

Базалевская Светлана Сергеевна

**ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА СТРУКТУРУ И
ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛОВ СЕМЕЙСТВА
ЛАНГАСИТА**

Специальность 05.27.01 – твердотельная электроника,
радиоэлектронные компоненты, микро- и нанoeлектроника,
приборы на квантовых эффектах

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2020

Работа выполнена на кафедре материаловедения полупроводников и диэлектриков в
«Федеральном государственном учреждении Национального исследовательского
технологического университета «МИСиС»

- Научный руководитель:** кандидат физико-математических наук, ст.н.с.
Кугаенко Ольга Михайловна
- Научный консультант:** кандидат технических наук
Бузанов Олег Алексеевич
- Официальные оппоненты:** **Даринский Александр Николаевич**, доктор физико-математических наук, Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, Лаборатория механических свойств кристаллов, Ведущий научный сотрудник
- Кузнецова Ирен Евгеньевна**, профессор РАН, доктор физико-математических наук, доцент, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт радиотехники и электроники им.В.А.Котельникова Российской академии наук (ИРЭ им.В.А.Котельникова РАН), Лаб.172 – Лаборатория электронных процессов в полупроводниковых материалах, Главный научный сотрудник
- Ведущая организация:** Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела Российской академии наук (ИФТТ РАН)

Защита диссертации состоится «__» _____ 2020 г. в _____ часов _____ минут на заседании диссертационного совета Д 002.081.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук по адресу: 142432, Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.6, ИПТМ РАН.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИПТМ РАН и на сайте http://www.ipm.ru/tes_council/diss.ru.html

Автореферат разослан «__» _____ 2020 года

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 002.081.01,
кандидат физико-математических наук

А.В. Иржак

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность исследования

Мировые тенденции к усложнению устройств и механизмов промышленного и специального назначения ставят перед разработчиками задачи обеспечения их долговременной и безопасной эксплуатации. Эти задачи решаются путем непрерывного или периодического мониторинга состояния критических узлов. Нередко эксплуатация таких узлов осуществляется при повышенной до 400-900°C температуре. Усложнение технологического оборудования, массовое применение технологических процессов, протекающих при температурах до 900 °С, требует разработки современных систем контроля температур до указанных значений, в том числе многоканальных и беспроводных.

Ведущие мировые производители автомобильных двигателей внутреннего сгорания (ДВС) разрабатывают системы управления на основе датчиков давления, установленных непосредственно в цилиндры двигателя. Такие системы позволяют существенно улучшить управление ДВС, увеличить срок его службы, а также соблюсти существующие и потенциально возможные ужесточения экологических требований. При этом стоимость таких систем должна быть разумной с точки зрения применимости их на серийных автомобилях.

В настоящее время на основе пьезоэлектрического эффекта создаются датчики давления, вибрации, датчики температурных градиентов, жесткого ионизирующего излучения. Характеристику и работу таких датчиков определяют пьезоэлектрический модуль и коэффициент электромеханической связи (КЭМС). На данный момент наиболее перспективными кристаллами для высокотемпературного применения являются отечественные монокристаллы лантан-галлиевого силиката, открытые и исследованные в 1980-х годах в МГУ и в ИК РАН Б.В.Милем, М.Ф. Дубовиком, И.М. Сильвестровой, Ю.В. Писаревским, Г.Д. Мансфельдом. По сравнению с традиционными материалами (пьезокерамикой и кварцем), применяемыми в датчиках физических величин, монокристаллы семейства лангасита имеют ряд преимуществ: термостабильность пьезоэлектрических характеристик, отсутствие пьезоэлектрического эффекта и отсутствие фазовых переходов до температуры плавления 1470°C. Эффективность применения кристаллов связана с высоким КЭМС, в 3-4 раза превышающим КЭМС кварца, что позволяет создавать пьезоэлементы, работающие на прямом пьезоэффекте. В двигателях внутреннего сгорания пьезоэлементы датчиков находятся в экстремальных условиях переменных нагрузок, как механических, так и термических, их разрушение происходит вследствие усталости, однако, при большом внимании к вопросам усталостной прочности металлов, отсутствуют такие работы для трудоемких хрупких материалов, к которым относятся многокомпонентные пьезокристаллы семейства лангасита.

Необходимость получения устойчивых характеристик материалов датчиков,

применяемых в условиях переменных температурных и механических нагрузок, определяет актуальность данной работы, направленной на изучение температурного диапазона работоспособности пьезоэлектрических элементов на основе монокристаллов семейства лангасита. Кристаллы лангасита применяют для изготовления пьезоэлектрических фильтров, используемых в мобильных системах связи, и датчиков температуры, работающих на поверхностных и объемных акустических волнах. Изменение пьезомодуля d_{11} до температуры 450 °С не более 5% позволило на основе кристаллов лангасита создать датчики давления, работающие на прямом пьезоэлектрическом эффекте, в том числе до температуры 400°С [1].

В диссертационной работе проведены исследования микроструктуры, температурной устойчивости фазового состава, термостойкости и теплофизических параметров в высокотемпературном диапазоне, механической усталости и механизмов разрушения при циклических нагрузках монокристаллов семейства лангасита, проведен анализ влияния возникающих при нагрузках пьезоэлектрических полей на деформацию и разрушение пьезоэлектрических кристаллов, разработан чувствительный элемент на основе кристаллов семейства лангасита для высокотемпературных масс-чувствительных датчиков. К моменту начала исследования в литературе отсутствовали публикации по изучению усталостной выносливости и термостойкости хрупких пьезоэлектрических кристаллов, отсутствовали данные по теплофизическим параметрам при высоких температурах и не проводились исследования фазового состава кристаллов семейства лангасита в области высоких температур. Проводимые в диссертационной работе исследования актуальны как для решения фундаментальных проблем физики твердого тела, так и для практических применений.

Объекты исследования

Объектами исследования являются пьезоэлектрические монокристаллы семейства лангасита: лангасит (ЛГС, $La_3Ga_5SiO_{14}$), лангасит (ЛГТ, $La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$), катангасит (КТГС, $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$), выращенные методом Чохральского на предприятии ОАО «Фомос-Материалс».

Кристаллы семейства лангасита представляют собой группу кристаллов, изоструктурных кальций–галлиевому германату ($Ca_3Ga_2GeO_{14}$), и относятся к тригональной сингонии к классу симметрии 32 (пространственная группа $R\bar{3}21$ с 23 атомами в элементарной ячейке). Все кристаллы семейства лангасита формируются слоями, расположенными перпендикулярно кристаллографическому направлению [0001]. Для кристаллов семейства лангасита характерна разупорядоченность структуры из-за того, что два из катионов в каждом составе могут занимать одно и то же положение в элементарных ячейках кристаллической структуры, в ЛГС это Ga^{3+} и Si^{4+} , в ЛГТ – Ga^{3+} и Ta^{5+} . Новый перспективный кристалл из семейства лангасита – катангасит – обладает наиболее упорядоченной структурой и низкой температурной зависимостью диэлектрических и электромеханических свойств при температурах до 800 °С.

Цель работы

Целью работы является исследование термомеханической устойчивости монокристаллов семейства лангасита: *лангасита* ($La_3Ga_5SiO_{14}$), *лангатата* ($La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$), *катангасита* ($Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$), в интервале температур от комнатной до 1200 °С, что позволит расширить температурный интервал использования кристаллов в современной акусто- и пьезотехнике.

