

2. *Беляев, В.В.* Новые дисплейные технологии и их применения [Текст]. // Электронные компоненты, №3, с.26-27 (2003).
3. *Беляев, В.В., Коваленко В.И.* Рынок жидкокристаллических дисплеев [Текст]. // Электронные компоненты, №3, с.59-63 (2003).
4. SiC-proceeding, Hirschau, Germany, инф. материал, 2005.
5. *Наумов, А.В., Гринберг Е.Е., Быков И.С., Беляев В.В.* [Текст]. // Вестник МГОУ, Физика, 2010, В.1, с.57-63.
6. *Баранов, К.В., Жаданов В.Б., Сырычко В.В. и др.* [Текст] // Химическая промышленность сегодня, М., №5, 2007, С.17-21.
7. *Жаданов, В.Б., Жаданов Б.В., Гринберг Е.Е.* [Текст] // Успехи в химии и химической технологии, М., Т.XIX, 2005, №3(51), с.33-37.
8. *Воловцов, А.И.* Разработка технологии очистки от тяжелых металлов загрязненных территорий и ливневых стоков промышленных предприятий. [Текст] Автореф. дисс. канд. техн. наук. М.: - 2006.
9. *Lewis, T.J.* [Text] // Mat.Res.Bull., Vol.4, pp. S 321 – S 330, 1969, Pergamon Press, Inc., USA.
10. *Сенник, Б.Н., Гринберг Е.Е., Жаданов В.Б. и др.* [Текст] // Успехи в химии и химической технологии, М., Т.XX, 2006, №3(61), с.94 -98.

SOME POSSIBILITIES OF PHYSICAL AND CHEMICAL REGENERATION OF WASTES OF SILICON USING PRODUCTION

**E. Grinberg*, Yu. Levin*, V. Jadanov*, R. Sandu*,
V. Belyaev**, M. Ryabtseva*, A. Naumov*, I. Strel'nikova***

**Federal State Unitary Enterprise "IREA"
3, Bogorodsky val, Moscow, 107076, Russia*

***Moscow region state university
10a, Radio st., Moscow, 105005, Russia*

Abstract. Some problems of both physical and chemical regeneration of high purity silicon using manufactories are observed. Possibilities of wastes separation of silicon and silicon carbide, mineral oil and polyethylenglycole (PEG) are discussed. This allows decreasing ecological problems of solar batteries and electronic components production.

Key words: silicon, silicon carbide, waste, regeneration.

УДК 534.2:535.36

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ АНИЗОТРОПИИ СКОРОСТИ УЛЬТРАЗВУКА В НЕМАТИКАХ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ

Е.М. Банникова, Д.Л. Богданов, Э.В. Геворкян, Ю.Н. Обыденков

Московский государственный областной университет (МГОУ)
105005, Москва, ул. Радио, 10а

Аннотация. Представлена методика исследования анизотропии скорости ультразвука в нематике Н-37 в температурном интервале от 25 до 70 °С при различных давлениях. Во всех исследованных температурных интервалах существования нематической мезофазы, скорость ультразвука больше в случае параллельной ориентации вектора магнитной индукции и волнового вектора по сравнению с перпендикулярной ориентацией. Вдали ($\Delta T \geq 10\text{K}$) от фазового перехода относительная анизотропия скорости ультразвука практически не зависит от температуры и имеет малое значение. Максимальное влияние магнитного поля на скорость ультразвука имеет место за $\Delta T = 5\text{ K}$ от температуры просветления.

Ключевые слова: методика, анизотропия скорости ультразвука, нематическая фаза ЖК, магнитное поле, температура, давление.

Являющийся одним из наиболее точных импульсно-фазовый метод переменного расстояния, который используется для измерения акустических параметров жидких кристаллов, не позволяет выявить влияние магнитного поля на скорость распространения ультразвука. В НЖК анизотропия скорости ультразвука находится в пределах погрешности, присущей данному методу. В этой связи, для определения анизотропии акустических свойств жидких кристаллов на частоте 2 МГц, был выбран импульсно-фазовый метод переменной частоты, основанный на интерференции прошедшего через исследуемую среду импульсного высокочастотного сигнала с когерентными непрерывными колебаниями при постоянной акустической базе. Для изучения НЖК его впервые применили Муллен и др. [1].

