

# Eine Resonanzmethode zur Messung der Ultraschallabsorption in ferromagnetischen Proben

Von H. J. GOEHLICH

Aus dem II. Physikalischen Institut der Universität Köln  
(Z. Naturforsch. 13 a, 90—98 [1958]; eingegangen am 23. November 1957)

Herrn Professor Dr. L. BERGMANN zum 60. Geburtstag gewidmet

Es wird eine Resonanzmethode beschrieben, mit der im Bereich um  $10^7$  Hz Schallabsorption, Schallgeschwindigkeit und  $\Delta E$ -Effekt an kleinen plättchenförmigen Proben aus ferromagnetischen Stoffen bestimmt werden können. Die Frage des akustischen Kontaktes und das Auftreten mehrfacher Resonanzen infolge des räumlichen Charakters der Schwingungen sind die Hauptschwierigkeiten der Methode. Es wird die eindimensionale Theorie des kombinierten Schwingers für den vorliegenden Fall gegeben und ihre Anwendbarkeit diskutiert.

Ferromagnetische Stoffe zeigen neben der auch von anderen Materialien her bekannten Schallabsorption noch einen weiteren Dämpfungsanteil, der durch die Mitwirkung magnetischer Prozesse verursacht ist. Diese Erscheinung und der eng mit ihr zusammenhängende sog.  $\Delta E$ -Effekt<sup>1</sup> ist bei Frequenzen von Bruchteilen eines Hertz bis etwa 100 kHz von zahlreichen Autoren untersucht, z. B.<sup>2, 3, 4</sup>, indem die Resonanz- oder Abklingkurven einfacher Schwingungssysteme (Torsionsdrähte, Biegestreifen usw.) beobachtet wurden.

Das Ergebnis ist bekanntlich, daß die magnetische Dämpfung einer Reihe von Teilursachen zugeschrieben wird, die sich hinsichtlich ihrer Abhängigkeit von Frequenz, Schwingungsamplitude und Magnetisierung unterscheiden. Die von BECKER und KORNETZKI<sup>5</sup> gefundene *elastische Hysterese* ist eine reine Eigenschaft der Spannungs-Dehnungskurve. Das durch sie bewirkte Dämpfungsdekrement ist daher frequenzunabhängig; es ändert sich aber mit der Amplitude. Ebenso verhalten sich die von OCHSENFELD<sup>6</sup> beschriebenen Verluste durch *Hysterese der pauschalen Magnetisierung*, mit dem Unterschied, daß sie nicht wie jene schon bei der Magnetisierung Null auftreten können. Die von KERSTEN<sup>7</sup> diskutierten Verluste durch *Makrowirbelströme* entstehen ebenfalls nur in magnetisierten Proben. Sie sind zum Unterschied von der Hysterese amplitudenunabhängig, steigen aber (unterhalb einer form-

abhängigen Grenzfrequenz) frequenzproportional an. Ihnen stehen die von BECKER<sup>8</sup> angegebenen *Mikrowirbelstrom*-Verluste gegenüber, die auf den lokalen Magnetisierungsschwankungen in einzelnen WEISSschen Bezirken beruhen. Die durch sie verursachten Verluste sind ebenfalls amplitudenunabhängig, treten aber auch im pauschal unmagnetischen Zustand auf. Ihre Grenzfrequenz hängt nicht von der Probenform ab und liegt wesentlich höher als die der Makrowirbelströme. Die wirkliche Höhe dieser Grenzfrequenz ist nicht sicher bekannt; sie hängt davon ab, ob man als Mechanismus Wand- oder Drehprozesse in Betracht zieht.

Die Untersuchung der Mikrowirbelstromdämpfung führt bereits in das Megahertzgebiet, in das die erwähnten Meßmethoden wegen der Kleinheit der erforderlichen Resonanzschwinger nicht vordringen konnten. Erst die Ultraschall-Impulstechnik<sup>9</sup> ermöglichte solche Untersuchungen, die schon wegen der Frage der hochfrequenten Grenze des Ferromagnetismus von großem Interesse sind. Neben verschiedenen Messungen an Polykristallen, z. B.<sup>10, 11</sup>, liegen ausführlichere Untersuchungen an Ni-Einkristallen bis 100 MHz vor<sup>12, 13</sup>. Bezüglich der Deutung durch Wand- oder Drehprozesse<sup>14, 15</sup> scheint die Diskussion noch nicht abgeschlossen. Es ist auch nicht bekannt, wie weit bei diesen Frequenzen noch irreversible Prozesse hineinspielen, die nach einer Abschätzung von BECKER<sup>8</sup> gerade in diesem Fre-

<sup>1</sup> E. GIEBE u. E. BLECHSCHMIDT, Ann. Phys., Lpz. (5) 11, 905 [1931].

<sup>2</sup> W. MÖBIUS, Phys. Z. 33, 411 [1932].

<sup>3</sup> S. SIEGEL u. S. L. QUIMBY, Phys. Rev. 49, 663 [1936].

<sup>4</sup> W. T. COOKE, Phys. Rev. 50, 1158 [1936].

<sup>5</sup> R. BECKER u. M. KORNETZKI, Z. Phys. 88, 634 [1934].

<sup>6</sup> R. OCHSENFELD, Z. Phys. 143, 357 [1955].

<sup>7</sup> M. KERSTEN, Z. techn. Phys. 15, 463 [1934].

<sup>8</sup> R. BECKER, Phys. Z. 39, 856 [1938].

<sup>9</sup> F. A. FIRESTONE, J. Acoust. Soc. Amer. 17, 287 [1945].

<sup>10</sup> J. DE KLERK, Nature, Lond. 168, 963 [1951].

<sup>11</sup> R. L. RODERICK u. R. TRUETT, J. Appl. Phys. 23, 267 [1952].

<sup>12</sup> S. LEVY u. R. TRUETT, Rev. Mod. Phys. 25, 140 [1953].

<sup>13</sup> S. LEVY, Ph. D. Thesis, Brown University 1952.

<sup>14</sup> W. P. MASON, Rev. Mod. Phys. 25, 136 [1953].

<sup>15</sup> R. OCHSENFELD, Z. Phys. 143, 375 [1955].



quenzgebiet anfangen sollten auszufallen. Bei sehr hohen Frequenzen muß schließlich die *Spin-Präzession* als weitere Absorptionsursache wirksam werden, indem die scheinbare Masse und eine zusätzliche Bremsung der BLOCH-Wände ins Spiel kommen, vgl. z. B. <sup>16</sup>. Experimentell ist dieser Dämpfungsanteil bisher nicht nachgewiesen.