Для реализации цели были сформулированы следующие основные задачи:

- 1) исследовать температурную устойчивость фазового состава кристаллов семейства лангасита в диапазоне температур от комнатной до 1000 °С;
- 2) в монокристаллах семейства лангасита определить в интервале температур от 25 до 1000 °С теплофизические параметры и их анизотропию;
- 3) исследовать механическую прочность монокристаллов лангатата в режиме усталостных испытаний при циклических знакопостоянных воздействиях и термостойкость при термоударе;
- 4) проанализировать влияние электрических полей, возникающих в результате прямого пьезоэлектрического эффекта, на структуру и механизм деформации и разрушения пьезоэлектрических кристаллов;
- 5) исследовать микроструктуру кристаллов и ее влияние на акустические параметры кристаллов в исходном состоянии и после термомеханических воздействий.

Научная новизна работы

1. Определены допустимые термические и механические нагрузки для хрупких пьезоэлектрических кристаллов семейства лангасита, что позволяет увеличить работоспособность пьезоэлектрических элементов на основе этих кристаллов.
2. Определены закономерности изменения структуры и разрушения монокристаллов лангатата вследствие термомеханических напряжений при термоударе при высоких температурах, что позволяет расширить температурный интервал использования кристаллов.
3. Определены температурные зависимости теплофизических параметров (теплопроводности, удельной теплоемкости, коэффициента термического расширения) и их анизотропии при температурах от комнатной до 1000 °С.
4. Впервые показана температурная устойчивость фазового состава кристаллов семейства лангасита при нагреве на воздухе до температуры 1200 °С.
5. Обнаружено влияние возникающих при деформации электрических полей на структуру и на предел выносливости в условиях электрически свободного (без изоляции от металлических пуансонов) и электрически зажатого (с изоляцией) пьезоэлектрического кристалла, что необходимо учитывать при работе элементов в режиме прямого пьезоэффекта.
6. Обнаружено влияние термомеханических воздействий на акустические параметры пьезоэлектрических кристаллов: увеличение коэффициента затухания акустической волны и

уменьшение добротности, что связано с энергетическими потерями на дефектах структуры.

7. Разработан чувствительный элемент на основе кристаллов семейства лангасита для применения в высокотемпературных масс-чувствительных датчиках.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Предложен механизм пластической деформации в хрупких монокристаллах семейства лангасита при комнатной температуре при циклическом сжатии, при нагрузках намного ниже предела прочности.

2. Определен предел выносливости кристаллов при комнатной температуре, при базовом количестве циклов нагружения 10^5 при частотах от 100 до 150 Гц, равный 200 МПа в условиях заземления образцов.

3. Впервые обнаружено влияние электрических полей, возникающих при циклических механических нагрузках, на предел выносливости монокристаллов при комнатной температуре, при исследованиях в условиях заземления и изоляции исследуемых образцов. Рассчитаны значения электрических полей, возникающих в пьезоэлектриках при циклических нагрузках в образцах разной кристаллографической ориентации в условиях изолирования образцов от металлических заземленных пуансонов, достигающие 2,9 МВ/м при нагрузке 75 МПа, и проанализировано их влияние на деформацию и разрушение кристаллов лангасита.

4. Впервые в основных кристаллографических направлениях кристаллов семейства лангасита в интервале температур от 25 до 1000 °С определены основные теплофизические параметры (удельная теплоемкость, температуропроводность, теплопроводность, коэффициент термического расширения) и температурная зависимость коэффициента их анизотропии, что указывает на необходимость учета анизотропии теплофизических параметров для высокотемпературных применений пьезоэлементов на основе кристаллов.

5. Результаты исследования микротвердости, трещиностойкости и коэффициентов их анизотропии на основных кристаллографических срезах монокристаллов семейства лангасита позволяют оптимизировать условия обработки и изготовления пьезоэлементов.

6. Устойчивость фазового состава кристаллов семейства лангасита в интервале температур от комнатной до 1200 °С на воздухе и до 1000 °С в вакууме позволяет расширить температурный диапазон применения данных материалов.

7. Результаты исследования по теме диссертации механических и термических воздействий на кристаллы семейства лангасита позволяют определять оптимальные условия эксплуатации пьезоэлементов при высоких температурах и давлениях.

Реализация и внедрение результатов работы

Полученные результаты внедрены на предприятии ОАО «Фомос-Материалс» при разработке технологий производства из монокристаллов семейства лангасита пьезоэлементов,

применяемых в датчиках физических величин. Оформлена заявка на полезную модель №2018102388 от 22.01.2018 г. и получен патент на полезную модель №180725 «Высокотемпературный масс-чувствительный элемент для пьезорезонансных датчиков».

Методология и методы исследования

Экспериментальные исследования проведены с использованием современного высокоточного аналитического оборудования. Основными особенностями проведения исследований являются:

- высокая хрупкость монокристаллов семейства лангасита, определяющая строгие требования к скоростным условиям нагрева и приложения механических нагрузок;
- анизотропия механических свойств, связанная со сложной структурой многокомпонентных соединений;
- необходимость учета пьезоэлектрического эффекта в процессе испытаний.

При решении задач поставлены эксперименты:

1. Исследование предела выносливости кристаллов лангасита методом испытаний на усталость.
2. Исследования фазового состава кристаллов семейства лангасита и его устойчивости в интервале температур от комнатной до 1200°C методом высокотемпературной порошковой рентгеновской дифрактометрии.
3. Измерение теплофизических параметров и их анизотропии в диапазоне температур от комнатной до 1000°C.
4. Определение влияния микроструктуры, образовавшейся после воздействия термомеханических нагрузок, на акустические параметры монокристаллов лангасита ($\text{La}_3\text{Ta}_{0,5}\text{Ga}_{5,5}\text{O}_{14}$) методом внутреннего трения (ВТ).
5. Исследование микроструктуры кристаллов в исходном состоянии и после термомеханических воздействий методом избирательного травления.

Положения, выносимые на защиту

1. Впервые экспериментально обнаруженная температурная устойчивость фазового состава кристаллов семейства лангасита позволяет расширить диапазон работоспособности пьезоэлементов на основе этих кристаллов до температуры 1200 °С на воздухе.
2. Впервые экспериментально обнаруженную в кристаллах семейства лангасита температурную зависимость коэффициента анизотропии теплопроводности и его снижение при температурах выше 700°C необходимо учитывать при разработке высокотемпературных пьезодатчиков на основе этих кристаллов.
3. Предложен механизм пластической деформации в хрупких кристаллах лангасита со сложной многокомпонентной структурой, как при термомеханических напряжениях при

термоударах в диапазоне температур от комнатной до 1000°C, так и при циклических нагружениях при комнатной температуре. После термомеханических воздействий накапливаются остаточные дефекты и дислокации, приводящие к увеличению коэффициента затухания объемной акустической волны (ОАВ) и уменьшению добротности.

4. Экспериментально обнаружено и подтверждено расчетом влияние электрических полей, возникающих вследствие прямого пьезоэлектрического эффекта, на структуру и механизм разрушения пьезоэлектрических кристаллов, что может быть описано моделью изменения структуры и подвижности атомов.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением поверенных и калиброванных средств измерений, применением современных и независимых методов обработки экспериментальных данных, согласованностью с результатами других авторов и непротиворечивостью известным физическим моделям. Достоверность расчетов подтверждается обоснованностью допущений, а также согласованностью с экспериментальными результатами.