Физическую основу метода составляют магнитоакустические явления в нематических жидких кристаллах при изменяющихся термодинамических параметрах в статическом магнитном поле. В отличие от метода переменного расстояния, измерения данным методом не сопровождаются изменением доменной структуры исследуемого вещества.

Напряжение U_1 на приёмном пьезоэлементе можно записать в следующем виде (предполагаем, что при $\tau/T \approx 30$ справедливы соотношения для непрерывных сигналов):

$$U_1 = U_0 \sin 2\pi f(t - l/c), \quad (1)$$

где τ и T – длительность и период заполнения импульса, соответственно, l – длина акустического пути, c – скорость распространения ультразвука.

В результате его взаимодействия с когерентными непрерывными колебаниями той же амплитуды $U_2 = U_0 \sin 2\pi f t$ получаем сумму колебаний:

$$U = U_1 + U_2 = 2U_0 \sin \pi f(2t - l/c) \cos \frac{\pi f l}{c}. \quad (2)$$

При определённых частотах:

$$2f_n l / c = (2n + 1) \quad (3)$$

выражение (2) обращается в ноль, где $n = 1, 2, 3 \dots$

Итак, измеряя две близкие между собой частоты, соответствующие нулевому значению интерферирующих сигналов, можно найти величину скорости ультразвука:

$$c = l(f_{n+1} - f_n). \quad (4)$$

Однако, для точных измерений данный способ непригоден, т.к. в пьезопреобразователях возникает зависящий от частоты сдвиг фаз, который практически трудно оценить [2].

При постоянной температуре, для двух предельных ориентаций магнитного поля относительно волнового вектора $(\vec{B} \parallel \vec{k}), (\vec{B} \perp \vec{k})$ и одного и того же n , имеем:

$$\frac{f_{\parallel} l}{c_{\parallel}} = \frac{f_{\perp} l}{c_{\perp}}. \quad (5)$$

Изменение направления магнитного поля не влияет на величину акустического пути, поэтому относительное изменение скорости ультразвука равно:

$$\frac{\Delta f}{f_{\perp}} = \frac{\Delta c}{c_{\perp}}, \quad (6)$$

где $\Delta f = f_{\parallel} - f_{\perp}$; $\Delta c = c_{\parallel} - c_{\perp}$.

Из условия равенства амплитуд принятого акустического импульса и непрерывных колебаний, можно оценить разность коэффициентов поглощения ультразвука в магнитных полях нормальной и перпендикулярной ориентаций:

$$\Delta \alpha = \alpha_{\parallel} - \alpha_{\perp} = \frac{\Delta A}{8,68 \cdot l} \frac{\text{непер}}{\text{см}}, \quad (7)$$

где ΔA - изменение амплитуды непрерывного сигнала в дБ.

Экспериментальная установка

Для решения задачи, создана экспериментальная установка, блок-схема которой представлена на рис.1.

Высокочастотный сигнал с генератора (Ч6-31) прямоугольных импульсов поступает в модулятор, где высокочастотный сигнал преобразуется в зондирующие прямоугольные радиоимпульсы, которые после усиления поступают на излучающий пьезопреобразователь. Пьезопреобразователь, выполненный из цирконата титана свинца (ЦТС-19), преобразует высокочастотные сигналы в акустические импульсы с продольной модой колебания ультразвуковых волн. После прохождения в измерительной ячейке через исследуемую среду (ЖК), ультразвуковые импульсы с высокочастотным заполнением достигают приёмного пьезоэлемента, где преобразуются в высокочастотный сигнал.