## 1. Aufgabenstellung

Angeichts der zahlreichen ungeklärten Fragen bestand die Absicht, durch Untersuchungen an weiterem Material einen Beitrag zur Frage des Absorptionsmechanismus bei hohen Frequenzen zu geben. Als Meßmethode steht heute das Impulsverfahren in Form kommerzieller Geräte zur Verfügung. Da sich gegen diese Methode gewisse Einwände erheben lassen (Mitmessung aller Streuverluste, große Amplitude, Notwendigkeit relativ großer Materialproben), sollte daneben geprüft werden, ob sich nicht auch die Resonanzmethode auf hohe Frequenzen ausdehnen läßt. Ein geeignetes Resonanzverfahren soll im folgenden beschrieben werden. Die Methode bietet in der Tat bei relativ kleinem apparativem Aufwand den Vorteil, mit sehr kleinen Proben auszukommen. Sie arbeitet mit einer streng definierten Amplitude und Frequenz und mißt mindestens einen Teil der Streuverluste nicht mit, die in jede Impulsmessung eingehen. Die elastischen Spannungsamplituden (bis herab zu 0,02 kp/cm<sup>2</sup>) liegen weit unter denen der üblichen Schallimpulse. Dies kann bei der Frage einer Amplitudenabhängigkeit wichtig sein. Den Vorteilen stehen gegenüber die erheblich höheren Anforderungen an die Probenform und die akustische Kontaktschicht sowie eine mühsamere Auswertung.

## 2. Mehrfachresonanzen

Eine Resonanzmethode im MHz-Bereich hat es nicht mehr, wie bei tiefen Frequenzen, mit eindimensionalen Schwingungen zu tun. Schon aus Gründen der Meßempfindlichkeit lassen sich keine Schwinger verwenden, von denen zwei Dimensionen klein gegen die Wellenlänge sind. Im vorliegenden Fall wurden Proben in Form dünner Kreisplatten (z. B. 12,5 mm

Durchmesser, Dicke um 1 mm) benutzt, indem je zwei von ihnen mit einer  $x$ -Quarzplatte zu einem symmetrischen Schwinger verbunden werden. Die Schwingungen werden elektrisch angeregt und durch Beobachtung des aufgenommenen HF-Stromes gemessen.

In jedem Teil des kombinierten Schwingers entsteht nun von jedem Wellentyp (longitudinal, transversal) gemäß den Anregungs- und Grenzbedingungen eine dreidimensionale Folge von Schwingungen, die außerdem durch Querkontraktion bzw. gemischte elastische Koeffizienten des Quarzes miteinander „gekoppelt“ sind. Es resultiert ein sehr kompliziertes Spektrum von Eigenfrequenzen, das im einzelnen nicht analysierbar ist. Indessen lassen sich einige allgemeine Züge erkennen, die auch vom theoretischen Standpunkt aus plausibel sind. Die einzelnen Resonanzen liegen um so dichter, je größer die Schwingerdimensionen gegen die Wellenlänge sind; umgekehrt treten infolge von Entartung um so weniger Schwingungen auf, je höher der Grad von Symmetrie des Schwingers ist. Eine „reine“ longitudinale Dicken-schwingung allein kann prinzipiell nicht auftreten (vgl. hierzu etwa die von AGGARVAL <sup>17</sup> angegebenen Schwingungsformen einer isotropen Kreisplatte). Statt dessen erscheint meist ein Hauptmaximum in unmittelbarer Nähe der zu erwartenden Dicken-Eigenfrequenz mit „Trabanten“ zu beiden Seiten.

Die Erscheinungen wurden qualitativ an einem vergrößerten Schwingermodell mit Hilfe von Lycopodium studiert. Man erkennt im Bereich der Dickenresonanz eine heftige Bewegung des Pulvers normal zur Platte, daneben aber ein Netzwerk unregelmäßiger Knotenlinien, die bei Frequenzvariation im einzelnen rasch wechselnde Anordnungen <sup>18</sup>, im ganzen aber stets den gleichen Charakter bieten. Für die Auswertung hat sich die einfache Vorstellung bewährt, daß die ursprünglich angeregte Dickenfrequenz durch die Mitwirkung anderer Schwingungen modifiziert wird und in viele „dicken-schwingungs-ähnliche“ Resonanzen aufspaltet, daß aber die elektrische Rückwirkung und damit die Höhe der jeweiligen Resonanzlinie um so größer ist, je stärker die Dickenkomponente überwiegt.

<sup>16</sup> C. KITTEL, Phys. Rev. **80**, 918 [1950].

<sup>17</sup> R. R. AGGARVAL, J. Acoust. Soc. Amer. **24**, 463, 663 [1952].

<sup>18</sup> Die gleiche Erscheinung beobachteten SCHAEFER und BERGMANN bei ihren Lichtbeugungsversuchen an schwingenden

Glaskörpern (S.B. Berliner Akad. Wiss. Phys. math. Kl. XIV, 222 [1935]) in Form des „Szintillierens“ der Beugungspunkte.

Die Modellversuche haben auch dazu geführt, statt der technisch einfacheren unsymmetrischen Schwin- gerform (Quarz mit einseitiger Probe) den symme- trischen Doppelschwinger zu verwenden, weil bei dem ersteren starke Biegeschwingungen angeregt werden, die eine kaum zu überwindende Komplika- tion des Spektrums bedeuten.

Für die Auswertung ist die ausnahmslos bestätigte experimentelle Tatsache wesentlich, daß alle Teil- resonanzen in der Nähe eines Maximums praktisch die gleiche Dämpfung haben. Auch dies ist nach der obigen Vorstellung verständlich, daß alle Schwin- gungen, die in der Nähe einer Dickenresonanz elek- trisch nachgewiesen werden, sehr „dickenschwin- gungsähnlich“ sind und sich voneinander nur durch Feinheiten der Querbewegung unterscheiden.