Основные результаты и отдельные части диссертации докладывались на:

XII Международной конференции «Физика диэлектриков (Диэлектрики -2011)»: (г. Санкт-Петербург, 2011); XIX Всероссийской конференции по физике сегнетоэлектриков (г. Москва, 2011); Пятый международный научный семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия) и актуальные проблемы рентгеновской оптики» (г. В.Новгород, 2011); VIII Национальной конференции «Рентгеновское, Синхротронное излучения, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-Био-Инфо-Когнитивные Технологии» (РСНЭ-НБИК 2011) (г. Москва, 2011); IV Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (г. Москва, 2011); VI Всероссийской молодежной научной конференции (г. Тольятти, 2011); Вторые московские чтения по проблемам прочности материалов (г. Москва, 2011); XX Петербургские чтения по проблемам прочности (г. Санкт-Петербург, 2012); VII и VIII Международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (г. Черноголовка, 2012, 2014); XXI Международном форуме по испытаниям материалов testXpro Zwick/Roell (г. Ульм, Германия, 2012); Международном симпозиуме «Физика кристаллов 2013», (г. Москва, 2013); VI Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (г.Суздаль, 2016).

Публикации и личный вклад автора. Основные результаты диссертации представлены в 30 печатных работах, среди которых 5 статей - в ведущих рецензируемых журналах из перечня ВАК, 8 - в материалах Всероссийских и Международных конференций. Новизна технических решений подтверждена 1 патентом РФ на полезную модель.

Диссертационная работа выполнена на кафедре МППиД «НИТУ «МИСиС» и на предприятии ОАО «Фомос-Материалс». Совместно с сотрудниками Научно-исследовательского центра коллективного пользования «Материаловедение и металлургия» проведены измерения теплофизических параметров, рентгеноструктурные исследования. Измерения коэффициента термического расширения (КТР) проводили совместно с сотрудниками в лаборатории кафедры металловедения цветных металлов НИТУ «МИСиС». Измерения внутреннего трения проводили на кафедре физики «НИТУ «МИСиС» совместно с профессором Е.К. Наими. Усталостные испытания проводились на установках на фирме Zwick/Roell, г Ульм, Германия, и в НИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, совместно с сотрудниками.

Основные результаты работы были получены автором лично. Исследование, анализ, расчеты и обработка результатов проводились автором лично.

Выбор направления исследований, обсуждение результатов и формулировка задач проводились совместно с научным руководителем.

Объем и структура работы.

Диссертационная работа включает введение, пять глав, список работ, опубликованных по теме диссертации и список цитируемой литературы. Диссертация изложена на 169 страницах, включая 98 рисунков, 22 таблицы и 1 приложение. Список используемой литературы содержит 99 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Введение

Во введении излагается актуальность выбранной темы, формулируются цели и задачи диссертации, научная новизна и значимость работы. Приводятся сведения об апробации работы.

Глава 1 Аналитический обзор литературы

В главе 1 представлены литературные данные по структуре, выращиванию и физическим свойствам монокристаллов семейства лангасита. Кристаллы лангасита впервые получены Б.В. Милем, М.Ф. Дубовиком, И.М. Сильвестровой, Ю.В. Писаревским, Г.Д. Мансфельдом [2-3] в начале 1980-ых годов в результате совместной разработки МГУ и Института кристаллографии АН СССР. Анализ литературных данных показал, что со времени открытия кристаллов лангасита достигнуты значительные успехи в разработке технологии выращивания и получении высокосовершенных кристаллов семейства лангасита и в изучении структуры, оптических и пьезоэлектрических свойств кристаллов, однако для прогноза высокотемпературной работоспособности монокристаллических пьезоэлементов датчиков на основе монокристаллов семейства лангасита имеющихся данных недостаточно.

В монокристаллах семейства лангасита обнаружено отсутствие фазовых переходов в области низких температур от 20 до 293 К [4-5], но при этом нет данных о высокотемпературной устойчивости фазового состава ЛГС, ЛГТ, КТГС, что необходимо для обеспечения работоспособности пьезоэлементов на их основе в диапазоне температур от комнатной до 1200 °С.

Для кристаллов семейства лангасита отсутствуют исследования основных теплофизических характеристик в температурном диапазоне от комнатной до 1000°С, таких как температуропроводность, удельная теплоемкость, теплопроводность и коэффициент термического расширения (КТР).

По литературным данным доминирующий вклад в механизм возникновения пьезоэффекта в многокомпонентных монокристаллах семейства лангасита вносит искажение структуры, связанное с размером иона, занимающего додекаэдрическую позицию в элементарной ячейке кристаллов. Чем больше размер иона, тем больше значение пьезомодуля.

Анализ литературных данных показал, что механическим свойствам монокристаллов семейства лангаситов посвящено крайне малое количество публикаций, отсутствуют публикации по циклическим механическим и термическим воздействиям на хрупкие кристаллы, в то время как пьезоэлементы датчиков на основе кристаллов используются в условиях экстремальных термомеханических воздействий, а обеспечение их работоспособности при таких условиях эксплуатации требует понимания механизмов деградации и разрушения пьезоэлементов, исследования микроструктуры и влияния на нее внешних воздействий, определения пределов выносливости при циклических механических воздействиях и термостойкости при термоударах.

В публикациях по микротвердости хрупких монокристаллов не уделяется внимания методике работы с анизотропными хрупкими кристаллами и наличию анизотропии 1-го и 2-го рода в кристаллах семейства лангасита, что не позволяет сравнивать результаты работ разных авторов.

Глава 2 Экспериментальные установки, методики измерения и исследуемые материалы

В главе 2 приведено описание исследованных образцов, а также используемого оборудования и методик измерения. Образцы для исследования предоставлены предприятием ОАО «Фомос-Материалс».

Рентгенодифракционные исследования оптически полированных образцов кристаллов лантан-галлиевого силиката показали высокую точность изготовления кристаллографических срезов исследуемых пластин. Все исследованные образцы свободны от двойников, обладают высокой степенью совершенства структуры.

Использование в работе современного аналитического оборудования позволяет выполнить комплексные исследования монокристаллов семейства лангасита:

- теплофизических параметров (коэффициентов удельной теплоемкости, температуропроводности, коэффициентов термического расширения) в интервале температур от комнатной до 1000°C и их анизотропии;

- механических свойств (микротвердости; усталостной прочности при комнатной температуре при статической ($P_{\text{стат}}$) и динамической ($P_{\text{дин}}$) нагрузках, изменяющихся в пределах от 0 до 20 кН, при резонансной частоте нагружения 100-150 Гц, в условиях изоляции и заземления пьезоэлектрических образцов; термоустойчивости по выдерживаемому кристаллами градиенту температур;

- предела прочности кристаллов лангасита при комнатной температуре на статической испытательной машине ProLine фирмы Zwick/Roell;

- внутреннего трения методом составного пьезоэлектрического вибратора (СПЭВ) при частоте 10⁵ Гц и влияния на акустические параметры микроструктуры, образовавшейся после циклических воздействий и термоудара;

- рентгенодифракционные исследования структуры и фазового состава кристаллов при непрерывном нагреве в вакууме и на воздухе, в диапазоне температур от комнатной до 1200°C, с изотермическими выдержками для проведения съемки.