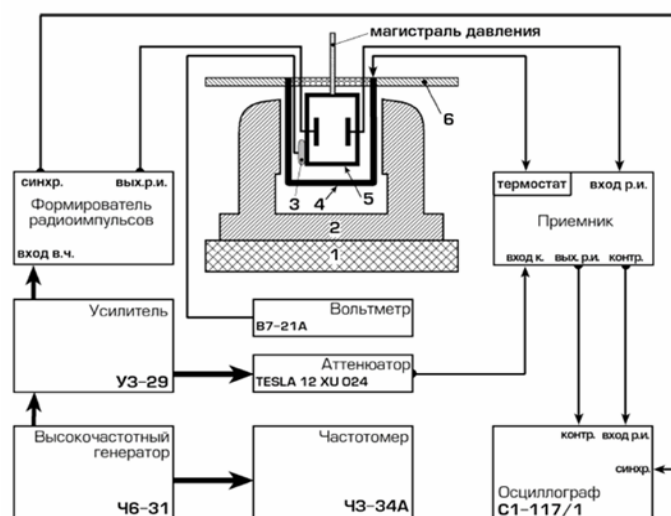


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки

Через приёмник (УЗ-29) радиоимпульсы поступают на вход двухканального осциллографа (С1-117/1). Синхронизация развёртки осциллографа и управление модулятором, осуществляется от генератора прямоугольных импульсов. Опорное ВЧ напряжение через аттенюатор подаётся на другой вход осциллографа. Сигнал с приёмного пьезоэлемента векторно складывается с прошедшими через аттенюатор непрерывными колебаниями. Амплитуда и частота непрерывного сигнала регулируются до полного гашения принятого акустического импульса. Контроль результирующего сигнала осуществляется на экране осциллографа (С1-17). Контроль частоты производится цифровым частотомером (ЧЗ-34А).

Постоянный магнит 2 индукцией 0,17 Гс, что превышает индукцию насыщения исследуемых веществ, устанавливался на вращающейся платформе 1 установки для проверки и испытания гироскопических приборов УПГ-56, имеющей лимб для отсчёта угла. В зазоре магнита неподвижно укреплялся термостатирующий стакан 4 на жёстко закреплённом относительно платформы столе 6. Внутри стакана располагалась камера высокого давления 5.

Температура вещества в измерительной ячейке, контролируется отградуированным термосопротивлением 3 и поддерживается системой термостатирования. Предварительное термостатирование проводилось в течении 3-5 часов.

Акустическая камера для исследования ЖК при высоких давлениях

Схематически автоклав представлен на рис. 2. Его основу составляет непосредственно камера высокого давления 4 и расположенная внутри измерительная ячейка 3. Корпус камеры выполнен из немагнитной нержавеющей стали марки 10Х17Н13М2Т, содержит полость, для размещения измерительной ячейки, которая резьбовым соединением связана с головкой камеры 9. Через головку камеры осуществляется заправка ячейки посредством заправочного канала 7, который впоследствии заглушается запорной иглой 8. Ввод и вывод зондирующих высокочастотных импульсов реализован через вводы 10. Головка камеры высокого давления герметизируется фторопластовым кольцом 6. Через магистраль 2 в камеру поступает силиконовое масло, которое служит рабочим телом для станции высокого давления. Оригинальная конструкция измерительной ячейки представлена на рис. 3. Ячейка выполнена из немагнитной нержавеющей

щей стали марки 10X17H13M2T, не реагирующей с исследуемым веществом. Состоит из корпуса 3, подвижного поршня 1 с уплотнительным силиконовым кольцом 2, пары оправок 5.

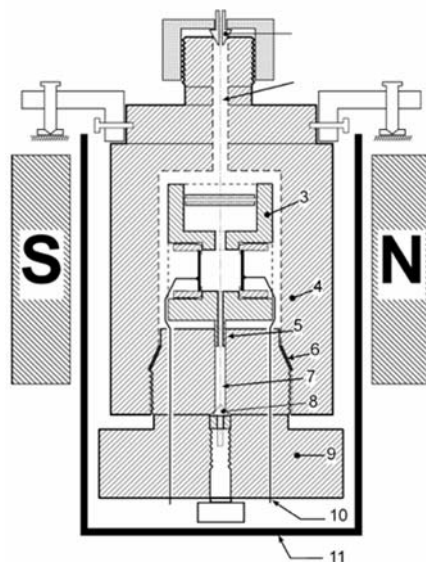


Рис. 2. Схема автоклава

Внутренняя поверхность цилиндра 4 в котором перемещается поршень обработана с высокой степенью точности, шероховатость поверхности составляет порядка 0,3 мкм. Пьезопреобразователи 6 закрепляются и герметизируются в оправках с помощью эпоксидной смолы. Оправки ввинчиваются в корпус ячейки и резьбовое соединение дополнительно герметизируется высокотемпературным силиконовым герметиком.

