Vilniaus universitetas Fizikos fakultetas Radiofizikos katedra

Andrius Didžbalis

# VANADŽIO PENTOKSIDO PLĖVELIŲ TYRIMAS NAUDOJANT PAVIRŠINES AKUSTINES BANGAS

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Telekomunikacijų fizikos ir elektronikos

studijų programa

Studentas

Darbo vadovas

Recenzentas

Katedros vedėjas

Andrius Didžbalis dr. Romualdas Rimeika dr. Vygintas Jankauskas prof. Jūras Banys

Vilnius 2016

## Turinys

Įvadas	3
1. Literatūros apžvalga	4
1.1 Akustinės bangos	4
1.2 Akustoelektrinis efektas	8
1.3 Vanadžio pentoksidas	11
2. Matavimai	14
2.1 Aparatūra ir metodai	14
2.2 Bandiniai	16
2.3 Džiūvančio vanadžio pentoksido gelio įtaka paviršinės bangos sklidimui	18
a) storas sluoksnis ant laisvo paviršiaus	18
b) plonas sluoksnis ant laisvo paviršiaus	23
2.4 Metalizuoto paviršiaus įtaka paviršinės akustinės bangos sklidimui su V₂O₅·nH₂O sluoksniu	27
a) storas $V_2O_5$ ·n $H_2O$ sluoksnis	27
b) plonas V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ·nH <sub>2</sub> O sluoksnis	30
2.5 Vakuumo įtaka vanadžio pentoksido plėvelės formavimuisi	32
3. Išvados	35
4. Literatūros sąrašas	36
Summary	37

## Įvadas

Paviršinės akustinės bangos (PAB) yra plačiai naudojamos įvairiuose elektronikos prietaisuose. Dauguma PAB įtaisų gali būti panaudoti kaip jutikliai, nes jie yra jautrūs kristalo paviršiaus mechaniniams ir elektriniams pokyčiams. Paviršinių akustinių bangų jutikliai yra sėkmingai naudojami ir drėgmės matavimams.

Drėgmės matavimas ore yra labai svarbus tokiose srityse, kaip klimatologija, prietaisų ar autonominių sistemų priežiūra. Yra nuolat atliekami tyrimai su naujomis medžiagomis, ieškoma naujų metodų drėgmės detektavimui, siekiant sukurti pranašesnius jutiklius. Viena iš krypčių yra paviršinių akustinių bangų prietaisų panaudojimas. Jie pasižymi nedidele kaina, dideliu jautrumu, mažais matmenimis [1].

Darbo tikslas yra išsiaiškinti, kokį poveikį sklindančioms paviršinėms akustinėms bangoms vanadžio pentoksido plėvelėse sukelia drėgmės kitimas aplinkoje, ir patikrinti, ar galima šias plėveles panaudoti PAB drėgmės jutikliuose.

## 1. Literatūros apžvalga

### 1.1 Akustinės bangos

Akustinė banga yra sklindantis tampriosios medžiagos dalelių virpesys. Austinės bangos sklidimo metu kieto kūno atomai juda apie savo pusiausvyros padėtis. Tai yra apibūdinama deformacija. Dėl deformacijos, medžiagoje atsiranda vidinės jėgos, kurioms veikiant atomai yra verčiami grįžti į savo pusiausvyros padėtį. Tai yra įtempimo jėgos. Sklindant akustinei bangai tuo pačiu metu veikia įtempimo jėgos ir deformacijas. Akustinių bangų šaltinis sukuria įtempimus medžiagoje, kurie sukelia deformaciją. Dėl deformacijos atsiranda įtempimai toliau nuo akustinių bangų šaltinio. Tūrinės akustinės bangos skirstomos į dvi grupes: išilgines ir skersines 1.1 paveikslas [2]. Sklindant išilginėms bangoms, dalelės virpa kryptimi, lygiagrečia akustinės bangos sklidimo krypčiai.





Paviršinės akustinės bangos (PAB) yra dar vadinamos Reilėjaus (Rayleigh) bangomis [3], kurios sklinda medžiagos paviršiumi. Sklindant Reilėjaus bangai kristalo paviršiumi, medžiagos dalelės juda elipsinėmis trajektorijomis, o jos pagrindinė energija yra pasiskirsčiusi bangos ilgio gylyje. Lordas Reilėjus aprašė paviršinių akustinių bangų sklidimą. PAB sklinda lėčiau nei tūrinė banga. Akustinių bangų sklidimas yra aprašomas bangine lygtimi.

Poslinkio komponentės be galo mažame homogeniško kieto kūno tūryje yra  $u_i$ . Jėgos, veikiančios be galo mažame tūryje, yra išreiškiamos įtempio tenzoriumi, su komponentėmis  $T_{ij}$ , kur  $T_{ij}$  yra įtempimas veikiantis i – tosios koordinatės kryptimi į paviršių, kurio normalė yra lygiagreti  $x_j$  ašiai. Taikant trečiąjį Niutono dėsnį, jei neveikia išorinės jėgos, judėjimo lygtis kiekviename be galo mažame tūryje aprašoma (1.1) lygtimi:

$$\varrho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} \tag{1.1}$$

kur  $\varrho$  yra medžiagos tankis.

Yra laikoma, kad įtempis yra tiesinė deformacijos funkcija. Tai reiškia, kad šiuo atveju pjezoelektriniai kūnai nėra nagrinėjami. Tačiau pjezoelektrinės medžiagos yra naudojamos daugelyje paviršinių akustinių bangų prietaisų. Todėl yra naudinga į tai atsižvelgti. Kadangi nagrinėjamos bangos sklinda garso greičiu, tai elektrinį laiką galima laikyti laike besikeičiančio skaliarinio potencialo  $\varphi$  gradientu. Todėl medžiagos savybės yra nusakomos naudojant sudėtines lygtis, išreikštomis dalelių poslinkiais [4]:

$$T_{ij} = c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} + e_{kil} \frac{\partial \varphi}{\partial x_k}$$

$$D_i = -\varepsilon_{ij} \frac{\partial \varphi}{\partial x_j} + e_{ijk} \frac{\partial u_j}{\partial x_k}$$
(1.2)

kur (*i, j, k, l* = 1, 2, 3)

Pirmasis įtempimo lygčių narys yra Huko dėsnis. Šios dvi lygtys atsižvelgia į vektorines ir tenzorines kintamųjų savybes, anizotropines medžiagų savybes ir pjezoelektrinį ryšį tarp mechaninių ir elektrinių kintamųjų. Elastines medžiagos savybes labiausiai lemia  $c_{ijkl}$  komponentė. Ne visos komponentės yra nepriklausomos, o kristalo simetrija dar labiau apriboja nepriklausomų komponenčių skaičių: izotropinė medžiaga turi dvi, kubinė medžiaga – tris, trigoninė medžiaga – šešias nepriklausomas komponentes. Elektrines kieto kūno savybes labiausiai įtakoja simetrinis antrojo rango tenzorius  $\varepsilon_{ij}$ . Tai yra dielektrinė skvarba. Kristalinė simetrija sumažina nepriklausomų komponenčių skaičių ir šiuo atveju: izotropinėms ir kubinėms medžiagoms iki vienos ir trigoninėms iki dviejų komponenčių.