Для исследования микроструктуры монокристаллов семейства лангасита образцы были подвергнуты избирательному химическому травлению в концентрированном растворе HCl : HNO₃ в течение 24 часов при комнатной температуре.

Показана перспективность использования метода микроиндентирования для оценки прочностных и деформационных характеристик хрупких монокристаллов семейства лангасита.

Глава 3 Исследование термической устойчивости

В разделе 3.1 представлены результаты исследования термической устойчивости монокристаллов семейства лангасита термоударом при закалке в воду, на примере кристалла лангасита. Образцы в виде тонких пластин толщиной 0,6 мм нагревали до температур от 100 до 1000°C с последующей закалкой в воду комнатной температуры 25°C.

Расчет термомеханических напряжений по формуле Кингери с предположением равномерного охлаждения тонкой пластины показал, что при закалке с перепадом температур от 70 до 150 °C кристаллы лангасита выдерживают термомеханические напряжения от 60 до 200 МПа, что ниже предела прочности лангасита, который составляет 300 МПа при 1300°C [6] и от 400 до 500 МПа при комнатной температуре. При закалке от температур от 200 °C до 1000 °C термомеханические напряжения соответственно увеличиваются от 300 до 1300 МПа и

превышают значения предела прочности и приводят к образованию трещин и хрупкому разрушению кристаллов.

Общий вид образцов с трещинами после термоудара показан на рисунке 1.

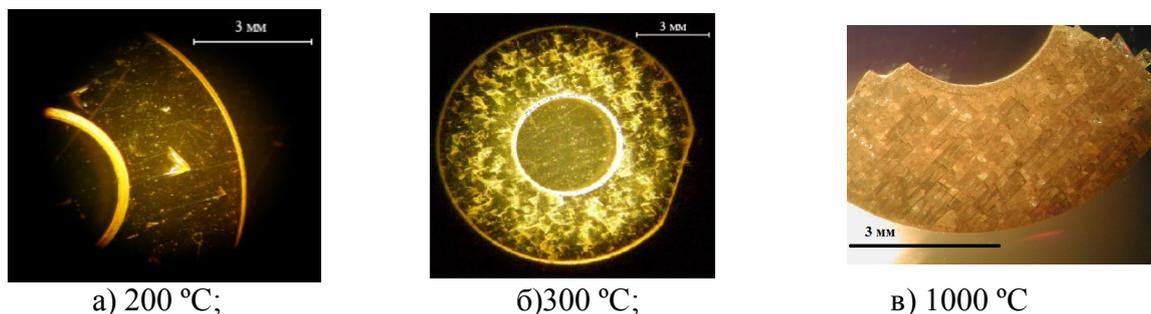


Рисунок 1 – Вид образцов лангатата после закалки от температур 200, 300 и 1000 °C

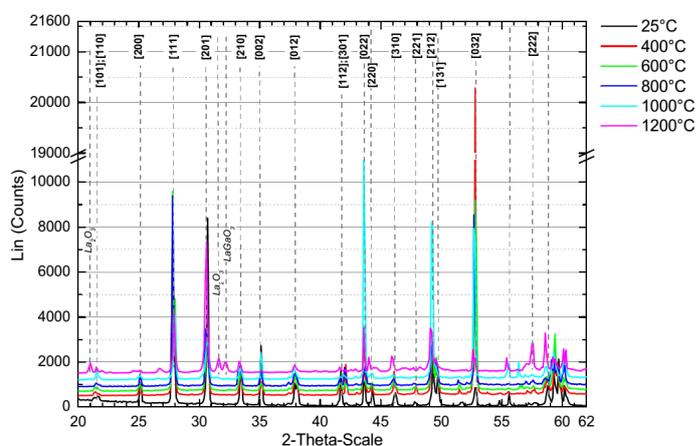
После закалки от температур не выше 150 °C в образцах нет разрушений, но возрастает плотность дислокаций до 10^8 см^{-2} (исходная плотность $10^4 - 10^5 \text{ см}^{-2}$), что подтверждает механизм образования дефектов и дислокаций при релаксации термических напряжений, возникающих в кристаллах при закалке.

В разделе 3.2 приведены результаты высокотемпературных рентгенодифракционных исследований температурной устойчивости фазового состава на измельченных в порошок монокристаллах $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, $\text{La}_3\text{Ta}_{0,5}\text{Ga}_{5,5}\text{O}_{14}$, $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$, методом высокотемпературной порошковой рентгеновской дифрактометрии.

Измерения проводились на рентгеновском дифрактометре *D8 Advance* фирмы Bruker при симметричной съемке θ - 2θ с использованием монохроматического $\text{CuK}\alpha$ излучения, в вакууме 10^{-3} мм.рт.ст. в процессе ступенчатого нагрева от 25° до 1200°C с шагом от 100 до 200 °C со скоростью нагрева $0,5 \text{ }^\circ\text{C сек}^{-1}$ и с изотермической выдержкой через каждые 100 - 200 °C в течение 1 часа и затем съемкой дифрактограммы, которая занимала 0,5 часа, в интервале углов 2θ от 10 до 70° с шагом 0,1 град и временем накопления импульса 3 сек.

Оценка глубины анализируемого рентгенофазовым методом приповерхностного слоя кристаллов проведена по расчету толщины слоя половинного поглощения, определяемого по закону Бугера с использованием коэффициента ослабления для рентгеновского излучения с длиной волны $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1,54 \cdot 10^{-10}$ м. Максимальная глубина анализируемого слоя для лангатата составляет 1,8 мкм, для лангасита 2,3 мкм, для катангасита 2,9 мкм, что много меньше размера частиц порошка. Таким образом, при используемых условиях контролируется интегральная характеристика фазового состава образцов. Точность измерения углов 2θ составляет 0,05 град., чувствительность метода (минимальное количество определяемой фазы) порядка 1 % вес.

Установлено, что фазовый состав кристаллов семейства лангасита ($La_3Ga_5SiO_{14}$, $La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$, $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$) устойчив при отжиге в вакууме до температуры 1000 °С и при отжиге на воздухе до 1200 °С. Однако при температурах выше 1000 °С при нагреве в вакууме



обнаружено частичное разложение исходной фазы кристаллов с образованием окислов основных элементов, обедненных галлием, что связано с процессом образования летучей закиси галлия и потерей галлия в приповерхностном слое кристаллов.

Рисунок 2 – Дифрактограммы ЛГС, полученные в процессе нагрева от комнатной до 1200 °С при температурах изотермических выдержек

Отжиг в вакууме при температуре 1200 °С приводит к появлению на рентгеновских фазовых дифрактограммах, наряду с пиками основной фазы, дополнительных

отражений, связанных с образованием обедненных галлием двойных и тройных фаз элементов, входящих в состав исследованных кристаллов (La_2O_3 , $La(GaO_3)$, TaO_2 , $La(TaO_4)$ и др.). В таблице 1 приведены результаты измерений фазового состава кристаллов семейства лангасита методом высокотемпературной дифрактометрии при нагреве от 25 до 1200 °С.