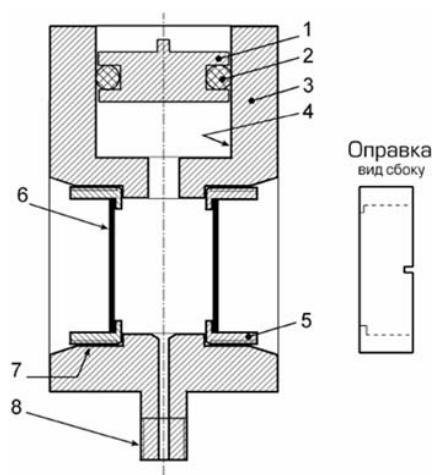


Рис. 3. Измерительная ячейка

С помощью соединения 8, ячейка жёстко закрепляется на головке камеры (рис.2), резьбовое соединение дополнительно герметизируется силиконовым герметиком.

Применение подвижного поршня позволило значительно сократить заправочный объем ячейки, в данном случае он составляет 1,2 см³, что позволяет более экономно расходовать рабочий материал. Поршневая система передачи давления в измерительную ячейку обеспечивает надёжное разделение жидкостей. Подпоршневой объём явля-

ется также буфером, предотвращая загрязнение зондируемой области исследуемого вещества. Этому способствует и методика проведения эксперимента. Отсутствие градиента давления внутри измерительной ячейки относительно окружающего объема обеспечивается тщательной дегазацией исследуемого НЖК. Размещение пьезопреобразователей внутри измерительной ячейки в непосредственном контакте с исследуемым веществом, позволило отказаться от линий задержек, что исключило погрешность, обусловленную их влиянием.

Применение оправок позволяет, достаточно оперативно менять наборы пьезопреобразователей и тем самым работать с широким диапазоном частот не прибегая к дополнительным конструктивным изменениям. Во всех сериях эксперимента осуществлялась промывка измерительной ячейки бензолом. Перед заправкой образец ЖК дегазировался в течение 2 – 3 часов в вакууме (10^{-6} атм.).

При исследовании анизотропии акустических параметров НЖК магнитное поле $\vec{B}$ первоначально устанавливается в положение нормальной ориентации относительно волнового вектора $\vec{k}$, по показаниям частотомера $f_{0\perp}$ и аттенюатора $A_{0\perp}$ отмечаются значения частоты и величины затухания непрерывных колебаний, которые соответствуют минимуму результирующих сигналов в магнитных полях параллельной ($\vec{B} \parallel \vec{k}$) и перпендикулярной ($\vec{B} \perp \vec{k}$) ориентаций. Расчёт анизотропии скорости и коэффициента поглощения производился по формулам:

$$\frac{\Delta c}{c_{\perp}} = \frac{c_{\parallel} - c_{\perp}}{c_{\perp}}, \quad (8)$$

$$\frac{\Delta \alpha}{f^2} = \frac{\alpha_{\parallel} - \alpha_{\perp}}{f^2}. \quad (9)$$