Kadangi medžiaga yra izoliatorius, taigi nėra laisvų krūvių, tada  $\nabla \cdot D = 0$  ir įstačius (1.2) į (1.1) gauname:

$$\varrho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} - c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_l} = e_{kil} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_k \partial x_i}$$

$$e_{ik} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_i \partial x_k} = e_{ikl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_l}$$
(1.3)

Lygčių (*j*=1, 2, 3) kairiosios pusės yra bangos lygtys, kurios aprašo dalelių poslinkį su savomis komponentėmis kartu su elastinių konstantų tenzoriaus elementais.

Šių lygčių (1.3) sprendinys dalelių poslinkiui  $u_i$  ir potencialui  $\varphi$  yra toks:

$$u_{i} = \alpha_{i} exp[ik(b_{i}x_{i} - vt)]$$

$$\varphi = \alpha_{4} exp[ik(b_{i}x_{i} - vt)]$$
(1.4)

Tokia banga sklinda faziniu greičiu v, o bangos skaičius  $k = \frac{\omega}{v}$ . Kadangi banga yra plokščioji, tai bangos kryptis išlieka pastovi. (1.4) lygtyje potencialas  $\varphi$  yra mechaninės bangos, sklindančios greičiu v, komponentė.

Jei yra žinoma vektoriaus k kryptis, tai naudojantis (1.3) lygtimi galima išreikšti komponentę  $\alpha_4$ lygtyje mechaniniais poslinkiais:

$$\alpha_4 = \alpha_j \frac{(e_{ijk} b_i b_k)}{(\varepsilon_{pq} b_p b_q)} \tag{1.5}$$

Tada pirmąją (1.3) lygties dalį galima užrašyti taip:

$$\varrho v^2 \alpha_j = c'_{ijkl} b_l b_l \alpha_k \tag{1.6}$$

 $\ker c_{ijkl}' = c_{ijkl}(1 + K_{ijkl}^2) \text{ ir } K_{ijkl}^2 = \frac{e_{mij}e_{nkl}b_mb_n}{c_{ijkl}(\varepsilon_{pq}b_pb_q)}$ 

Šios lygtys rodo, kad pjezoelektrinis efektas padidina efektines elastines konstantas  $(1 + K_{ijkl}^2)$ kartų. Medžiagose, rodančiose didžiausias pjezoelektrines savybes, elektromechaninio ryšio koeficientas  $K_{ijkl}^2$  siekia iki 5 %.

(1.6) lygtis mechaniniam poslinkiui gali būti užrašyta:

$$(\Gamma_{jk} - \delta_{jk} \varrho v^2) \alpha_j = 0 \tag{1.7}$$

kur  $\Gamma_{jk} = b_i b_l c'_{ijkl}$ . Trys tikrinės lygties vertės duoda tris fazinio greičio  $v^n$  vertes su trimis tikriniais vektoriais  $\alpha_j^{(n)}$ . Taip nusakomi trys plokščios bangos sprendiniai tam tikrai sklidimo krypčiai. Idealiu atveju laikoma, kad paviršinės akustinės bangos sklinda įtempimų neturinčiu puserdvės paviršiumi (1.2 pav.).



1.2 pav. Paviršinių akustinių bangų sklidimas [4].

Įtempimų neturinčio paviršiaus kraštinės sąlygos yra:

$$T_{31} = T_{32} = T_{33} = 0,$$
 kai  $x_3 = 0$  (1.8)

Tada ieškoma dielektriniame kūne sklindančios bangos banginės lygties (1.2) sprendinių, kai yra tenkinama kraštinė sąlyga (1.8) ir jei kietasis kūnas yra pjezoelektrikas, imamos kitos kraštinės sąlygos. Pagrindinis lygties sprendinys yra paviršinės bangos, kurios sklinda faziniu greičiu v lygiagrečiai paviršiui. Sklindant šiai bangai dalelių poslinkiai ir potencinės amplitudės greitai mažėja. Atstumas yra lyginamas su bangos ilgiu. Kelių bangų ilgių gylyje minėti dydžiai smarkiai sumažėja. Bangos sklidimo kryptį laikant  $x_1$ ašies kryptimi, tada ( $x_1$ ,  $x_3$ ) plokštuma bus sagitalinė plokštuma (plokštuma, kurioje vyksta medžiagos dalelių virpesys).

Nagrinėjamu atveju, nėra jokios poslinkio amplitudės priklausomybės  $x_2$  koordinatės kryptimi. Banginė lygtis sprendžiama, naudojantis parcialinėmis bangomis. Jomis patogu naudotis, nes yra ir nesunku paaiškinti sprendimą, ir nesunku atlikti skaičiavimus.

Laikoma, kad paviršinių akustinių bangų sprendiniai yra tiesiniai parcialinių bangų deriniai:

$$u_{j} = \alpha_{j} \exp(ikbx_{3}) \exp[ik(x_{1} - vt)]$$

$$\varphi = \alpha_{4} \exp(ikbx_{3}) \exp[ik(x_{1} - vt)]$$
(1.9)

kur  $x_3 \leq 0$ , banga sklinda lygiagrečiai  $x_1$  ašiai faziniu greičiu v ir silpsta gilyn į medžiagą pagal slopimo konstantą kb, kur menamoji b dalis turi būti neigiama, kad bangos amplitudė išnyktų, kai  $x_3 \rightarrow -\infty$ . Tai yra būtina paviršinės akustinės bangos sąlyga.

$$u_{j} = \alpha_{j} \exp(ikbx_{3}) \exp[ik(x_{1} - vt)]$$

$$\varphi = \alpha_{4} \exp(ikbx_{3}) \exp[ik(x_{1} - vt)]$$
(1.10)

kur  $b_1 \equiv 1, b_2 \equiv 0, b_3 \equiv b$ .

Kiekviena dalinė banga turi tenkinti banginę lygtį ir įstačius (1.10) į (1.3) gausime:

$$(\Gamma_{ab} - \delta'_{ab}\rho v^2)\alpha_{\alpha} = 0\begin{cases} a, b = 1, 2, 3, 4\\ \delta'_{44} = 0 \end{cases}$$
(1.11)

Ši išraiška yra panaši į (1.7) lygtį, kai buvo aprašoma tūrinė akustinė banga. Tačiau (1.11) lygtyje  $b_3$  vertė nėra iš anksto žinoma. Dėl šio priežasties  $\Gamma$  nėra tiksliai nusakomas. Taip pat negalima pritaikyti pakitusių elastinių konstantų (1.11) lygčiai.