### 3. Versuchsanordnung

Die Versuchsanordnung zeigt Abb. 1. Der Quarz Q mit den aufgeklebten Proben befindet sich in einer besonderen Halterung zwischen den Polen eines Elektromagneten. Er ist an eine Brückenordnung Br, bestehend aus  $R_1 = R_2$ , Q und C angeschlossen,

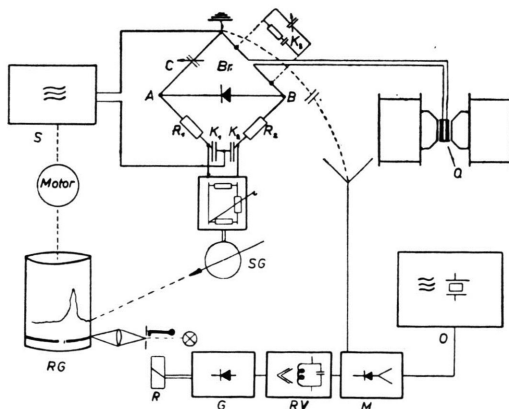


Abb. 1. Versuchsanordnung.  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  sind Sperrkonden- satoren für Gleichstrom.

mit der man den Blindstrom der statischen Kapazi- tät  $C'$  des Quarzes kompensiert ( $C = C'$ ). In der Nähe der Resonanz des Schwingers tritt ein zusätz- licher Leitwert  $\mathcal{G}$  parallel zu  $C'$  auf, der eine Span- nung  $u$  zwischen A und B erzeugt. Diese wird mit einer Ge-Diode gleichgerichtet und über Siebglieder und Empfindlichkeitsregler dem Spiegelgalvanometer SG zugeführt. Ein Motor treibt zugleich den Fre- quenzvorschub des Senders S und das Registrier-

gerät RG. Eine hohe Genauigkeit der Frequenz- messung, wie sie speziell der  $\Delta E$ -Effekt erfordert, wird durch eine Grob- und Feinmarkierung der Fre- quenz erreicht. Die Grobmarkierung (in der Figur nicht gezeichnet) gibt bei jeder Umdrehung des Sender-Feintrieb es eine Marke auf das Papier. Sie dient dazu, Frequenzabstände innerhalb eines Durch- laufs mit etwa 1% Genauigkeit zu bestimmen. Zum Vergleich *verschiedener* Registrierungen dient die Feinmarkierung. Sie zeichnet jeweils einen Frequenz- Fixpunkt mit einer Genauigkeit von etwa  $10^{-4}$  ein. Dazu wird die Senderfrequenz mit einer Eichfrequenz des Quarzoszillators O gemischt (Mischstufe M), die Differenzfrequenz über einen tonfrequenten Re- sonanzverstärker RV gegeben und gleichgerichtet (G). Kurz vor und nach Schwebungsnull wird durch das Relais R ein Lichtstrahl unterbrochen und so der Fixpunkt aufgezeichnet. Von ihm aus lassen sich dann alle Frequenzen mit Hilfe der Grobmarken festlegen.

Die Spannungsamplitude  $|u|$  zwischen A und B ist dem Betrag des Leitwerts  $|\mathcal{G}| = |G + iY|$  an- nähernd proportional. Ist nämlich  $U$  die Speisespan- nung der Brücke, so wird, wenn  $G$  und  $Y$  genügend klein sind,  $G \ll 1/R_1$ ,  $Y \ll \omega C$ ,

$$|u| \approx |\mathcal{G}| U R_1 (\omega^2 C^2 R_1^2 + 1)^{-1}.$$

Die Gleichrichtung ist für kleine Amplituden nahezu quadratisch, so daß die aufgezeichneten Resonanz- kurven etwa die Größe  $|\mathcal{G}|^2$  wiedergeben. Die An- zeige hängt von verschiedenen Parametern ab (vgl. Abschn. 7) und wird von Fall zu Fall neu geeicht. Dies geschieht im Prinzip dadurch, daß der Quarz durch seine statische Kapazität  $C'$  mit einem paral- lelen OHmschen Leitwert ersetzt wird.

Die Halterung der Schwinger zwischen den Magnet- polen erfordert besondere Sorgfalt, weil sie eine zusätz- liche und u. U. mit dem Magnetfeld veränderliche Dämpfung des Schwingers bewirken kann. Eingehende Druckversuche mit verschiedenen Halterungsformen führten schließlich zu der in Abb. 2 wiedergegebenen Anordnung. Der Schwinger, bestehend aus Quarz Q und 2 Proben Pr klemmt leicht zwischen den Messing- halterungen HR mit Dreikantprofil, die gleichzeitig als Elektroden dienen. Die Ringe sind seitlich durch 2 Plexi- glasringe PR fixiert und von den Magnetpolen M—M durch 2 Isolierscheiben Js getrennt. Eine flache Spule Sp dient der fluxmetrischen Messung der Induktion durch die Probe. Beim Zusammendrücken der Halte- ringe (gemessen bis 2 kp) ist praktisch keine Absorp- tionsänderung der Schwinger (die natürlich für diesen Versuch keine Druckabhängigkeit der Dämpfung haben dürfen) bemerkbar: sie bleibt unter 0,05 db/cm ( $< 1$  bis 2% der normalen Absorptionswerte).



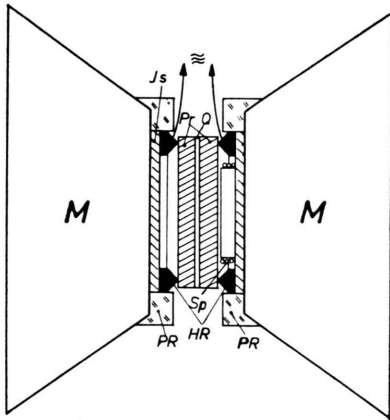


Abb. 2. Schwinghalterung.

#### 4. Herstellung der Schwinger

Wie schon eingangs erwähnt, sind die Anforderungen an die Probenform aus akustischen Gründen sehr hoch. Jede Abweichung von der idealen Kreisplattenform, besonders in Dickenrichtung, führt zu einer unentwirrbaren Komplizierung des Spektrums oder zu nicht reproduzierbaren Ergebnissen. Die Formabweichungen sollen klein gegen die Wellenlänge, einigen Zehntelmillimetern, bleiben. Diesen Anforderungen an die Probenbearbeitung stehen diejenigen nach eindeutigen magnetischen Verhältnissen, besonders also möglicher Spannungsfreiheit gegenüber, zwei Bedingungen, die sich offenbar nur schwer gleichzeitig erfüllen lassen.