Относительные изменения скорости ультразвука в НЖК

Результаты измерения относительных изменений скорости ультразвука (8) в Н-37 при атмосферном давлении на частоте 2 МГц представлены на рис.4. Влияние магнитного поля параллельной ($\vec{B} \parallel \vec{k}$) и перпендикулярной ($\vec{B} \perp \vec{k}$) ориентаций на скорость ультразвука наблюдается только в нематической фазе исследованного Н-37. В изотропной фазе переориентация магнитного поля не изменяет величины скорости ультразвука. Во всех исследованных температурных интервалах существования нематической мезофазы, скорость ультразвука больше в случае параллельной ориентации вектора магнитной индукции и волнового вектора по сравнению с перпендикулярной ориентацией. Вдали ($\Delta T \geq 10\text{K}$) от фазового перехода относительная анизотропия скорости ультразвука практически не зависит от температуры и имеет малое значение, равное $1,6 \cdot 10^{-4}$. За $\Delta T \leq 10\text{K}$ от температуры просветления наблюдается рост с последующим резким спадом до нуля в фазовом переходе. Максимальное влияние магнитного поля на скорость ультразвука имеет место за $\Delta T = 5\text{ K}$ от температуры просветления. Разность между максимальным значением $\Delta c/c_{\perp}$ и её значением вдали от фазового перехода составляет $11,5 \cdot 10^{-4}$. Температурная зависимость относительных изменений скорости ультразвука в Н-37, являющемся смесью МББА и ЭББА качественно имеет тот же вид, что и для исходных веществ. Повышение давления приводит к смещению зависимостей $\Delta c/c_{\perp}$ в сторону более высоких температур. Экспериментальные изобары $\Delta c/c_{\perp}$ в исследованном диапазоне давлений представлены на рис.5. Температура, при которой

$\Delta c/c_{\perp}=0$ соответствует фазовому переходу $T_c = T_c(P_0)+kP$. Зависимость температуры перехода от давления представлена на рис.6.

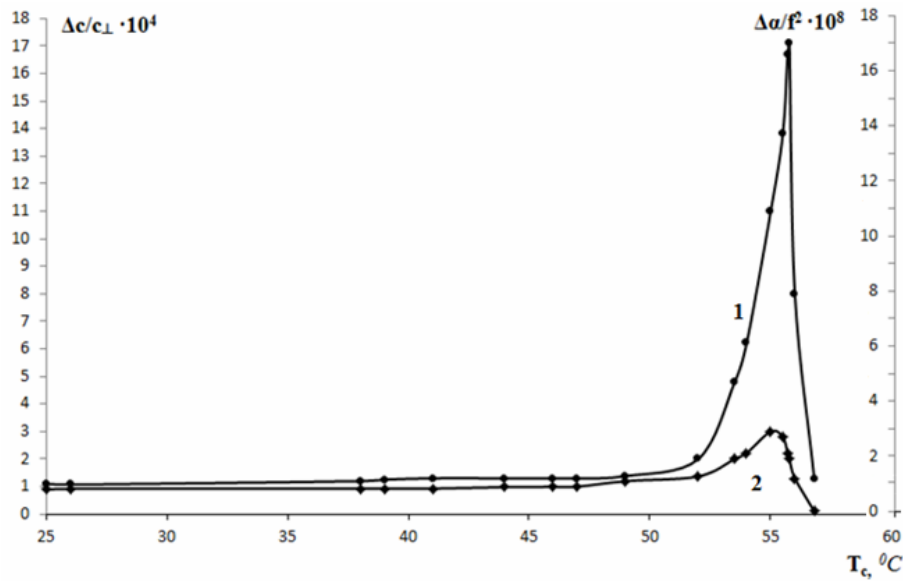


Рис. 4. Анизотропия скорости и поглощения в Н-37 при атмосферном давлении. 1-скорость, 2-поглощение.