### 1.2 Akustoelektrinis efektas

Kadangi paviršinių akustinių bangų energija yra sukoncentruota arti kristalo paviršiaus (bangos ilgio gylyje), įtaisai, kurių veikimas paremtas PAB sklidimu, yra labai jautrūs paviršiaus pokyčiams. Paprastai dalis PAB sklidimo kelio padengiama plėvele, kurios elektrinės ir mechaninės savybės žymiai jautresnės aplinkos pokyčiams nei švaraus kristalo. Paviršinės akustinės bangos greitis gali kisti dėl daugelio faktorių, iš kurių kiekvienas atskirai paimtas gali būti panaudotas jutiklio atsakui detektuoti.

$$\frac{\Delta v}{v_0} = \frac{1}{v_0} \left[ \frac{\partial v}{\partial m} \Delta m + \frac{\partial v}{\partial c} \Delta c + \frac{\partial v}{\partial \varepsilon} \Delta \varepsilon + \frac{\partial v}{\partial \sigma} \Delta \sigma + \frac{\partial v}{\partial T} \Delta T + \frac{\partial v}{\partial p} \Delta p + \frac{\partial v}{\partial \eta} \Delta \eta + \cdots \right] (1.12)$$

kur  $v_0$  yra pradinis fazinis paviršinės bangos greitis, m – masės apkrova ant paviršiaus, c – kietumas,  $\varepsilon$  – dielektrinė konstanta,  $\sigma$  yra paviršiaus laidumas, T – temperatūra, p – slėgis,  $\eta$  – klampumas. Kiek tam tikras parametras įtakoja bangos greitį, galima nustatyti, paliekant visus kitus parametrus nekintančius. Kai ant paviršiaus užnešamas kitos medžiagos sluoksnis, svarbu kuo labiau sumažinti kitų parametrų pokyčius. Paviršinės akustinės bangos amplitudės slopimas taip pat priklauso nuo kai kurių išvardintų faktorių.

Sklindanti pjezoelektrine medžiaga paviršinė akustinė banga sukuria surištųjų krūvių sluoksnį, kurie lydi šią bangą. Šie krūviai yra kintančio elektrinio potencialo  $\Phi$  (kartu ir elektrinio lauko) lydinčio akustinę bangą, šaltinis. Padengus pjezoelektrinės medžiagos paviršių laidžiu sluoksniu, krūvininkai jame persiskirsto taip, kad kompensuotų akustinės bangos sukuriamą surištąjį krūvį. Sklindant PAB takioje struktūroje (pjezoelektrikas + laidus sluoksnis) akustinės bangos sukurtas pjezoelektrinis laukas sąveikauja su sluoksnio krūvininkais ir dėl to keičiasi akustinės bangos slopinimas ir greitis. Paviršinės akustinės bangos ir krūvio nešėjų sąveiką galima pavaizduoti ekvivalentine grandine, kuri pavaizduota 1.3 paveiksle [5].



1.3 pav. Ekvivalentinės grandinės modelis vaizduojantis akustoelektrinę sąveiką [5].

Laike kintantis paviršinis krūvis, sukurtas sklindant paviršinei bangai, 1.3 paveiksle pavaizduotas kaip kintamos srovės šaltinis, kuris sukuria elektros srovę *I*<sub>0</sub>:

$$I_0^2 = 2K^2 \omega k^2 (\epsilon_0 + \epsilon_s) P \tag{1.13}$$

kur  $K^2$  yra elektromechaninio ryšio koeficientas,  $\epsilon_0$  ir  $\epsilon_s$  oro ir medžiagos dielektrinės skvarbos, k ir P – akustinės bangos banginis skaičius ir galios tankis (galia į akustinio pluoštelio plotį).

Polinkio srovės generuojamos medžiagoje ir ore dėl talpų (paviršiaus ploto vienetui) atvaizduotos kaip  $k\epsilon_s$  ir  $k\epsilon_0$ , o laidumo srovė sluoksnyje įskaityta kaip  $k^2\sigma_s$ , kur  $\sigma_s$  yra plėvelės paviršiaus laidis. Sluoksnio paviršiaus laidis  $\sigma_s$  susijęs su tūriniu laidumu  $\sigma$  taip:

$$\sigma_s = \sigma h \tag{1.14}$$

kur h – plėvelės storis.

Kompleksinis galios srautas, yra užrašomas:

$$P_{T1} = \frac{I_0^2}{2j\omega k(\epsilon_0 + \epsilon_s)} \tag{1.15}$$

Kai pjezoelektriko paviršius padengtas laidininko sluoksniu:

$$P_{T2} = \frac{l_0^2}{2[k^2 \sigma_s + j\omega k(\epsilon_0 + \epsilon_s)]}$$
(1.16)

Galių srauto skirtumas yra akustoelektrinis efektas:

$$P_T = P_{T2} - P_{T1} = -\frac{l_0^2}{2} \frac{k^2 \sigma_s}{j \omega k c_s (k^2 \sigma_s + j \omega k c_s)}$$
(1.17)

kur  $c_s = \epsilon_0 + \epsilon_s$ .

Įstačius 1.13 lygtį į 1.17, gauname kompleksinį galios srautą. Realioji ir menamoji šios lygties dalys mums duoda santykinį greičio pokytį  $\frac{\Delta v}{v_0}$  ir akustoelektrinį slopinimą  $\frac{\Delta \alpha}{k}$ , normuotą banginiam skaičiui:

$$\frac{\Delta v}{v_0} = -\frac{K^2}{2} \frac{\sigma_s^2}{\sigma_s^2 + (v_0 c_s)^2}$$
(1.18)

$$\frac{\Delta \alpha}{k} = \frac{K^2}{2} \frac{\nu_0 c_s \sigma_s}{\sigma_s^2 + (\nu_0 c_s)^2}$$
(1.19)

1.4 paveiksle pavaizduotos santykinio greičio pokyčio ir slopinimo priklausomybės nuo kristalo paviršiaus laidumo, apskaičiuotos pagal 1.18 ir 1.19 lygtis:



1.4 pav. Teorinės paviršinių akustinių bangų silpimo  $\frac{\Delta \alpha}{k_0}$  ir santykinio greičio pokyčio  $\frac{\Delta v}{v_0}$  priklausomybės nuo normuoto paviršiaus laidumo  $\frac{\sigma_s}{v_0 C_s}$ .

Skaičiavimai atlikti YZ-LiNbO<sub>3</sub> kristalui, kuris naudojamas eksperimentuose. Reikalingos konstantos paimamos iš literatūros [6]. Matome, kad didėjant laidumui PAB greitis monotoniškai mažėja, o slopinimas pereina maksimumą. Taip pat iš lygčių 1.18 ir 1.19 matyti, kad slopinimo ir greičio pokyčiai priklauso nuo elektromechaninio ryšio koeficiento  $K^2$ , taigi priklauso nuo konkrečios medžiagos (YZ-LiNbO<sub>3</sub> –  $K^2$  = 0,048, ST-X kvarco –  $K^2$  = 0,0011). Maksimali slopinimo vertė (ir didžiausias greičio pokyčio kitimas) pasiekiama esant laidumui  $\sigma_c = v_0 c_{so}$ . Maksimali santykinė greičio vertė yra lygi  $\frac{\Delta v}{v_0} = \frac{K^2}{2}$ , o slopinimo –  $\frac{\Delta \alpha}{k_0} = \frac{K^2}{4}$ .

## 1.3 Vanadžio pentoksidas

Matavimuose naudojamas vanadžio pentoksido gelis. Išdžiūvęs jis tampa kserogeliu. Zolis yra koloidinė kietųjų dalelių suspensija skystyje. Aerozolis yra koloidinė suspensija dujose ir emulsija yra skysčio lašų suspensija kitame skystyje. Šie koloidų tipai gali būti panaudoti polimerų ir keramikų gaminimui. Zoliogelio procese pradiniai junginiai koloidų paruošimui susidaro iš metalų ar metaloidų.