Es mußte deshalb viel Mühe auf die Technik einer geeigneten Probenherstellung verwendet werden. Die Proben wurden schließlich mit der Laubsäge aus dem im weichen Zustand angelieferten Blech herausgesägt oder mit der Trennscheibe von Rundmaterial abgeschnitten. Dann wurden sie zunächst durch grobes Schleifen von Hand auf verlangte Dicke und Durchmesser gebracht. Es hat sich nämlich erwiesen, daß selbst äußerst vorsichtiges Abdrehen mit kleinstem Span die weichen Materialien, speziell Ni, bis in große Tiefen verdirbt. Ein nachträgliches Abätzen ist aber wegen der Formveränderung nicht möglich. Die Feinbearbeitung auf genaue Parallelität der Oberflächen bis auf 2 bis 3  $\mu$  und auf noch bessere Ebenheit erfolgte in einer automatischen Läppmaschine, wie sie zur Herstellung von Piezoquarzen gebraucht wird. Das Verfahren liefert, gerade wie es die vorliegende Methode erfordert, mehrere Proben genau gleicher Dicke. Die Stücke sind nach der Behandlung feinmatt, aber im großen optisch plan, wovon man sich nach kurzem Polieren sofort überzeugt. Besonders spannungsempfindliches Material muß danach einer weiteren Wärmebehandlung in  $H_2$  unterzogen werden. Damit sich die Proben dabei nicht durch die

beginnende Rekristallisation verziehen, werden sie in einem besonderen Halter unter leichtem Druck (einige  $kp/cm^2$ ) gegläht.

Ebensolche Sorgfalt erfordert die Herstellung der Verbindung zwischen den Medien, weil der akustische Kontakt bei dieser Methode unmittelbar in die Messung eingeht. Aus bekannten Formeln<sup>19</sup> für den Schalldurchgang durch dünne Platten ergibt sich die Forderung, daß die Kittschicht einen Schallwiderstand gleich dem geometrischen Mittel aus Schallwiderstand von Quarz und Probe haben und gegenüber der Wellenlänge möglichst dünn sein sollte. Gerade weil die üblichen Kittsubstanzen Schallwiderstände haben, die weit von dem geforderten (etwa  $2,7 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2} \text{ g s}^{-1}$ ) abweichen, ist die letztere Forderung außerordentlich scharf: Eine Ölschicht von nur 1  $\mu$  Dicke zwischen zwei Fe-Schichten gibt z. B. bei 10 MHz bereits eine Durchlässigkeits-einbuße von 29%! Sehr dünne Kittschichten lassen sich aber andererseits nur auf ausgezeichnet ebenen und sauberen Oberflächen herstellen. Nach langen Versuchen mit verschiedenen Kittsubstanzen (Schellack, Zaponlack, Kanadabalsam usw.) und Flüssigkeiten (Alkohol, Wasser, Öle, Glycerin, Vaseline), die alle keine befriedigenden Ergebnisse brachten, gelang endlich eine brauchbare Lötverbindung mit einem speziellen Weichlot (auch eine dünne aufamalgamierte Hg-Schicht ist verwendbar). Ferner erwiesen sich für die meisten Fälle auch Salol und Phenylbenzoat<sup>11</sup> als sehr geeignete Kontaktsubstanzen.

Die Kittschicht kann im übrigen nicht nur Ursache einer ungenügenden Kopplung, sondern auch einer zusätzlichen Dämpfung sein. Offenbar rührt dies nicht von einer Absorption der durchlaufenden Druckwelle her — dazu ist die Schicht viel zu dünn —, sondern von der Scherviskosität der Kontaktschicht, die durch tangentialen Bewegungen der angrenzenden Oberflächen ins Spiel kommt. Orientierende Versuche mit verschiedenen Kontaktsubstanzen (Öl—Vaseline—Salol, flüssig—Salol, fest) zeigen große Unterschiede in der absoluten Größe der gemessenen Dämpfung (die bei Bestimmung von Dämpfungsänderungen in erster Näherung nicht wirksam werden). Erstarrendes Salol erlaubt den Dämpfungsunterschied flüssig—fest unmittelbar zu beobachten. Daß die jetzt verwendeten festen Kontaktsubstanzen nur sehr geringe Eigendämpfung haben können, ist damit bewiesen, daß an Einkristallen in der magnetischen Sättigung Absorptionswerte gemessen werden ( $\approx 0,1 \text{ db/cm}$ ), die an der Grenze des hier Meßbaren liegen.

#### 5. Die Registrierkurven

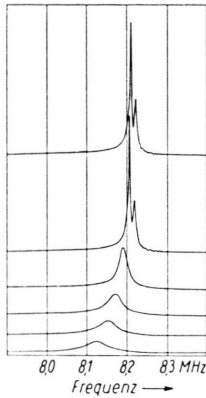
Das Ergebnis der Registrierungen liegt in Form von mehr oder weniger komplizierten Resonanzkurven vor. Mißt man, wie das bei unseren Untersuchungen meist geschehen ist, die Absorption in Abhängigkeit von der magnetischen Induktion  $B$ , so erhält man mit steigendem  $B$  Kurven, die bei gleichzeitiger Verschiebung des Maximums nach

<sup>19</sup> Siehe z. B. Lord RAYLEIGH, The Theory of Sound, Dover Publications, New York 1945.

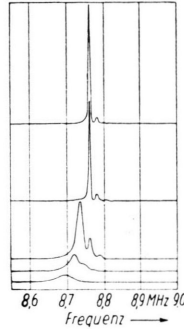


hohen Frequenzen ( $\Delta E$ -Effekt) immer höher und schmaler werden. Abb. 3 a zeigt ein Beispiel an polykristallinem Material.

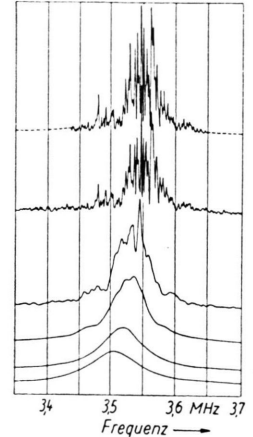
Aus der Aufspaltung im entdämpften Zustand erkennt man, daß auch das ursprüngliche, scheinbar einfache Maximum in Wirklichkeit aus mindestens zwei Komponenten besteht, die durch die Dämpfungsverbreiterung miteinander verschmelzen.



a) Permenorm 5000 H 3 (weich, polykrist.) bei magnetischer Induktion  $B=0-6-10-13-15-17$  kG (rohe Werte).



b) Ni-Einkristall (110) bei den Induktionen  $B=0-3,7-4,2-5,2-6,2$  kG.



c) Permenorm M 3601 (weich, grobkristallin) bei den Induktionen  $B=0-6,1-8,4-9,3-10,3-13,1$  kG.

Abb. 3. Resonanzkurven verschiedener Schwinger bei veränderlicher Magnetisierung.