Таблица 1 – Фазовый состав исследуемых порошков при высокотемпературной съемке в вакууме и после отжига на воздухе

№п/п	Кристалл	Температура измерения, °С	Фазовый состав	
			Основной	Дополнительный
1	Лангасит	400 – 1000 (вакуум)	$La_3Ga_5SiO_{14}$	Нет
		1200 (вакуум)	$La_3Ga_5SiO_{14}$	$La(GaO_3)$ La_2O_3
		1200 (воздух)	$La_3Ga_5SiO_{14}$	Нет
2	Лангатат	400 – 1000 (вакуум)	$La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$	Нет
		1200 (вакуум)	$La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$	$La(TaO_4)$ $La(GaO_3)$ TaO_2
		1200 (воздух)	$La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$	Нет
3	Катангасит	400 – 1000 (вакуум)	$Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$	Нет
		1200 (вакуум)	$Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$	$CaSiO_3$ $Ca_2Ta_2O_7$
		1200 (воздух)	$Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$	Нет

Образование, наряду с основной фазой, дополнительных фаз при отжиге в вакууме при температурах от 1000°С до 1200°С, связано с образованием легколетучего оксида галлия, что подтверждено авторами [7].

В разделе 3.3 приведены результаты измерения коэффициентов теплопроводности, теплоемкости и термического расширения кристаллов семейства лангасита. На температурных зависимостях теплофизических параметров монокристаллов семейства лангасита в диапазоне температур от комнатной до 1000°C выявлена анизотропия в основных кристаллографических направлениях. С увеличением температуры от комнатной до 1000°C теплопроводность всех исследуемых кристаллов монотонно уменьшается на 20 – 30 % в направлении оси Z и на 10-15% перпендикулярно ей; теплопроводность уменьшается линейно, а удельная теплоемкость монотонно возрастает. С ростом температуры от комнатной до 1000°C обнаружено уменьшение соответствующих коэффициентов анизотропии теплопроводности на 10-20%, рисунок 3.

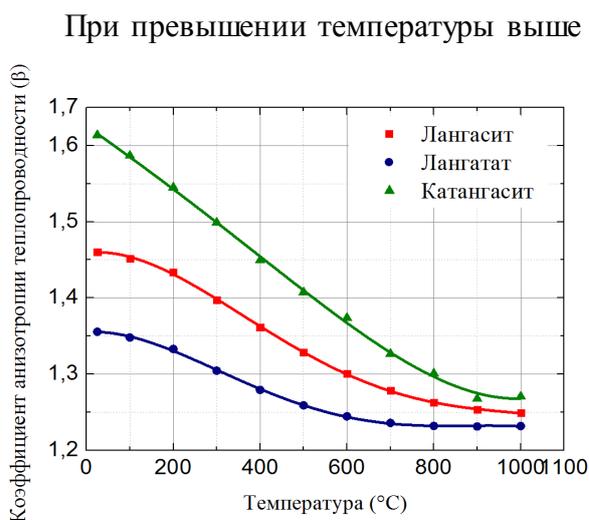


Рисунок 3 – Температурная зависимость коэффициента анизотропии теплопроводности

При конструировании устройств на основе монокристаллов семейства лангасита необходимо учитывать, как температурную зависимость теплофизических характеристик, так и уменьшение степени их анизотропии с ростом температуры. Наша работа показала возможность расширить температурный интервал (до 1000°C) работы пьезоэлементов на основе кристаллов семейства лангасита в качестве высокоэффективных датчиков давления, детонации, вибрации для космической и авиационной техники, в атомных реакторах, двигателях внутреннего сгорания.

Глава 4 Механические свойства кристаллов семейства лангасита

В разделе 4.1 приведены результаты исследования микротвердости и микрохрупкости кристаллов семейства лангасита на полуавтоматическом микротвердомере Tukon® 2100 по методу Виккерса, таблица 2.

Таблица 2 – Результаты измерений радиальных трещин L , микротвердости H , коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} на разных срезах кристаллов лангасита.

Кристаллографическая ориентация среза (hkl)	H , кгс•мм ⁻²	L , мкм	K_{IC} , МПа•м ^{-1/2}
(11 $\bar{2}$ 0)	780	10,1	0,93±0,05
(01 $\bar{1}$ 0)	770	9,3	0,98±0,05
(0001)	740	7,0	1,4±0,05

Для всех кристаллов семейства лангасита характерна анизотропия микротвердости II рода – различная величина микротвердости срезов [0001] и [01 $\bar{1}$ 0], [11 $\bar{2}$ 0] и анизотропия коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} .

В разделе 4.2 приведены результаты исследования механических свойств кристаллов лангасита при одноосном сжатии и

усталостных испытаниях. Предел прочности монокристаллов лангасита при медленном одноосном сжатии, с относительной скоростью 0,001 мин⁻¹, при комнатной температуре равен 400 - 500 МПа, разрушение имеет взрывной тип, характерный для хрупких материалов. Максимальная деформация при сжатии, равная 0,2-0,4%, связана с движением катионов вдоль оси X, что объясняется строением элементарной ячейки кристаллов: вдоль оси X расположены декаэдрические (А), октаэдрические (В) позиции и пустое пространство вокруг А, В и тетраэдрической (С) позиции, которое способствует движению катионов вдоль этой оси.

Измерения усталостной прочности и предела выносливости кристаллов лангасита проведены на высокочастотном пульсаторе с электромагнитным резонансным приводом Amsler 20 HFP 5100 фирмы Zwick/Roell. Величина предела выносливости, без образования видимых макротрещин, исследованных образцов лангасита как в виде пластин (12x12x3 мм³), так и в виде кубиков (10x10x10 мм³), при комнатной температуре, при знакопостоянном циклическом нагружении сжатием с частотой 150 Гц, при количестве циклов нагружения (N) 3·10⁵ составляет 200 МПа при сжатии по пьезоэлектрическому направлению оси X. При сжатии по оси Z предел выносливости равен 150 МПа при N=2·10⁵.

Испытания показали, что для проведения усталостных испытаний таких хрупких материалов, какими являются кристаллы лангасита, для предотвращения случайного разрушения кристаллов при приложении нагрузок, необходимо выполнение следующих технических условий проведения эксперимента:

- установка для испытаний должна иметь шарнирный подвод нагрузки, выравнивающий отклонения по плоскопараллельности как торцов образца, так и прижимаемых к образцу пуансонов;

- выход на жесткий режим испытаний должен быть обеспечен управляемым медленным подводом прилагаемых статической и динамической нагрузок.

Проведен анализ влияния возникающих при циклическом сжатии электрических полей на предел выносливости кристаллов лангатата. Пьезоэлектрические кристаллы всегда обладают одновременно и прямым, и обратным пьезоэффектом. Полная энергия, сообщенная пьезоэлементу внешней механической силой, равна сумме энергии упругой деформации и энергии заряда ёмкости пьезоэлемента. Вследствие обратимости пьезоэффекта возникает пьезоэлектрическая реакция: возникшее вследствие прямого пьезоэффекта электрическое напряжение создаёт (в результате обратного пьезоэффекта) механические напряжения и деформации, противодействующие внешним силам. Это проявляется в увеличении жесткости пьезоэлемента.

Для исследования влияния электрических полей на предел выносливости кристаллов лангатата проводили испытания с изолированием образцов от металлических пуансонов и без изоляции, с установкой образцов на заземленные металлические пуансоны. Для изолирования образца от металлических пуансонов использовали слюду. При циклических воздействиях в кристалле возникает переменное электрическое поле с частотой, равной частоте циклического механического воздействия. Электрическое поле ведет к появлению упругой деформации в кристалле вследствие обратного пьезоэлектрического эффекта. В таблице 3 приведены значения предела выносливости с изоляцией и без изоляции в кристалла лангатата.