Jei monomeras gali turėti du ar daugiau ryšių, tai molekulės dydis gali smarkiai išaugti. Teoriškai nėra limito molekulės augimui. Jei molekulės matmenys tampa makroskopiniai, tai medžiaga tampa geliu. Gelis yra medžiaga, turinti vientisą nenutrūkstamą struktūrą skystyje. Struktūros vientisumas suteikia geliui elastiškumo. Geliai gali taip pat būti pagaminami iš zolių, kai traukos jėgos priverčia daleles jungtis į grandines. Dalelių ryšių susidarymas gali būti grįžtamasis. Galima sakyti, kad gelis susidaro iš tolydžių koloidinių dimensijų kietoje ir skysčio fazėse. Tolydumas reiškia, kad vienos fazės medžiaga gali judėti kitos fazės medžiaga visame tūryje ir nepakeisti savo fazės. Kadangi abiejų fazių dimensijos yra koloidinės, tai skystos fazės medžiagos segmentas gali pereiti kietos fazės medžiagos segmentą ir atvirkščiai. Tai parodyta 1.5 paveiksle:



#### 1.5 pav. Gelio struktūros iliustracija [7].

Gelių formavimasis prasideda nuo fraktalinių sankaupų, kurios bėgant laikui auga, kol tarp jų atsiranda kontaktas. Po to jie gali tarpusavyje jungtis. Prieš pat medžiagai pavirstant geliu, tarp nedidelių dalelių telkinių atsiranda ryšiai, dėl kurių susikuria didesnės struktūros. Medžiaga tampa geliu, kai zolyje lieka vienas dalelių junginys, apimantis visą tūrį. Geliui galima suteikti formą, jei jis yra patalpinamas į indą. Jei mažiausias gelio matmuo yra didesnis nei keli milimetrai, tai toks objektas yra vadinamas monolitu. Gelį dar galima gauti atliekant spartų tirpalo garinimą.

Ryšių susidarymas nesustoja ir tada, kai jau būna susidaręs. Dalelių junginys yra paslankus, todėl jo segmentai gali vienas prie kito taip priartėti, kad atsirastų naujas ryšys. Taip pat mažesnės dalelės, jeinančios į zolio sudėtį, gali toliau jungtis prie pagrindinio dalelių junginio. Geliai gali senti, todėl su laiku

pasikeičia jo savybės. Kai kurie geliai gali spontaniškai susitraukti, kuris yra sukeliamas ryšio tarp dalelių jėgų, dėl kurių iš dalelių junginio porų išstumiamas skystis.

Kai susitraukimas vyksta dėl skysčio esančio gelyje išgaravimo, išdžiūvęs gelis vadinamas kserogeliu. Tokio susitraukimo metu dalelių junginys susitraukia nuo 5 iki 10 kartų, lyginant su pradiniu tūriu.

Kserogeliai gali būti panaudojami tankių keramikų gaminimui. Dėl ypatingai didelio paviršiaus ploto ir didelio porėtumo, kserogeliai gali būti naudojami kaip filtrai.

Jau daugiau kaip šimtmetį žinoma, kaip susintetini vanadžio pentoksido gelius (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O) [8]. Susintetinti jie gali likti stabilūs keletą metų, jei yra laikomi uždaruose induose. Nuo tada, kai atsirado naujų, paprastesnių zolių-gelių gamybos būdų, išaugo susidomėjimas vanadžio pentoksido geliu. Šioje medžiagoje yra vandens molekulių, kurios yra tarp vanadžio pentoksido molekulių (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Yra paprasta uždėti plonus šio gelio sluoksnius ant kitos medžiagos. Vanadžio pentoksido geliai turi geras elektronines ir jonines savybes. Jie gali būti pritaikyti mikrojoninių prietaisų gamyboje.

Jau keletą dešimtmečių yra tiriamos vanadžio pentoksido savybės, tačiau iki šiol nėra iki galo ištirta šios medžiagos atominė struktūra. Taip yra dėl to, kad V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nH<sub>2</sub>O struktūra nėra kristalinė, tačiau pasiskirsto 10 nm ilgio ir 1  $\mu$ m pločio molekulėmis (1.6 pav.) [9].



1.6 pav.  $V_2O_5$ ·nH<sub>2</sub>O vaizdas, padarytas elektronų mikroskopu [9].

Vanadžio pentoksido kserogelis nėra amorfinis. Tačiau naudojantis tradiciniais kristalografijos metodais nepavyksta nustatyti medžiagos tridimensinės struktūros.

Pasinaudojus atomų porų pasiskirstymo funkcijos (pair distribution function arba PDF) metodu, buvo bandoma apibūdinti vanadžio pentoksido kserogelio tridimensinę struktūrą. Naudojantis PDF metodu, yra atsižvelgiama į Brego ir difuzinės komponentės difrakcijas. Ištyrus V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nH<sub>2</sub>O PDF metodu, buvo sukurtas gan paprastas vanadžio pentoksido kserogelio struktūros modelis. Šis modelis parodo, kad V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nH<sub>2</sub>O kserogelis turi tvarkingos struktūros požymių ir nėra visiškai amorfinis. Šio modelio iliustracija parodyta 1.7 paveiksle.



1.7 pav. Vanadžio pentoksido kserogelio struktūra, remiantis PDF modeliu [9].

1.7 paveiksle matyti, kad vanadžio pentoksido kserogelis turi periodinę struktūrą. Žaliais taškais pavaizduotos vandens molekulės. Jos skiria pailgus V₂O₅ sluoksnius, kurių storis yra 2,9 angstremų. Atstumas tarp šių sluoksnių yra 11,5 angstremų.

# 2. Matavimai

## 2.1 Aparatūra ir metodai



2.1 pav. Matavimų schema

2.1 paveiksle raidėmis pažymėta:

A – YZ - LiNO<sub>3</sub> kristalas,

 $B-V_2O_5n{\cdot}H_2O\ sluoksnis,$ 

C ir D – paviršinių akustinių bangų keitikliai įėjimo ir išėjimo signalams, E – grandinių analizatorius,

F – kompiuteris,



2.2 pav. Matavimų schema, kai bandinys yra vakuume

2.2 paveiksle raidėmis pažymėta:

- A YZ-LiNO<sub>3</sub> kristalas,
- $B V_2O_5 \cdot nH_2O$  sluoksnis,
- C ir D paviršinių akustinių bangų keitikliai įėjimo ir išėjimo signalams,
- E grandinių analizatorius,
- F kompiuteris,
- G vakuuminė kamera,
- H siurblys.

2.1 paveiksle parodyta darbo schema, kai matavimai atliekami ore.

2.1 paveiksle pavaizduotoje darbo schemoje bandinys yra ore. Paviršinių akustinių bangų keitikliu bandinyje žadinamos akustinės bangos. Signalas į keitiklį paduodamas grandinių analizatoriumi. Kitu keitikliu į tą patį analizatorių paduodamas signalas, praėjęs per bandinio paviršių. Duomenys iš analizatoriaus siunčiami į kompiuterį.