Das Meßverfahren hat zur Folge, daß die Summe mehrerer nebeneinanderliegender Resonanzen nicht durch einfache Addition der Kurven zustande kommt, sondern durch Überlagerung der komplexen Resonanzströme. Bezeichnet  $A_l^2$  die Höhe des  $l$ -ten Maximums,  $\nu_l$  die zugehörige Resonanzfrequenz und  $b$  die allen gemeinsame Halbwertsbreite (s. Abschn. 2), so haben die einzelnen Resonanzströme in Abhängigkeit von der Frequenz  $\nu$  etwa die Form

$$\mathfrak{I}_l = A_l / [1 + i(2/b)(\nu - \nu_l)] .$$

Der Summenstrom ist

$$\sum \mathfrak{I} = \sum_l \frac{A_l}{1 + i \frac{2}{b} (\nu - \nu_l)} .$$

Nach der Gleichrichtung erhält man das Resonanzspektrum als Quadrat des Betrages:

$$\left| \sum \mathfrak{I} \right|^2 = \sum_l \left| \mathfrak{I}_l \right|^2 + \sum_{k \neq l} \frac{A_k A_l}{\left[ 1 + \left( \frac{\nu - \nu_k}{b} \right)^2 \right] \left[ 1 + \left( \frac{\nu - \nu_l}{b} \right)^2 \right]} \cdot \left( 1 + \frac{(\nu - \nu_l)(\nu - \nu_k)}{b^2} \right) ,$$

das sich von der einfachen Überlagerung der Kurven  $\sum |\mathfrak{I}|^2$  um das gemischte Glied unterscheidet.

Bei der Verschmelzung benachbarter Resonanzen entstehen Kurvenformen, wie sie von gekoppelten Systemen her bekannt sind. Da leider kein strenges Verfahren zur Analyse solcher mehrfacher Resonanzen

bekannt ist, wurden zur Auswertung gelegentlich berechnete Kurvenbilder der genannten Art als Vergleich herangezogen.

Abb. 3 b gibt Resonanzen an einem Einkristall wieder, bei denen die Resonanz im entdämpften Zustand praktisch einfach ist. Schließlich ist in Abb. 3 c das Spektrum eines grobkristallinen Stoffes (Korndurchmesser um  $70 \mu$ ) dargestellt, wo durch die große Zahl der inneren Grenzflächen ein sehr kompliziertes Spektrum entsteht. Auch in einem solchen Falle ist übrigens eine Abschätzung des Dämpfungsverlaufs noch möglich.

## 6. Eindimensionale Theorie des Schwingers

Obwohl der räumliche Charakter der Schwingungen offenbar ist, darf man nach den Überlegungen von Abschnitt 2 der Auswertung mit einigem Recht eine eindimensionale Theorie zugrunde legen. Der Quarz wird also als idealer Kolbenschwinger aufgefaßt; in den Proben sollen sich lediglich longitudinale Schwingungen in Achsenrichtung ausbilden.

Aus den Vierpolgleichungen des kombinierten Schwingers<sup>19</sup> folgt für den elektrischen Widerstand  $\Re$  des  $x$ -Quarzes (Fläche  $F$ , Dicke  $d$ , Schallwiderstand  $Z$ , Piezomodul für den longitudinalen Effekt  $e_{11}$ ), der beiderseits mit der akustischen Impedanz  $\mathfrak{B}$  belastet ist<sup>20</sup>

$$\Re = \frac{Q}{2} \frac{2(\mathfrak{B}/Z) \cos \varphi + i \sin \varphi [1 + (\mathfrak{B}/Z)^2]}{(\cos \varphi - 1) + i(\mathfrak{B}/Z) \sin \varphi} \quad (1)$$

mit  $Q = Z d^2 / e_{11}^2 F$ .

Hierbei ist  $\varphi = (2\pi/\lambda) d = (2\pi v/v) d$  ( $\lambda$ ,  $v$  Wellenlänge und Schallgeschwindigkeit im Quarz) der Phasenwinkel der Quarzstrecke, ein Maß für die Anregungsfrequenz  $v$ . Der Quarz ist – was in unseren Versuchen zulässig ist – als dämpfungsfrei angenommen:  $\varphi$  tritt als Argument trigonometrischer, nicht hyperbolischer Funktionen auf.

### 6.1. Abgestimmte Probe

Es sei nun, den Versuchsverhältnissen entsprechend, folgendes angenommen:

a) Die Dämpfung  $\vartheta$  der Probe (Dicke  $d_a$ , Absorptionskoeffizient  $\alpha$ ) sei klein:

$$\vartheta = \alpha d_a \ll 1. \quad (2)$$

b) Der Quarz werde nahezu in der Resonanzfrequenz  $v_n$  der  $n$ -ten Oberschwingung angeregt:  $\varphi(v_n) = n\pi$ ; ( $n = 1, 3, 5, \dots$ ), so daß man die Frequenz durch die kleine „Verstimmung“  $\eta = (v - v_n)/v_n \ll 1$  messen kann. Dann wird

$$\varphi(v) = n\pi(1 + \eta).$$

c) Die Probe sei nahezu „abgestimmt“, d. h. es haben in ihr nahezu  $m$  halbe Wellenlängen  $\lambda_a(v_n)$  Platz, wenn der Quarz in seiner  $n$ -ten Resonanz  $v_n$  schwingt:

$$d_a = (m + \varepsilon) \cdot \lambda_a/2; \quad \varepsilon \ll 1. \quad (3)$$

Der Phasenwinkel der Proben wird dann

$$\varphi(v) \approx \pi(m + \varepsilon + \eta m).$$

Die akustische Impedanz der Probe (Schallwiderstand  $Z_a$ )

$$\mathfrak{B} = Z_a \operatorname{Tg} \left( \alpha + i \frac{2\pi}{\lambda_a} \right) d_a = Z_a \operatorname{Tg}(\vartheta + i\varphi) \quad (4)$$

läßt sich in dieser Näherung ausdrücken durch

$$\mathfrak{B} \approx Z_a [\vartheta + i(\varepsilon + \eta m) \pi].$$

In Gl. (1) eingesetzt gibt das für  $\Re$  eine Resonanzkurve

$$\Re \approx \frac{Q}{2} \left\{ \vartheta \zeta + i \pi \left[ \zeta(\varepsilon + \eta m) + \frac{\eta n}{2} \right] \right\}; \quad (5)$$

$$\zeta = Z_a/Z,$$

mit einem Minimum der Höhe

$$|\Re|_{\min} = \frac{Q}{2} \vartheta \zeta = \frac{Z_a d^2}{2 e_{11}^2 F} \alpha d_a \quad (6)$$

bei der Resonanzfrequenz

$$\eta_r = \frac{v_r - v_n}{v_n} = \frac{-\varepsilon}{m + (n/2) \zeta}; \quad (7)$$

$$v_r = n v_1 \left[ 1 - \frac{\varepsilon}{m + (n/2) \zeta} \right]$$

und mit der „Halbwertsbreite“ (Abstand derjenigen beiden Frequenzen, bei denen  $|\Re|^2$  den Wert  $2|\Re|_{\min}^2$  erreicht hat)

$$\frac{\Delta v}{v_n} = \frac{2 \alpha d_a}{m \pi [1 + (n/2) \zeta]}. \quad (8)$$

