, T. E. Grigoriev, V. M. Levin, and S. N. Chvalun, *Acta Biomater.* **109**, 61 (2020).
17. L. I. Podzorova, S. A. Titov, A. A. Plychyova, N. A. Mikhaylina, O. I. Penkova, V. M. Levin, and E. S. Morokov, *Inorganic Materials: Applied Research* **7**, 74 (2016).
18. S. Berezina and I. Turek, *Acta Physica Slovaca* **46**, 677 (1996).
19. K. I. Maslov, P. V. Zinin, I. Lobkis, and T. Kundu, *J. Microsc.* **178**, 125 (1995).