2.2 paveiksle pavaizduotoje darbo schemoje bandinys yra vakuume. Šiuo atveju bandinys padedamas į vakuuminę kamerą, iš kurio siurblys pašalina orą. Likusi schemos dalis nesiskiria nuo 2.1 paveiksle pavaizduotos schemos.

## 2.2 Bandiniai

Matavimams naudojamas ličio niobato (YZ - LiNbO<sub>3</sub>) kristalas. Mikrojuostelinio keitiklio periodas yra  $\Lambda = 40 \ \mu$ m. Keitiklio schema pavaizduota 2.3 paveiksle.



2.3 pav. Tiriamasis bandinys. Laisvas paviršius.

Bandinys buvo paruošiamas keliais skirtingais būdais:

- Bandinio paviršius buvo laisvas (2.3);
- Bandinys padengtas storu vanadžio pentoksido gelio sluoksniu (2.4);
- Ant bandinio užteptas plonas vanadžio pentoksido gelio sluoksnis (2.4);
- Dalis bandinio paviršiaus padengta metalo sluoksniu. Ant metalo sluoksnio užteptas vanadžio pentoksido gelis (2.5).

Mikrojuosteliniai keitikliai



Vanadžio pentoksido sluoksnis

2.4 pav. Tiriamasis bandinys, kai ant paviršiaus užtepamas vanadžio pentoksido sluoksnis.

Tarp mikrojuostelinių keitiklių yra vanadžio pentoksido ( $V_2O_5nH_2O$ ) kserogelio sluoksnis. Jis uždėtas, nes norima išsiaiškinti, kaip vanadžio pentoksidas veikia akustinių bangų sklidimą. Plonu  $V_2O_5nH_2O$  sluoksniu laikomas, kai jo storis siekia apie 50 nm. Tai pasiekiama, įdėjus bandinį su ką tik užteptu vanadžio pentoksido kserogelio sluoksniu į centrifuga. Susidaro plonas, tolygus sluoksnis. Storu  $V_2O_5nH_2O$  sluoksniu laikomas, kai jo storis siekia apie 1 – 1,5 µm. Šiuo atveju medžiagos sluoksnis užtepamas ant kristalo paviršiaus ir paliekamas džiūti.

2.5 paveiksle pavaizduotas bandinys su metalizuotu paviršiumi ir  $V_2O_5nH_2O$  sluoksniu.



Vanadžio pentoksido kserogelio sluoksnis

2.5 pav. Tiriamasis bandinys su metalizuotu paviršiumi.

Pirmiausiai dalis kristalo paviršiaus padengiama metalo sluoksniu. Buvo naudojamas aliuminis. Po to ant metalo buvo galima tepti vanadžio pentoksido kserogelį. Kaip ir ant kristalo paviršiaus, pavyksta užtepti tiek ploną, tiek storą sluoksnį.

# 2.3 Džiūvančio vanadžio pentoksido gelio įtaka paviršinės bangos sklidimui.

#### a) storas sluoksnis ant laisvo paviršiaus

Grandinių analizatoriumi matuojamas paviršinių akustinių bangų silpimo ir fazės kitimas džiūstant storam (1 – 1,5 µm storio) vanadžio pentoksido sluoksniui. Pirmiausiai buvo pamatuota PAB praėjimo charakteristika, kai bandinio paviršius buvo švarus. Esant rezonansiniam PAB keitiklio dažniui (*f* = 86,5 MHz, *d* = 40 µm) akustinės bangos slopinimas yra mažiausias (2.6 pav.). Ant bandinio paviršiaus užtepus vanadžio pentoksido V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O gelio sluoksnį (sluoksnio plotis bangos sklidimo kryptimi yra 3-4 mm), akustinė banga yra visiškai nuslopinta ir priimamajame keitiklyje PAB signalas nepriimamas. PAB signalas nuslopinamas todėl, kad paviršinės akustinės bangos energija išspinduliuojama į vandeninį V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> užteptą sluoksnį. Džiūstant sluoksniui priėmimo keitiklyje atsiranda PAB signalas.





Atsiradus signalui matuojamos akustinės bangos praėjimo ir fazės laikinės priklausomybės. Matavimai atliekami esant keitiklio rezonansiniam dažniui (86,5 MHz). Matavimų rezultatai parodyti 2.7 a) paveiksle:



2.7 pav. a) Amplitudės ir fazės laikinės priklausomybės džiūnant storam V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksniui. b) Teorinės paviršinių akustinių bangų silpimo ir santykinio greičio pokyčio priklausomybės nuo paviršiaus laidumo.

Signalas priimamajame keitiklyje atsirado praėjus 20 minučių po V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnio užtepimo. Tuo momentu ir pradėti matavimai. Kaip matome signalo amplitudė didėja, o fazė mažėja. Per 4 valandas signalo amplitudė padidėjo apie 7 dB, o fazė sumažėja apie 120 laipsnių. Šiuos slopinimo ir fazės kitimus aiškiname V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnio laidumo didėjimu jam džiūstant. Kaip matome iš teorinių slopinimo ir fazės priklausomybių (2.7 b) nuo kristalo paviršiaus laidumo, mūsų atvejis atitiktų kreivių eigą didėjant kristalo paviršiaus laidumui, dešinėje slopinimo maksimumo pusėje (paryškintos kreivių dalys).

Akustinės bangos amplitudės ir fazės kitimo priklausomybės nuo aplinkos santykinio drėgnio pavaizduotos 2.8 a) paveiksle. Matavimai atlikti praėjus 5 valandom po sluoksnio užtepimo. Pavyzdėlis buvo patalpintas po stikliniu gaubtu (tūris apie 5 dm<sup>3</sup>) ir drėgmė buvo keičiama, patalpinus drėgną sugeriamojo popieriaus lapą. Santykis drėgnis buvo matuojamas Vaisala firmos drėgnomačiu HMT333. Drėgmės kitimo greitis buvo keli procentai per minutę.



2.8 pav. a) Akustinės bangos amplitudės ir fazės priklausomybės nuo drėgmės. Drėgmė didinama nuo 30 iki 80 %; b) Teorinės paviršinių akustinių bangų silpimo ir santykinio greičio pokyčio priklausomybės nuo normuoto paviršiaus laidumo.

Buvo siekiama išsiaiškinti, kaip keisis akustinių bangų amplitudės ir fazės laikinės priklausomybės, kai keisis drėgmė aplinkoje. Paprastai santykinis drėgnis kambaryje yra apie 35 %. Kaip matome, didėjant drėgmei PAB praėjimas blogėja, o fazė mažėja. Pakitus santykiniam drėgniui nuo 35 iki 80 %, akustinės bangos slopinimas padidėjo 3 dB, o fazė sumažėjo apie 120 laipsnių. Atsižvelgiant į teorines priklausomybes 2.8 b) paveiksle kitimus galima aiškinti V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnio laidumo didėjimu didėjant drėgmei [10], tik šiuo atveju matyti, kad kitimai vyksta kairėje slopinimo maksimumo pusėje (paryškintos kreivių dalys 2,8 b).