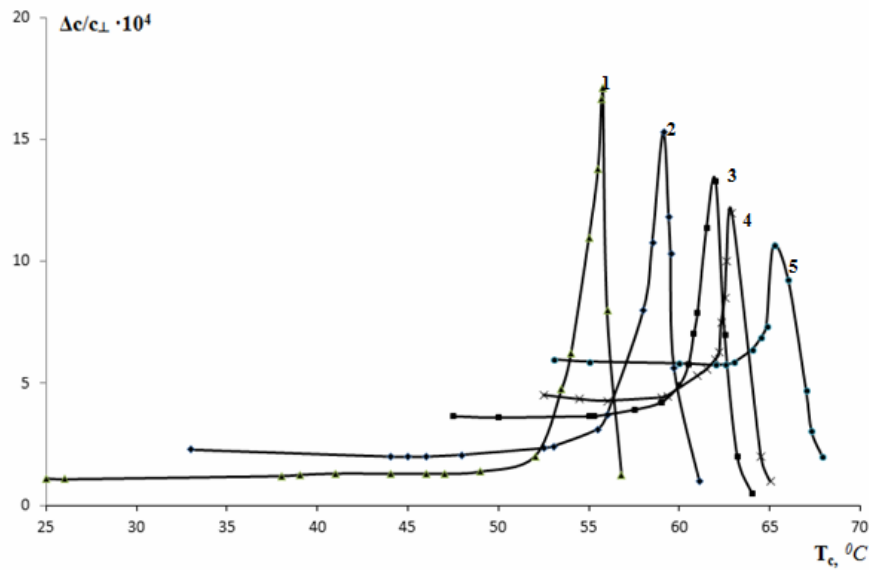


Рис. 5. Изобары анизотропии скорости при различных давлениях. 1- 1 атм. 2-150 атм. 3-250 атм. 4-300 атм. 5-400 атм.

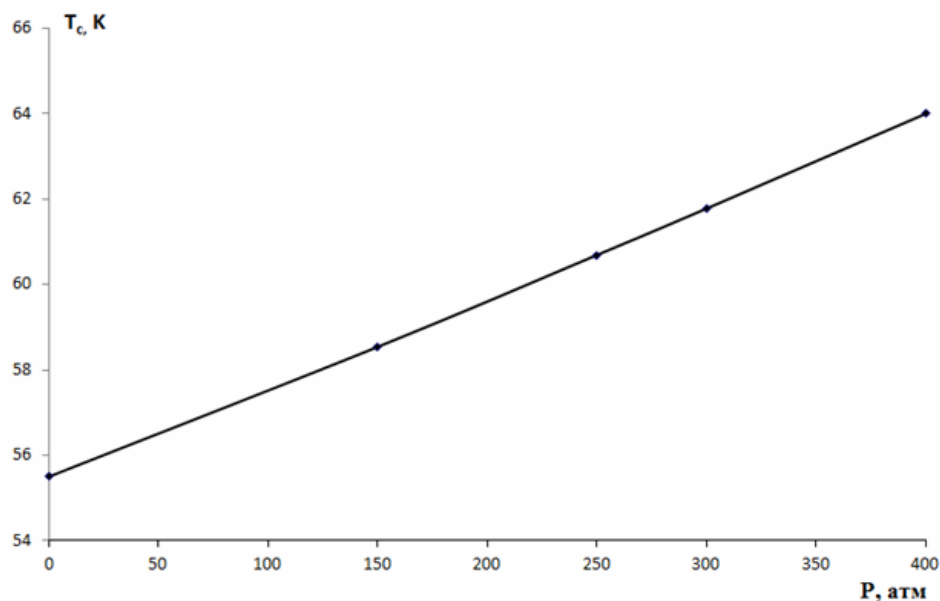


Рис. 6. Зависимость температуры перехода от давления

ЛИТЕРАТУРА

1. Mullen, M.E., Luthi B., Stephen M.J. Phys.Rev.Lett [Text]. 1972, v.28, p.799.
2. Мезон, У. Физическая Акустика [Текст]. М.: Мир. 1973.

TECHNIQUE OF RESEARCH OF ANISOTROPY OF SPEED OF ULTRASOUND IN NEMATIC AT HIGH PRESSURES

E. Bannikova, D. Bogdanov, E. Gevorkyn, Yu. Obydenkov

*Moscow region state university
10a, Radio st., Moscow, 105005, Russia*

Abstract. The technique of research of anisotropy of speed of ultrasound in nematic H-37 in a temperature interval from 25 to 70 °C is presented at various pressure. In all investigated temperature intervals of existence of a nematic mesophase, speed of ultrasound is more in case of parallel orientation of a vector of a magnetic induction and a wave vector in comparison with perpendicular orientation. In the distance ($\Delta T \geq 10K$) from phase transition relative anisotropy of speed of ultrasound practically doesn't depend on temperature and has small value. The maximum influence of a magnetic field on speed of ultrasound takes place for $\Delta T = 5$ to from enlightenment temperature.

Key words: Technique, anisotropy анизотропия of speed of ultrasound, nematic нематическая а phase LC ЖК, magnetic field, temperature, pressure.

УДК 537.9, 53.096, 53.081.7, 53.043, 539.232