Die kleine Verstimmung  $\varepsilon$  der Probe gegenüber dem Quarz wirkt sich also in dieser Näherung nicht auf die Halbwertsbreite der Kurve aus, wohl aber auf die Lage der Resonanz. Da bei fester Frequenz eine Änderung von  $m$  nur eine proportionale Änderung von  $d_a$  bedeuten kann, folgt aus Gl. (8) auch, daß die Halbwertsbreite von der Probendicke unabhängig ist. Das kann aber offenbar nur solange gelten, wie dabei die Voraussetzung (2) erfüllt ist.

Der Absorptionskoeffizient im üblichen Maß wird schließlich, wenn  $d_a$  in cm gemessen wird:

$$\alpha \approx 8,69 \frac{\Delta v}{v_n} \frac{\pi m}{2 d_a} \left( 1 + \frac{n}{2 m \zeta} \right) \text{ db/cm.} \quad (9)$$

Die Schallgeschwindigkeit der Proben ergibt sich aus Gln. (3) und (7) zu

$$v_a \approx \frac{2 d_a}{m} v_r \left[ 1 + \eta_r \frac{n}{2 m \zeta} \right]. \quad (10)$$

Eine Änderung der Schallgeschwindigkeit bzw. des Elastizitätsmoduls  $E$  (es handelt sich bei den Plattenschwingungen natürlich nicht um den Youngschen Modul; doch spielt das bei den relativen Änderungen praktisch keine Rolle) führt zu einer Änderung der Resonanzfrequenz. Man findet durch Differentiation von Gl. (10):

$$\frac{\Delta E}{E} = 2 \frac{\Delta v_a}{v_a} \approx 2 \frac{\Delta v_r}{v_r} \left( 1 + \frac{n}{2 m \zeta} \right). \quad (11)$$

Prinzipiell läßt sich die Absorption sowohl aus der Breite [Gl. (8)] als auch aus der Höhe [Gl. (6)]

<sup>19</sup> K. v. SANDEN, Dissertation, Techn. Hochschule Hannover 1949.

<sup>20</sup> Ohne den Blindwiderstand der statischen Kapazität.

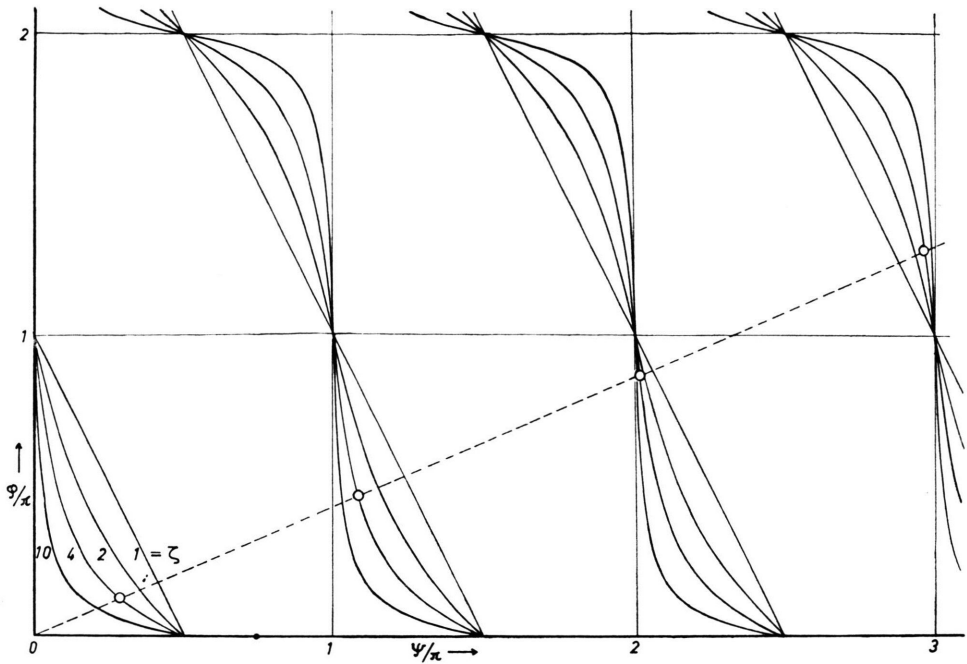


Abb. 4. Beziehung zwischen der Zahl der Halbwellen  $\psi/\pi$  in der Probe und im Quarz  $\varphi/\pi$ . Parameter  $\zeta$ , das Verhältnis der Wellenwiderstände Probe/Quarz.

der Kurven ableiten. Die letztere Möglichkeit besteht aber natürlich nur, wenn man mit Sicherheit ein einfaches Maximum vor sich hat.

### 6.2. Verstimmt Probe

Wenn die Proben stärker gegen den Quarz verstimmt sind, reicht die obige Näherung nicht aus. Man kann dann für kleine  $\vartheta$  den Ausdruck (4) ersetzen durch

$$\mathfrak{B} \approx Z_a \left( \frac{\vartheta}{\cos^2 \psi} + i \operatorname{tg} \psi \right), \quad \vartheta \ll 1. \quad (12)$$

Beachtet man ferner, daß sich der elektrische Widerstand in folgende einfache Form bringen läßt:

$$\mathfrak{R} = \frac{Q}{2} \left( \frac{\mathfrak{B}}{Z} - i \operatorname{ctg} \frac{\varphi}{2} \right),$$

so erhält man für die Resonanzkurve

$$\frac{2}{Q} \mathfrak{R} \approx \frac{\vartheta \zeta}{\cos^2 \psi} + i \left( \zeta \operatorname{tg} \psi - \operatorname{ctg} \frac{\varphi}{2} \right), \quad (13)$$

wobei  $\psi = (v d_a / v_a d) \cdot \varphi = a \varphi$  ist. Die Lage der Minima von Gl. (13) ergibt sich aus den Schnitt-

punkten  $\varphi_r$ ,  $\psi_r$  der transzendenten Gleichung

$$\zeta \operatorname{tg} \psi - \operatorname{ctg} \frac{\varphi}{2} = 0$$

mit der Geraden  $\psi = a \varphi$ .