Norėdami pademonstruoti jutiklio atsako greitį į staigų drėgmės pokytį, pasiekus 80 % santykinį drėgnį (Relative humidity – RH), gaubtas buvo staigiai nukeltas. Drėgmė šuoliškai pakito nuo 80 % iki 33 %. Laikinės PAB amplitudės ir fazės charakteristikos, nukeliant gaubtą pavaizduotos 2.9 paveiksle. Kaip matome atsako trukmė yra apie 0,3 sekundės. Tai kaip drėgmės jutikliui yra labai greitas atsakas. Slopinimo vertė nukėlus gaubtą praktiškai grįžo į pradinę vertę 23,5 dB. Fazės kitimas visiškai neatsistatė.





Senėjant vanadžio pentoksido sluoksniui slopinimo ir fazės kitimas mažėjo, kai buvo didinama drėgmė. Po 2 – 3 mėnesių PAB slopinimas didėjant drėgmei pakeitė ženklą, tai yra didėjant santykiniam drėgniui, bangos praėjimas gerėjo. Matavimo rezultatai parodyti 2.10 paveiksle. Šios priklausomybės išmatuotos praėjus trims mėnesiams po vanadžio pentoksido sluoksnio užnešimo.



2.10 pav. Akustinės bangos amplitudės ir fazės priklausomybės nuo drėgmės praėjus 3 mėn. po sluoksnio užnešimo.

Kaip matome didėjant drėgmei akustinės bangos praėjimas gerėja priešingai negu ankstesniuose matavimuose. Fazės kitimo eiga parodo, kad sluoksnio laidumas taip pat didėja. Palyginus kitimus su teorinėmis priklausomybėmis (2,7 b) matyti, kad kitimai vyksta dešinėje slopinimo maksimumo pusėje, panašiai kaip sluoksniui džiūstant. Šie matavimai parodo, kad praėjus kažkuriam laikui (2 – 3 mėn. po sluoksnio užnešimo), tikėtina, kad pasikeičia sluoksnio struktūra, kas ir lemia skirtingą PAB reakciją į drėgmės poveikį.

2.11 paveiksle parodyta, kaip keičiasi akustinės bangos amplitudė ir fazė, kai aplinkos santykinis drėgnis sumažinamas nuo 82 % iki 25 %. Matyti, kad įneštinių nuostolių ir fazės vertės atsistato prie pradinių verčių.



2.11 pav. Akustinės bangos amplitudės ir fazės priklausomybės, kai staigiai keičiasi aplinkos santykinis drėgnis.

#### b) plonas sluoksnis ant laisvo paviršiaus

Šiuo atveju kristalo paviršius buvo padengtas plonu vanadžio pentoksido sluoksniu. Plonas sluoksnis buvo gaunamas, uždėjus vanadžio pentoksido lašą ant kristalo paviršiaus tarp keitiklių ir centrifuguojant. Centrifugos sukimosi greitis 1500 aps./min. Tokiu būdu pagaminto vanadžio sluoksnio storis buvo apie 50 – 80 nm. Matavimai atlikti atomo jėgos mikroskopu Innova (Veeco Inc, JAV), virpančiojo zondo režimu (*angl. tapping mode*).

Paviršinių akustinių bangų slopinimo kitimo priklausomybės nuo dažnio skirtingais laiko momentais, esant plonam vanadžio pentoksido sluoksniui, pavaizduotos 2.12 pav. Priešingai negu storo sluoksnio atveju PAB slopinimas didėjo.



Dažnis f, MHz

2.12 pav. PAB praėjimo per bandinio paviršių charakteristikos skirtingais laiko momentais. Vanadžio sluoksnis plonas.

Fazės ir amplitudės kitimas per pirmąsias 15 minučių pavaizduotas 2.13 paveiksle. Kaip matome slopinimas ir fazė labai greitai kinta. Per 15 min. slopinimas padidėjo 3,5 dB, o fazė pakito nuo 25 laipsniais.





Septynių valandų trukmės matavimai pavaizduoti 2.14 a paveiksle. Slopinimo vertė per šį laiką pakinta nuo -23 dB iki - 30 dB, pereidama slopinimo minimumą – 34 dB. PAB fazė monotoniškai mažėja. Pasinaudodami teorinėmis priklausomybėmis (2.14 b pav.), galime teigti, kad šiuo atveju kitimai vyksta mažų paviršiaus laidumų srityje (į kairę nuo slopinimo maksimumo). Kadangi vanadžio pentoksido sluoksnis yra plonas, tikėtina, kad jo laidumas yra mažas, priešingai negu esant storam sluoksnio storiui. Taigi šiuo atveju mes esame kairėje slopinimo maksimumo pusėje. Senstant V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksniui, laidumas didėja, kaip ir storo sluoksnio atveju ir pereina vertę, kuri atitinka maksimalų PAB slopinimą, todėl mes matome slopinimo maksimumą. Numatoma PAB slopinimo ir fazės eiga paryškinta 2.14 b paveiksle.



2.14 pav. a) Akustinės bangos amplitudės ir fazės per pirmąsias 7 valandas užnešus V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnį. b) Teorinės paviršinių akustinių bangų silpimo ir santykinio greičio pokyčio priklausomybės nuo paviršiaus laidumo.

2.15 paveiksle parodyta, kad signalo amplitudė praktiškai per savaitę nepasikeitė. Praktiškai plonam sluoksniui fazės ir slopinimo kitimas vyko per pirmąsias 7 valandas nuo V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnio užnešimo.



2.15 pav. PAB praėjimo per bandinio paviršių kitimas savaitės bėgyje.

PAB amplitudės ir fazės atsakas į drėgmės kitimą ploname vanadžio pentoksido sluoksnyje praėjus parai po sluoksnio užnešimo pavaizduotas 2.16 pav. Matome, kad didėjant drėgmei, praėjimas gerėja, o fazė mažėja. Esant storam V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksniui tokios eigos priklausomybės buvo stebimos praėjus 2 – 3 mėnesiams. Tikėtina, kad struktūros pokyčiai ploname vanadžio pentoksido sluoksnyje įvyksta per trumpesnį laiką



2.16 pav. Slopinimo ir fazės kitimas nuo drėgmės ploname sluoksnyje.

Atsakas į staigų drėgmės pokytį pavaizduotas 2.17 paveiksle. Matome, kad slopinimo ir fazės vertės atsistato prie pradinių verčių.



2.17 pav. Akustinės bangos amplitudės ir fazės priklausomybės, kai santykinis drėgnis pakinta nuo 84 iki 55 %.

# 2.4 Metalizuoto paviršiaus įtaka paviršinės akustinės bangos sklidimui su V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksniu

#### a) storas V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>'nH<sub>2</sub>O sluoksnis

Pjezoelektriniu kristalu sklindanti PAB yra lydima akustinės bangos sukurto elektrinio lauko. Sklindanti akustinė banga gali sąveikauti su medžiaga, dengiančia kristalo paviršių, tiek elektriškai (per bangos sukurtą elektrinį lauką), tiek mechaniškai (dėka plėvelės deformacijos). Sąveika su sluoksniu per akustinės bangos sukurtą elektrinį lauką, vadinama akustoelektrine sąveika. Padengus pjezoelektrinio kristalo paviršių laidžia plėvele (plonu metalo sluoksniu), akustinės bangos sukurtas laukas yra panaikinamas, kartu panaikinama ir akustoelektrinė sąveika.