Расчет прямого продольного пьезоэлектрического эффекта в кристаллах при циклических нагрузках показал, что на противоположных сторонах образцов из лангатата пьезоэлектрического X-среза при амплитуде напряжений $7,5 \text{ кН/см}^2$ электрические поля могут достигать $2,9 \text{ МВ/м}$.

Таблица 3 – Значения предела выносливости кристаллов лангатата с изоляцией и без

Ориентация образца кристалла лангатата	Предел выносливости (σ_R) без изоляции, МПа	Предел выносливости (σ_R) с изоляцией, МПа
X-срез	200 ± 15	75 ± 15
Z-срез	150 ± 15	135 ± 15

Электрическое поле, возникающее вследствие прямого пьезоэлектрического эффекта в монокристалле, способствует деградации

структуры и может обуславливать уменьшение предела усталостной прочности кристаллов лангатата при проведении испытаний вдоль оси X в три раза.

В разделе 4.3 приведены исследования механизмов пластической деформации и разрушения хрупких кристаллов лангатата под действием циклических знакопостоянных нагрузок. Общий вид разрушения образцов лангатата размером $10 \times 10 \times 10 \text{ мм}^3$ после циклических испытаний при комнатной температуре ($P_{\text{стат}} = 20 \text{ МПа}$, $P_{\text{дин}} = 10 \text{ МПа}$, $N = 10^5$) приведен на

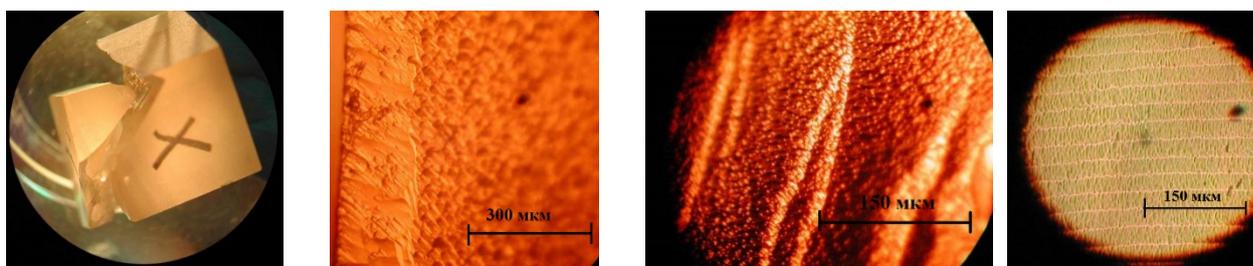
рисунке 4 (а). Разрушение кристаллов наблюдается наиболее часто путем растрескивания по плоскостям Y , что согласуется с анизотропией микрохрупкости кристаллов.

Всякий процесс деформации по достижении достаточно высоких напряжений заканчивается разрушением. Процесс разрушения начинается с образования трещин субмикроскопических размеров и заканчивается макроскопическим разделением образца на отдельные части. Считалось [9], что хрупкое разрушение может произойти без предварительной макроскопической деформации, в то время как вязкому разрушению такая деформация всегда предшествует. Внешне хрупкое и вязкое разрушение отличаются в первую очередь величиной пластической деформации перед разрушением. В работах [9-11] установлено, что любому, в том числе хрупкому, разрушению материалов предшествует пластическая деформация. Перед хрупким разрушением она обычно намного меньше, чем перед вязким. Оба типа разрушения – вязкое и хрупкое – включают в себя две стадии: зарождение зародышевой трещины и ее распространение. По механизму зарождения трещин хрупкое и вязкое разрушение принципиально не различаются. В материале перед зарождением трещины происходит пластическая деформация путем движения дислокаций. Качественное различие между ними связано со скоростью распространения трещины.

При циклических испытаниях к кристаллу прилагаются статическая и динамическая нагрузки и разрушение происходит вследствие усталости из-за необратимых изменений дислокационной структуры и накопления дислокаций в вершине трещины. При раскрытии всякой трещины близ ее вершины идет пластическая деформация и наблюдается движение дислокаций, при избирательном травлении ямки травления соответствуют местам выхода дислокаций.

При изучении выявленной травлением микроструктуры сколов кристаллов, разрушенных при циклических испытаниях, обнаружена высокая плотность ямок травления, очевидно, связанных с остаточными дефектами - с дислокациями и плоскостями скольжения в результате пластической деформации (рисунок 4 б-в).

Также в микроструктуре скола выявлена неоднородность деформации в приповерхностном слое (рисунок 4 б) и в объеме, четко проявляется граница между деформированным механической обработкой приповерхностным слоем (макрослой) и объемом материала (микрослой), обнаружены продольные полосы в кристаллах лангата при знакопостоянных циклических нагрузках. Подобная полосчатая структура описана в литературе только для пластичного материала: на поверхности массивных плоских образцов алюминия А999 при знакопеременном изгибе [12].



- а) Общий вид разрушения образцов ЛГТ $P_{стат} = 20$ МПа, $P_{дин} = 10$ МПа, $N = 10^5$
 б) Неоднородность деформации в приповерхностном слое и в объеме кристалла лангатата при знакопостоянных нагрузках;
 в) Высокая плотность дислокаций в кристаллах после циклических воздействий, ($P_{стат} = 110$ МПа, $P_{дин} = 90$ МПа). Разрушение после $N = 10^5$ циклов;
 г) Полосчатая структура в хрупком кристалле лангатата.

Рисунок 4 – Разрушение и микроструктура образцов кристаллов лангатата при циклических испытаниях

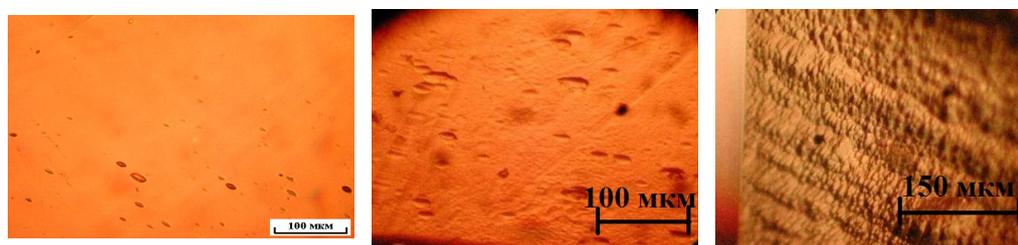
Под воздействием циклических нагружений, при напряжениях намного ниже предела прочности, в хрупких монокристаллах лангатата обнаружено существенное изменение микроструктуры – возрастание плотности ямок травления на 3-4 порядка по сравнению с исходной, выстраивание ямок травления в параллельные ряды, образование мезоструктуры. При циклических нагружениях в пьезоэлектрических кристаллах возникает переменное электрическое поле с частотой, равной частоте циклического механического воздействия, которое также способствует перестройке дислокационной структуры и пластической деформации, уменьшению порога развития трещин и разрушению хрупких кристаллов при количестве циклов нагружения $N = 10^5$ при комнатной температуре.

Изменение микроструктуры приводит к изменению рабочих характеристик пьезоэлементов на основе лангатата, и поэтому проведены исследования влияния циклической деформации на акустические характеристики материала.