Die Verhältnisse sind in Abb. 4 für verschiedene  $\zeta$  (die wirklichen Werte liegen etwa zwischen 2,5 und 4) dargestellt. Es ergibt sich eine Folge von im allgemeinen nicht äquidistanten Resonanzfrequenzen. Dabei müssen die singulären Punkte

$$\varphi = k \pi, \quad \psi = \frac{1}{2}(l+1) \pi, \quad (k, l = 0, 2, 4, \dots),$$

in deren Umgebung auch die unten benutzten Näherungen nicht gelten, ausgelassen werden; sie stellen die Antiresonanzen des Schwingers dar<sup>21</sup>. Wegen der geringen Abweichung der gedämpften von der ungedämpften Resonanz [Gl. (16)] kann Abb. 4 auch zur Bestimmung der Schallgeschwindigkeit von gedämpften Proben herangezogen werden. Aus der gemessenen Resonanz  $\varphi_r$  findet man  $\varphi_r = 2 \pi v_r d / v$ , dann mit einem rohen  $\zeta$ -Wert (die Abhängigkeit von  $\zeta$  ist sehr gering!)  $\psi$  – dessen Mehrdeutigkeit

<sup>21</sup> Die Fälle  $\zeta=0$  und  $\zeta=\infty$  werden durch die Geraden-systeme  $\varphi = (k+1) \pi$ ,  $\psi = \frac{1}{2}(l+1) \pi$  bzw.  $\varphi = k \pi$ ,  $\psi = \frac{1}{2} l \pi$  wiedergegeben. Sie entsprechen unabhängigen Eigenfrequenzen von Quarz und Probe. Mit dem Wirksamwerden einer „Koppelung“ zwischen den beiden Medien

( $\zeta \rightarrow 1$ ) spalten die bislang entarteten Kreuzungspunkte dieses Rechtecknetzes in getrennte Zweige auf, die Ecken werden „verschliffen“, bis schließlich für  $\zeta=1$  (reflexionsloser Übergang) die äquidistanten Resonanzen eines homogenen Mediums der Gesamtdicke  $d+2 d_a$  herauskommen.



durch Abschätzung sofort klarzustellen ist. So hat man  $a = \psi/\varphi$  und damit alle weiteren Resonanzen des Schwingers sowie die Schallgeschwindigkeit  $v_a$ .

Die Halbwertsbreite findet man durch Entwicklung von  $|\Re|$ , Gl. (13), in 2. Näherung:

$$\pi \frac{\Delta \nu}{\nu_1} \approx \frac{2 \vartheta \zeta}{a \zeta + \frac{1}{2} (\cos^2 \psi + \zeta^2 \sin^2 \psi)}, \quad (14)$$

woraus für den Absorptionskoeffizienten folgt

$$\alpha = 8,69 \frac{\Delta \nu}{\nu_1} \frac{\pi}{2 d_a} \left[ a + \frac{1}{2 \zeta} (\cos^2 \psi + \zeta^2 \sin^2 \psi) \right] \text{ db/cm.} \quad (15)$$

Gleichzeitig ergibt sich die Abweichung der gedämpften Resonanz  $\nu_r$  von der ungedämpften  $\nu_0$

$$\nu_0 - \nu_r = \frac{\nu_1}{\pi} \frac{4 \vartheta^2 \tan \psi}{[a + (1/2 \zeta) (\cos^2 \psi + \zeta^2 \sin^2 \psi)]^2}. \quad (16)$$

Der  $\Delta E$ -Effekt wird schließlich

$$\frac{\Delta E}{E} = 2 \frac{\Delta \nu_a}{\nu_a} \approx 2 \frac{\Delta \nu}{\nu} \left[ 1 + \frac{1}{2 a \zeta} \frac{\cos^2 \psi}{\sin^2 \varphi/2} \right]. \quad (17)$$

## 7. Fehlergrenzen und Empfindlichkeit

Um die Anwendbarkeit der eindimensionalen Rechnung sicherzustellen, wurde mehrfach ein und dasselbe Probenpaar mit verschiedenen Quarzen zusammengesetzt und dann jeweils mehrere Eigenfrequenzen gemessen. Tab. 1 zeigt eine solche Meßreihe. Es ergeben sich die Resonanzfrequenzen  $\nu_r$  mit den zugehörigen Phasenwinkeln  $\varphi$ ,  $\psi$  in Quarz und Probe, die ersichtlich nicht äquidistant sind. Die Abweichung der Größe  $\psi/\pi$  von der Ganzzahligkeit ist ein Maß für die „Verstimmung“ der Probe. Ist diese stärker verstimmt, so tritt mehr oder weniger ausgeprägte Aufspaltung ein; die entsprechenden Resonanzen sind dann mit ++ oder + bezeichnet. Die Größe  $a = \psi/\varphi$ , die für jeden Schwinger eine Konstante sein sollte, schwankt um maximal etwa 1,5%, ebenso die daraus abgeleitete Schallgeschwindigkeit.

Die Genauigkeit der Dämpfungsmessung ist erheblich geringer. In Abb. 5 ist die Absorption in der magnetischen Sättigung  $\alpha_s$  und der magnetische Anteil  $\alpha_m = \alpha_0 - \alpha_s$  ( $\alpha_0$  Absorptionskoeffizient im unmagnetischen Zustand) über der Frequenz aufgetragen. Die Unterscheidung der Punkte entspricht den verschiedenen Erregerquarzen. Von der eingezeichneten mittleren Kurve weichen die Meßpunkte (wieder bis auf die eingeklammerten Ausnahmen) um etwa  $\pm 12\%$  ab. Die Abbildung läßt ferner er-

kennen, daß die Grunddämpfung  $\alpha_s$  bei Resonanzen mit starker Verstimmung erhöht ist (Kitteinfluß).

Für den  $\Delta E$ -Effekt findet man einen Fehler von etwa  $\pm 10\%$ . Diese Abschätzungen gelten für homogenes Material; Inhomogenitäten können die Fehler erheblich heraufsetzen.