2.18 pav. PAB praėjimo per bandinio metalizuotą paviršių charakteristikos. 1 – švarus paviršius; 2 – 2 min. po sluoksnio užnešimo; 3 - 30 min. po sluoksnio užnešimo.

2.18 paveiksle parodytos PAB praėjimo charakteristikos, kai kristalo paviršius padengtas aliuminio plėvele ir ant jos užteptas (storas) vanadžio pentoksido sluoksnis. Matome kol vanadžio pentoksido sluoksnis neišdžiūvęs, akustinė banga yra absorbuojama – 2 kreivė. Išdžiūvus sluoksniui praėjimas labai staigiai pagerėja. Palyginus su švariu paviršium bangos praėjimas pablogėjo tik apie 3 dB, kai tuo tarpu ant nemetalizuoto paviršiaus pablogėjimas buvo apie 20 dB. Matome, kad akustinės bangos elektrinio laiko ekranavimas žymiai pagerina PAB praėjimą. Taigi mes laikome, kad laisvame paviršiuje pagrindinė akustinės bangos sąveika su V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O plėvele vyksta dėl akustoelektrinės sąveikos.

Akustinės bangos praėjimo charakteristikos kelių dienų intervale pavaizduotos 2.19 paveiksle:



2.19 pav. PAB praėjimo per bandinio metalizuotą paviršių su  $V_2O_5$ ·n $H_2O$  sluoksniu charakteristikos. 1 – 30 min. po sluoksnio užnešimo; 2 –po 2 valandų; 3 – po 3 parų.

Santykinio drėgnio įtaka PAB praėjimui ir fazei pavaizduota 2.20 paveiksle. Santykiniam drėgniui RH pakitus nuo 27 % iki 80 %, akustinės bangos slopinimas padidėjo 2,5 dB, o fazė pakito 120 laipsnių. Kadangi PAB bangos elektrinis laukas ekranuotas, šiuos kitimus galima aiškinti sluoksnio elastinių savybių kitimu, kintant drėgmei. Dėl sluoksnio masės pokyčio PAB slopinimas neturėtų kisti.



2.20 pav. Akustinės bangos amplitudės ir fazės priklausomybės nuo drėgmės.

PAB praėjimo ir fazės pokyčiai staigiai keičiantis santykiniam drėgniui parodyti 2.21 paveiksle:



2.21 pav. Akustinės bangos amplitudės ir fazės priklausomybės staigiai pakitus drėgmei.

Matavimai buvo pradėti atvėrus kamerą su bandiniu, kai santykinė drėgmė kameroje buvo 79 %. Tiek amplitudė, tiek fazė didėjo, kai santykinė drėgmė sumažėjo.

#### b) plonas V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnis

Panašūs eksperimentai kaip su storu vanadžio pentoksido sluoksniu ant metalizuoto paviršiaus buvo atliekami ir su plonu (užneštas centrifuga) V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksniu. PAB praėjimo charakteristikos pavaizduotos 2.22 paveiksle. Matome, kad plonas vanadžio pentoksido sluoksnis ant metalizuoto kristalo paviršiaus praktiškai nepakeičia bangos praėjimo. Tuo tarpu ant laisvo paviršiaus slopinimas didėjo ir pasiekė -34 dB praėjus 2 valandom po sluoksnio užtepimo. Taigi šį didelį slopinimo skirtumą priskiriame akustoelektriniam efektui.



2.22 pav. PAB praėjimo per metalizuotą bandinio paviršių charakteristikos. 1 – švarus paviršius; 2 – 5 min. po sluoksnio užnešimo ; 3 – 5 val. po sluoksnio užnešimo.

2.23 paveiksle pavaizduotos PAB slopinimo ir fazės kitimo priklausomybės per pirmąsias 3 valandas, užnešus ploną vanadžio pentoksido sluoksnį ant metalizuoto kristalo paviršiaus. Matome, kad slopinimas nesikeičia, o fazės kitimas yra nežymus.



2.23 pav. Akustinės bangos amplitudės ir fazės per pirmąsias 3 valandas užnešus ploną  $V_2O_5$ ·nH<sub>2</sub>O sluoksnį ant metalizuoto paviršiaus .

Su šiuo sluoksniu taip pat buvo atlikti matavimai, keičiant aplinkos santykinį drėgnį. Didėjant drėgmei, PAB praėjimas praktiškai nesikeitė (pakitus drėgmei nuo 40 iki 83 %) – sumažėjo 0,07 dB. Fazės kitimas irgi labai mažas – apie 2 laipsnius. Atsakas į staigų drėgmės pokytį parodytas 2.24 paveiksle. Galime teigti, kad plonas vanadžio pentoksido sluoksnis užneštas ant metalizuoto kristalo paviršiaus, senstant ar kintant drėgmei, paviršinės akustinės bangos sklidimui įtakos nedaro.



2.24 pav. PAB amplitudės ir fazės priklausomybės šuoliškai pakitus drėgmei. Plonas V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O sluoksnis ant metalizuoto kristalo paviršiaus.

### 2.5 Vakuumo įtaka vanadžio pentoksido plėvelės formavimuisi

Eksperimento tikslas buvo vanadžio pentoksido plėvelės formavimas atlikti sausoje aplinkoje. Tam tikslui jutiklis su V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·nH<sub>2</sub>O plėvele buvo patalpintas į vakuuminę kamerą. Buvo matuojamas PAB slopinimo ir fazės kitimas vakuuminėje kameroje, joje sukuriant žemą vakuumą (iki 10 kPa). Vanadžio pentoksido plėvelė ant kristalo paviršiaus buvo užtepama (stora plėvelė). Matavimai pradėti praėjus 10 min. po sluoksnio užtepimo, kai atsirado PAB signalas priėmimo šukose. PAB amplitudės ir fazės kitimas, traukiant orą iš kameros, pavaizduotas 2.25 paveiksle.



2.25 pav. a) PAB amplitudės ir fazės kitimas kuriant vakuumą vakuuminėje kameroje. b) Teorinės paviršinių akustinių bangų silpimo ir santykinio greičio pokyčio priklausomybės nuo paviršiaus laidumo.

Oras iš kameros pradėtas traukti praėjus 3 minutėms nuo matavimo pradžios. Matome, kad per pirmas tris minutes signalo amplitudė didėja, o fazė mažėja, kaip buvo stebima storo vanadžio pentoksido sluoksnio atveju ant laisvo kristalo paviršiaus (2.7 a pav.). Pradėjus traukti vakuumą, signalo praėjimas labai pagerėja (slopinimas nuo -30 dB pakito iki -16 dB). Traukiant orą signalo fazė didėja. Laikant, kad slopinimo ir fazės kitimą lemia akustoelektrinė sąveika, galima sakyti, kad traukiant orą vanadžio pentoksido plėvelės laidumas mažėja (teorinėje kreivėje procesas vyksta kairėje slopinimo maksimumo pusėje 2.25 b pav.).