В разделе 4.4 приведены результаты исследования методом ВТ, с использованием составного пьезоэлектрического вибратора при частотах 10^5 Гц и при амплитудах периодической деформации от 10^{-6} до 10^{-4} , влияния дефектов структуры, образовавшихся при циклической деформации и термоударе, на акустические параметры и их анизотропию на примере кристаллов ЛГТ.

Для исследования ВТ были подготовлены образцы двух ориентаций: X-среза и Z-среза, которые подвергались деформации в режиме циклических нагрузок и термоудару, заведомо не приводящих к образованию трещин и разрушению образцов. Образцы подвергались термоудару от 100 до 120 °С и циклическим испытаниям до $N = 5 \cdot 10^5$ циклов нагружения, при общей нагрузке 2,5 кН: статическая нагрузка прикладывалась сжатием с напряжением 1,5 кН/см², динамическая нагрузка при знакопостоянном режиме нагружения – от 1,0 кН/см² с частотой циклирования нагрузки 100 Гц.

Микроструктура кристаллов в исходном состоянии и после термомеханических воздействий представлена на рисунке 5, плотность дислокаций в исходном состоянии равна $1-2 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$, рисунок 5а, после термоудара до 10^6 см^{-2} , после циклических испытаний более 10^8 см^{-2} , рисунок 5в.



а)

б)

в)

Рисунок 5 – Микроструктура монокристаллов лангатата: а) исходное состояние; б) после термоудара от 100 °С; в) после приложения циклических нагрузок

В монокристаллах ЛГТ, так же как и в монокристаллах ЛГС [13], наблюдается анизотропия значений эффективного модуля Юнга, фазовой скорости ОАВ, коэффициента затухания β и добротности, соответствующие анизотропии кристалла. Циклическая деформация и термоудар, в пределах погрешности измерений, не приводят к изменению исходных значений эффективного модуля Юнга и фазовой скорости ОАВ в ЛГТ в образцах X- и Z-срезов, фазовая скорость ОАВ в образцах X-среза равна 4250 м/с, а Z-среза - равна 5440 м/с. Однако значения коэффициента затухания объемной акустической волны и добротности после воздействий циклических деформаций и термоудара ухудшаются. Значительное возрастание коэффициента затухания в образцах X-среза по сравнению с образцами Z-среза косвенно доказывает, что природа остаточных дефектов связана с дислокациями. В связи с тем, что для исследования ВТ образцы двух ориентаций X- и Z-среза подвергались щадящим термомеханическим воздействиям, заведомо не приводящих к образованию трещин и разрушению образцов, увеличение коэффициента затухания ОАВ и уменьшение добротности говорит о том, что в образцах прошла пластическая деформация.

Глава 5 Разработка высокотемпературного масс-чувствительного датчика на основе кристаллов семейства лангасита

На основе установленного в работе температурного диапазона устойчивости фазового состава проведена разработка чувствительных элементов на основе кристаллов семейства лангасита. Изготовлены чувствительные элементы для высокотемпературного масс-чувствительного пьезорезонансного датчика из кристаллов лангасита, лангатата, катангасита, которые позволят измерять массу и толщину сверхтонких пленок в процессе их напыления на подложку в диапазоне температур от комнатной до 1000 °С включительно, при сохранении

высокой точности и надежности измерения. Изготовление чувствительных элементов проводилось на предприятии ОАО «Фомос-Материалс». Для обеспечения в пьезоэлектрической пластине механических колебаний вида сдвиг по толщине, пьезоэлектрическая пластина имеет ориентацию, соответствующую кристаллографической плоскости $(01\bar{1}0)$, повернутой относительно кристаллофизической оси Y на угол β , из диапазона $0^\circ < \beta \leq 60^\circ$. В резонаторах с колебаниями сдвига по толщине в большей степени, чем у резонаторов других видов колебаний, наблюдаются дополнительные резонансы, причем моночастотность у этих резонаторов зависит от формы пластины, соотношения размеров и площади электродов. Были изготовлены чувствительные элементы с плоским и плоско-выпуклым профилем, с радиусом кривизны 250 мм. Полученные результаты показывают, что спектр колебаний чувствительных элементов плоско-выпуклого профиля значительно моночастотнее, чем спектр колебаний чувствительных элементов плоского профиля.

В главе представлены результаты исследования зависимости температуры экстремума температурно-частотной характеристики от материала чувствительного элемента и его ориентации. Выбор монокристалла (лангасита, лангатата и катангасита) определяется условиями эксплуатации. Проведен большой объем экспериментальной работы по определению оптимальных условий работоспособности монокристаллов лангасита, лангатата и катангасита для выбора температурного диапазона, в котором зависимость резонансной частоты от температуры имеет минимальное значение. Определено, что кристаллы лангасита оптимально применять в диапазоне температур от 25 до 350 °С, лангатата - от 25 до 450 °С, катангасита - от 25 до 600 °С, что обеспечивает точность измерения массы, толщины, концентрации в данном диапазоне температур. Для более высокотемпературных диапазонов предпочтительнее использовать монокристалл катангасита.

Применение чувствительных элементов реализовано на предприятии ОАО «Фомос-Материалс» для контроля толщины пленки металла, напыляемого на поверхность подложки в режиме реального времени в установке вакуумного напыления УВН-74-М. С помощью измерителя «Micron-7» во время процесса напыления пленки фиксируется изменение резонансной частоты чувствительного элемента. После проведения каждого процесса напыления пленки измеряется толщина пленки на образце. По полученным данным построена зависимость изменения частоты чувствительного элемента от толщины металлической пленки, с помощью которой определяется толщина пленки и скорость напыления в режиме реального времени.

Температура испарителя в установке вакуумного напыления пленок достигает 1100 °С, температура подложки примерно равна 250 °С. Для работы при температуре 250 °С чувствительный элемент выполняется из пьезоэлектрического материала лангасита Y-среза с углом поворота равным 15°. Вблизи точки экстремума зависимость резонансной частоты от

температуры имеет минимальное значение. Соответственно, при работе вблизи 250 °С данный чувствительный элемент будет иметь минимальный уход частоты от температуры и, следовательно, в данной области температур изменение частоты будет происходить только от присоединенной массы к чувствительному элементу, тем самым повышается точность измерения массы/толщины. Чувствительный элемент позволяет регистрировать изменение толщины от 10 нм до 15 мкм.

В данной работе предлагается использовать чувствительный элемент из кристалла лангатата Y-среза, угол поворота β равен 26° в установке молекулярно-лучевой эпитаксии, например, для нанесения пленки Ge на подложку из Si, температура подложки в процессе нанесения изменяется от 300 до 600 °С, в то же время температура германия должна быть выше температуры его плавления (937 °С). Кварцевые датчики могут применяться в таких условиях, если обеспечить охлаждение датчика и поместить его на более далеком расстоянии от подложки, что влияет на точность измерения массы/толщины.

Выводы

1 Установлено, что фазовый состав кристаллов семейства лангасита ($La_3Ga_5SiO_{14}$, $La_3Ta_{0,5}Ga_{5,5}O_{14}$, $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$) устойчив при отжиге в вакууме до температуры 1000 °С и при отжиге на воздухе до 1200 °С. Только при нагреве в вакууме при температурах 1000 -1200°С обнаружено частичное разложение исходной фазы кристаллов с образованием окислов основных элементов, обедненных галлием, что связано с процессом образования летучей закиси галлия и потерей галлия в приповерхностном слое кристаллов.