Quarz	$\nu_r$ (MHz)	$\varphi/\pi$	$\psi/\pi$	$Q$	$v_a$ m/sec
1.	3,55	0,70	2,04	2,91	6040
	5,19	1,03	3,00	2,92	6008
	6,83	1,35	3,94	2,92	6060
	8,30	1,64	4,86	2,96	5933
	15,69	3,11	8,99	2,89	6020
	17,18	3,40	9,93	2,92	6005
2. ++	1,99	0,20	1,24	6,20	5585
	3,67	0,36	2,14	5,93	5960
	5,32	0,52	3,08	5,90	5990
	7,00	0,69	4,05	5,89	6007
	8,70	0,86	5,02	5,86	6020
	10,41	1,02	6,00	5,87	6017
	12,08	1,19	6,98	5,88	6008
	13,75	1,35	7,95	5,89	6007
	15,18	1,49	8,91	5,97	5952
	2,30	0,09	1,36	15,07	5894
	3,85	0,15	2,28	15,12	5875
	5,48	0,21	3,22	15,03	5914
3. ++	7,15	0,28	4,18	14,95	5943
	10,56	0,41	6,12	14,81	5994
	12,27	0,48	7,09	14,71	6015
	13,99	0,55	8,07	14,79	6014
	15,71	0,61	9,06	14,80	6018
	17,46	0,68	10,05	14,75	6030
	19,17	0,75	11,03	14,74	6030

Tab. 1. Eigenresonanzen einer Ni-Einkristallprobe (110) mit 3 Quarzen der Grundschiwingung  
1. 5,05; 2. 10,16; 3. 26,5 MHz.

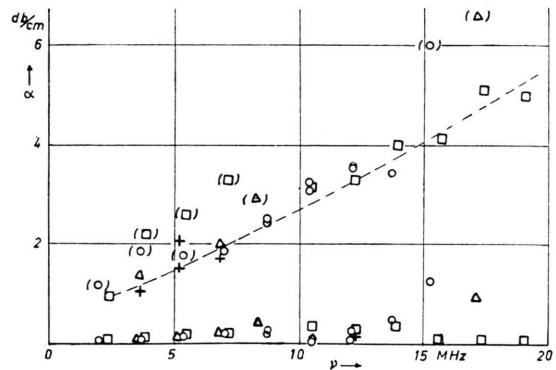


Abb. 5. Magnetischer (oben) und unmagnetischer (unten) Anteil des Absorptionskoeffizienten  $\alpha$  [Ni(110)] bei verschiedenen Frequenzen, gemessen mit Quarz 1)  $\triangle$ , Quarz 2)  $\circ$ , Quarz 3)  $\square$ ; vgl. Tab. 1.

Die untere Grenze, bis zu der eine Absorption noch mit einiger Genauigkeit meßbar ist, dürfte durch eine Halbwertsbreite von ca. 1,5 mm gegeben sein. Dem entspricht für unsere Apparatur eine Frequenzvariation von  $3 \cdot 10^{-4}$  und ein  $\alpha_{\min} \cdot d_a = 10^{-2}$  db. Für die obere Grenze der noch meßbaren Dämpfung ist die Empfindlichkeit der Apparatur verantwortlich. Der Resonanzausschlag  $a_r$  ist nahezu proportional der Brückenausgangsspannung  $u$  (Abschn. 3). Die in dem Ausdruck für  $u$  auftretende Kapazität setzt sich zusammen aus der Halterungskapazität und der zur Quarzdicke  $d$  reziproken statischen Kapazität des Quarzes.  $d$  läßt sich nun, wenn man die Quarze in der Grundwelle anregt (die Messung in Oberwellen ist viel unempfindlicher), durch die Meßfrequenz  $\nu_r$  ausdrücken:  $d_{(\text{mm})} \cdot \nu_{r(\text{MHz})} = 2,87$ . Man erhält

$$a_r \approx A U^2 |\mathfrak{G}|^2 [1 + \beta \nu_r^2 (1 + \gamma \nu_r)^2]^{-2},$$

eine Formel mit 3 Konstanten (empirisch:  $A = 10^{-2}$ ;  $\beta = 1,63 \cdot 10^{-3}$ ;  $\gamma = 0,174$ , wo  $\nu_r$  in MHz,  $U$  in Volt und  $\mathfrak{G}$  in  $\mu\text{S}$  gemessen sind).

Beachtet man, daß nach Gl. (6) auch  $|\mathfrak{G}|_{\max}$  noch die Quarzdicke enthält,  $|\mathfrak{G}|_{\max} \sim 1/d^2$ , so ergibt sich schließlich für den Frequenzgang der Resonanzausschläge

$$a_r \sim \frac{\nu_r^4}{[1 + \beta \nu_r^2 (1 + \gamma \nu_r)^2]^2}.$$

Das bedeutet: Die Empfindlichkeit sinkt nach tiefen Frequenzen wegen der wachsenden Quarzdicke ab,

nach hohen Frequenzen infolge des Rückganges der Brückenempfindlichkeit. Dazwischen liegt bei etwa 10,7 MHz ein Optimum.

Die Empfindlichkeit bei dieser Frequenz ist recht hoch: Bei einer Speisespannung von  $U = 10$  V und einem Quarzdurchmesser von 12,5 mm wird  $\alpha \cdot d_a = 2,9$  db. Nach oben und unten sinkt die Empfindlichkeit ab: Für 30 bzw. 3 MHz wird  $\alpha \cdot d_a = 0,9$  db. Die hohe Empfindlichkeit um 10 MHz wird bei der Messung unserer Proben nicht ausgenutzt; sie würde es aber erlauben, den Probendurchmesser von 12,5 mm noch auf 4 bis 5 mm herabzusetzen. Umgekehrt kann man bei tiefen Frequenzen, um den Empfindlichkeitsverlust durch das Wachsen von  $d$  auszugleichen, den Durchmesser entsprechend vergrößern. Der Messung bei sehr hohen Frequenzen setzt im übrigen auch die Quarzdicke eine Grenze. Der dünnste von uns verwendete Quarz hatte bei  $\nu_1 = 30$  MHz eine Dicke von 0,095 mm.

Über Untersuchungen, die mit dieser Methode durchgeführt wurden, soll in Kürze berichtet werden.

Dem Direktor des II. Physikalischen Instituts der Universität Köln, Herrn Professor J. JAUMANN, bin ich zu großem Dank für die Bereitstellung von Mitteln des Instituts und der Deutschen Forschungsgemeinschaft verpflichtet, sowie für viele wertvolle Anregungen. Besonders danken möchte ich Herrn Professor L. BERGMANN, Wetzlar, der mir in vielen Fragen mit Rat und Tat geholfen hat.