Išlaikius pavyzdėlį savaitę vakuume signalo praėjimas nuo -16 dB pablogėjo iki -18 dB. Vakuuminė aparatūra buvo įjungiama ryte (oras traukiamas 5 valandas) ir paliekama iki sekančios dienos ryto ir procedūra vėl kartojama. Vakuumas kameroje per naktį nukrisdavo ir signalo praėjimas nedaug pablogėdavo. Traukiant orą jis pagerėdavo. PAB amplitudės kitimas atliekant šiuos matavimus pavaizduotas 2.26 paveiksle.



2.26 pav. Akustinės bangos amplitudės laikinės priklausomybės atliekant matavimus vakuume. 1 – oras traukiamas iš kameros, 2 – oras įleidžiamas į kamerą.

Savaitę išlaikius jutiklį vakuume, oras buvo įleistas į vakuuminę kamerą (kreivė a paveiksle 2.26). įleidus orą PAB praėjimas sumažėjo iki -26 dB ir pavyzdėlis parai buvo paliktas ore. Išbuvus parą ore PAB praėjimas pagerėjo iki -22 dB. Vanadžio pentoksido sluoksnio laidumas ore didėjo, kaip ir buvo tikėtasi (2.7 a pav.). Traukiant orą (kreivė b 2.26 paveiksle, o išdidinta 2.27 paveiksle) PAB slopinimas didėjo (nuo -22 dB iki -30 dB), priešingai negu ankstesniais atvejais, kai praėjimas gerėdavo. Vėl įleidus orą ir išlaikius pavyzdėlį dvi paras ore, slopinimas sumažėjo nuo -22 dB iki -20 dB. Tolimesni matavimai traukiant orą parodė, kad PAB praėjimas visada pablogėja. Galima sakyti, kad pakankamai laiko sluoksnis išbuvęs ore (šiuo atveju parą, kai prieš tai jis išbuvo savaitę vakuume) pakeičia savo savybes. Vanadžio pentoksido plėvelės laidumas traukiant orą ir šiuo atveju mažėja (slopinimas didėja) tik procesai vyksta didesnėje sluoksnio laidumų srityje, dešinėje slopinimo maksimumo pusėje. Buvo tikėtasi, kad pavyzdėlį išlaikius ilgą laiką vakuume, PAB slopinimas bus mažas, tačiau išnešus pavyzdėlį į kambario aplinką, slopinimas vėl padidėja.



2.27 pav. PAB amplitudės ir fazės kitimas kuriant vakuumą vakuuminėje kameroje. Išdidinta kreivė b 2.26 paveiksle.

# 3. Išvados

- 1. Džiūstant  $V_2O_5$  nH<sub>2</sub>O plėvelėms ant laisvo kristalo paviršiaus, jų laidumas didėja.
- 2. Paviršinės akustinės bangos slopinimas V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nH<sub>2</sub>O plėvelėms džiūstant didėja arba mažėja priklausomai nuo pradinio plėvelės storio.
- 3. Pagrindinis sąveikos mechanizmas tarp paviršinės akustinės bangos ir vanadžio pentoksido sluoksnio yra akustoelektrinė sąveika.
- Paviršinių akustinių bangų drėgmės jutikliuose V₂O₅ nH₂O plėvelė, kaip jautrus drėgmei sluoksnis, naudoti netinkamas.

# 4. Literatūros sąrašas

1. W. S. Wang, C. J. Tsai, and C. C. Ma, *Qualitative and quantitative analysis of surface-acoustic-wave-based ultraviolet photodetectors*, J. Appl. Phys. 114(6), 064911 (2013)

2. David Morgan, Surface Acoustic Wave Filters, 2nd Edition, 2007, 2 – 7 psl.

3. Lord Rayleigh *On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid*, Proc. London Math. Soc. (1885) Volume s1-17, issue 1.

4. Arthur A. Oliner, Eric A. Ash, G.W. Farnell, H.M. Gerard, A.A. Oliner, A.J. Slobodnik Jr., H.I. Smith, *Acoustic Surface Waves (Topics in Applied Physics),* reprint of the original 1st ed. 1978 Edition, 14 – 20 psl.

5. D. S. Ballantine, Jr., Robert M. White, S. J. Martin, Antonio J. Ricco, E. T. Zellers, *Acoustic Wave Sensors: Theory, Design, & Physico-Chemical Applications*, 1st Edition, 1996, 83 – 88 psl.

6. Campbell J. J., Jones W. R., A method for estimating optimal crystal cuts and propagation directions for excitation of piezoelectric surface waves, IEEE Trans. Son. Ultrason. –1968, Vol.15, 209 – 217 psl.

7. C. Jeffrey Brinker, George W. Scherer, *Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*, Gulf Professional Publishing, 1990, 9 psl.

8. J. Livage, Vanadium pentoxide gels, Chem. Mater., 1991, 3 (4), 578-593 psl.

9. Valeri Petkov, Pantelis N. Trikalitis, Emil S. Bozin, Simon J. L. Billinge, Thomas Vogt, and Mercouri G. Kanatzidis, *Structure of V*<sub>2</sub>O<sub>5</sub>· $nH_2O$  Xerogel Solved by the Atomic Pair Distribution Function Technique, J. Am. Chem. Soc., 2002, 124 (34), 10157–10162 psl.

10. Jacques Livage, *Optical and electrical properties of vanadium oxides synthesized from alkoxides*, Coordination Chemistry Reviews190–192 (1999) 391–403 psl.

#### Summary

#### Andrius Didžbalis

#### Investigation of vanadium pentoxide hydrate films using surface acoustic waves

Due to high humidity sensitivity and small size, surface acoustic wave (SAW) sensors have attracted much attention. Surface acoustic waves travel in surface region of the piezoelectric propagation medium. When properties of that surface region changes, acoustic waves are affected. Change can be evoked by interaction between SAW propagation medium and humidity in the surroundings. We can observe that change in acoustic attenuation and phase velocity.

 $V_2O_5 \cdot nH_2O$  xerogel was used for fabrication of humidity sensitive layers.  $V_2O_5 \cdot nH_2O$  has good electrical properties. Therefore it has a potential application for chemical sensors. YZ-LiNbO<sub>3</sub> was a piezoelectric propagation medium for surface acoustic waves. SAW generated by interdigtal transducers placed on the surface of lithium niobate. Circuit analyzer showed frequency which is best suited for generation of SAW. Two samples with different humidity sensitive layers (thick was about 1 to 1,5  $\mu$ m thickness and thin was about 50 to 80 nm thickness) were used for investigation of acoustic attenuation and phase velocity when humidity in air was changing. Two samples gave different results and followed theoretical model. The exception was when sample with thick layer was exposed to increasing amounts of humidity (2.8 pav.). Measurements showed a large change of surface conductivity. Reason for that cannot be deduced from theoretical model. Further investigation is needed.

The reason for acoustic attenuation and phase velocity changes was investigated. It was assumed that the main cause was acoustoelectric effect. We verified it by screening electric field from humidity sensitive layer with aluminum.

Lastly, lithium niobate sample with thick humidity sensitive layer was repeatedly put in and out vacuum for one month and three weeks. The aim of this was try to create humidity sensor with stable and predictable response of acoustic attenuation for humidity change. However acoustic attenuation and phase velocity changes between measurements were too big. Attempt to make humidity sensor with  $V_2O_5$ ·nH<sub>2</sub>O xerogel as a humidity sensitive layer was unsuccessful.