2 На экспериментально полученных температурных зависимостях теплофизических параметров монокристаллов семейства лангасита в диапазоне температур от комнатной до 1000°С, выявлена анизотропия теплофизических параметров и показано, что значение коэффициента анизотропии уменьшается с увеличением температуры.

3 Предел выносливости монокристаллов лангатата при комнатной температуре при знакопостоянном циклическом нагружении сжатием с частотой 100-150 Гц при количестве циклов $2 \cdot 10^5$ для образцов X-среза (с приложением нагрузки по оси X) равен 200 МПа и для образцов Z- среза (с приложением нагрузки по оси Z) равен 150 МПа.

4 Предел выносливости при действии электрического поля, возникающего в образце при циклических напряжениях по оси X в условиях изоляции образца, снижается в образцах X-среза в 3 раза. Расчет прямого продольного пьезоэлектрического эффекта при циклических нагрузках в электрически зажатых кристаллах, с малой электропроводностью, показал, что на противоположных сторонах образцов из лангатата X-среза при амплитуде напряжений 7,5 кН/см²

электрические поля могут достигать 2,9 МВ/м, что приводит к уменьшению предела выносливости кристаллов лангатата.

5 Предложен механизм пластической деформации, предположительно дислокационного характера, в хрупких, многокомпонентных пьезоэлектрических монокристаллах лангатата, при комнатной температуре под воздействием циклических нагрузок в диапазоне упругости кристаллов и при термоударе выше 150°C. Термомеханические воздействия приводят к пластической деформации хрупких кристаллов лангатата, к значительному изменению микроструктуры и повышению плотности остаточных дефектов и дислокаций, что является причиной изменения акустических параметров: увеличения в 1,5-2 раза коэффициента затухания ОАВ, и, соответственно, к падению добротности в 2 раза.

6 На основе определения постоянства фазового состава кристаллов семейства лангасита до 1200 °С на воздухе, разработан пьезорезонансный высокотемпературный (до 1000 °С) массчувствительный датчик, с плоско-выпуклым профилем и моночастотностью сигнала, с повышенной точностью измерения толщины наносимых при напылении пленок.

Список использованных источников

- 1 АО "Вибро-прибор": [Электронный ресурс]. 2001-2020. URL:<http://vpribor.spb.ru>
- 2 Mill B.V., Pisarevsky Yu.V. Langasite-type materials: from discovery to present state // Proc. 2000 IEEE Inter. Frequency Control Symp. – 2000. – P. 133-144.
- 3 Б. В. Милль, А.В. Буташин, Г.Г. Ходжабагян и др. // Доклады Академии Наук СССР.-1982.-Том 264.-№ 6.-С. 1385-1389.
- 4 Фазовые переходы в соединениях со структурой $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_4\text{O}_{14}$./ Милль Б.В., Максимов Б.А., Писаревский Ю.В., Данилова Н.П., Павловская А.:// Кристаллография, №49 (1), - 2004, -С. 65-74.
- 5 Температурное и гидростатическое сжатие кристаллов $\text{La}_3\text{Nb}_{0,5}\text{Ga}_{5,5}\text{O}_{14}$ из семейства лангаситов Б.А.Максимов, В.Н.Молчанов, А.А.Павловская, М.Бломберг, Т.С.Чёрная, С.С.Казанцев, Б.В.Миль, Ю.В.Писаревский, В.И.Симонов Тезисы докладов III Национальной кристаллохимической конференции. Черноголовка, 2003, 151 – 152.
- 6 Прочность и пластичность монокристаллов $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ / Аронова А.М., Бережкова Г.В., Буташин А.В. и др.// Кристаллография. – 1990. – С. 93.
- 7 Малинкович М.Д., Скрылева Е.А., Шульга Н.Ю. Исследование методом РФЭС изменений химического состава приповерхностной области кристаллов лангаситов при нагреве в вакууме//Тезисы докладов НКРК-2010 (Четырнадцатая Национальная конференция по росту кристаллов и IV Международная конференция «Кристаллофизика XXI века», посвященная памяти М.П. Шаскольской) – Том I – С. 395

8 Андреев И.А. Монокристаллы семейства лангасита – необычное сочетание свойств для применений в акустоэлектронике // Журнал технической физики. - 2006. - Том 76. - № 6. - С. 80-86

9 Штремель М.А., Беляков Б.Г., Беломытцев М. Ю. //ДАН СССР т. 318,1991, с.105

10 Механические испытания и свойства металлов/Золоторевкий В.С. – М.: Металлургия, 1974. – 302 с.

11 Штремель М.А. Разрушение/М.А. Штремель//Соросовский образовательный журнал. – 1997. - №4. – С. 91-98

12 Панин В.Е. Физическая мезомеханика поверхностных слоев твердых тел. // Физ.мезомех. - 1999. - Т.2. - №6. – С. 5-23.

13 Наими Е.К., Бузанов О.А., Федосеев С.А. Влияние кристаллографической ориентации образца на параметры объёмных акустических волн в лангасите при частотах 10^5 Гц // Материалы электронной техники. - 2005. -№2. - С. 39-43.

Основные публикации по теме диссертации

1 Пластическая деформация пьезоэлектрических кристаллов лантан-галлиевого танталата при циклических механических воздействиях / О.М.Кугаенко, В.С.Петраков, С.С.Уварова, и др.// Журнал «Деформация и Разрушение материалов», - 2012, - №2 – С. 16-21.

2 Основные теплофизические параметры монокристаллов лангасита ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$), лангатата ($\text{La}_3\text{Ta}_{0,5}\text{Ga}_{5,5}\text{O}_{14}$) и катангасита ($\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$) в интервале температур от комнатной до 1000°C //О.М.Кугаенко, В.С.Петраков, С.С.Уварова, и др.// Известия РАН. Серия физическая, - 2012, - Т. 76 №11– С. 1406-1411

3 Высокотемпературная устойчивость фазового состава кристаллов семейства лангасита/О.М. Кугаенко, С.С. Базалевская, Т.Б. Сагалова, В.С. Петраков, О.А. Бузанов, С.А.Сахаров// Известия РАН. Серия физическая, - 2014, - Т. 78, №10 – С. 1322-1329

4 Исследование температурного диапазона работоспособности монокристаллических пьезоэлектрических элементов на основе кристаллов семейства лангасита/ О.М. Кугаенко, С.С. Базалевская, В.С. Петраков, О.А. Бузанов, С.А.Сахаров// Известия РАН. Серия физическая, - 2016, - Т. 80, №10 – С. 1423-1429

5 Высокотемпературный масс-чувствительный элемент для пьезорезонансных датчиков: пат. 180725 РФ, № 2018102388; 22.01.2018. опубл. 21.06.2018 / Аленков В.В., Базалевская С.С., Забелин А.Н, Сахаров С. А.

6 Акустические параметры монокристаллов лантан-галлиевого танталата, подвергнутых циклической деформации и термоудару/ О.М. Кугаенко, С.С. Базалевская, Е.К. Наими и др.// «Заводская лаборатория. Диагностика материалов», - Москва, - 2018, - Т.84, №11 – С.28-35.

7 Высокотемпературный чувствительный элемент на поверхностных акустических волнах: пат. 193737 РФ, № 2019127632; 02.09.2019. опубл. 12.11.2019 / Аленков В.В., Базалевская С.С., Базалевский М.А., Сахаров С. А., Егоров Р.В., Сеницына Т.В., Машинин О.В., Дорофеева С.С.