

ISSN: 2220-9506 (Print)
ISSN: 2414-0473 (Online)

ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

DEVICES AND METHODS
OF MEASUREMENTS

Том 7

№ 1

Vol. 7

2016

ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Научно-технический журнал

Основан в 2010 г.

Учредитель
Белорусский национальный технический университет

Выходит 4 раза в год

Журнал включен в базу данных РИНЦ

Том 7

№ 1

2016

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Гусев О.К., д.т.н., профессор, проректор Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

Маляревич А.М., д.ф.-м.н., профессор, декан приборостроительного факультета Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

СЕКРЕТАРЬ

Воробей Р.И., к.т.н., доцент, заведующий кафедрой «Информационно-измерительная техника и технологии» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Джилавдари И.З., д.т.н., профессор, профессор кафедры «Информационно-измерительная техника и технологии» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Достанко А.П., академик НАН Беларуси, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой электронной техники и технологии Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники (г. Минск, Беларусь)

Жарин А.Л., д.т.н., профессор, профессор кафедры «Информационно-измерительная техника и технологии» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Киселев М.Г., д.т.н., профессор, заведующий кафедрой «Конструирование и производство приборов» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Комаров Ф.Ф., член-корреспондент НАН Беларуси, д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой физической электроники и нанотехнологий Белорусского государственного университета (г. Минск, Беларусь)

Кулешов Н.В., д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой «Лазерная техника и технология» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Кучинский П.В., д.ф.-м.н., доцент, директор Института прикладных физических проблем им. А.Н. Севченко Белорусского государственного университета (г. Минск, Беларусь)

Малкин В.А., д.т.н., профессор, профессор кафедры авиационных радиоэлектронных систем Военной академии Республики Беларусь (г. Минск, Беларусь)

Пилипенко В.А., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, заместитель директора ГЦ «Белмикрoанализ» НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» (г. Минск, Беларусь)

Плескачевский Ю.М., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, советник Национальной академии наук Беларуси (г. Минск, Беларусь)

Серенков П.С., д.т.н., профессор, заведующий кафедрой «Стандартизация, метрология и информационные системы» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Соломахo В.Л., д.т.н., профессор, директор Республиканского института инновационных технологий Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Турцевич А.С., д.т.н., начальник управления Министерства промышленности Республики Беларусь (г. Минск, Беларусь)

Хатько В.В., д.ф.-м.н., профессор, профессор кафедры «Микро- и нанотехника» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

Шкадаревич А.П., академик НАН Беларуси, д.ф.-м.н., профессор, директор НТЦ «ЛЭМТ» Белорусского оптико-механического объединения (г. Минск, Беларусь)

Юмашев К.В., д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой «Экспериментальная и теоретическая физика» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

МЕЖДУНАРОДНЫЙ РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

Алексеев В.А., д.т.н., профессор, ученый секретарь Ижевского государственного технического университета (г. Ижевск, Россия)

Анищик В.М., д.ф.-м.н., профессор, декан физического факультета Белорусского государственного университета (г. Минск, Беларусь)

Белоус А.И., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, заместитель директора НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» (г. Минск, Беларусь)

Бубулис А., д.т.н., профессор, главный научный сотрудник Научного центра мехатроники Каунасского технологического университета (г. Каунас, Литва)

Вайн А.А., д.т.н., профессор Тартуского университета (г. Тарту, Эстония)

Виба Я., д.т.н., профессор, директор Института механики Рижского технического университета (г. Рига, Латвия)

Гринчук А.П., к.т.н., доцент, заместитель директора Минского НИИ радиоматериалов

Гуттен М., д.т.н., заведующий кафедрой метрологии и прикладной электротехники Жилинского университета (г. Жилина, Словакия)

Дмитриев С.М., д.т.н., профессор, ректор Нижегородского государственного технического университета им.Р.Е. Алексеева (г. Нижний Новгород, Россия)

Дэнилак С., профессор Производственно-исследовательского центра Технологического института штата Джорджия (г. Атланта, США)

Жагора Н.А., д.т.н., доцент, главный специалист по метрологии и стандартизации Белорусского государственного института метрологии (г. Минск, Беларусь)

Жуковский П., д.т.н., профессор, заведующий кафедрой электрических устройств и техники высоких напряжений Люблинского технологического университета (г. Люблин, Польша)

Загашвили Ю.В., д.т.н., профессор, член Наблюдательного и Сертификационного совета Ассоциации по сертификации «Русский регистр» (г. Санкт-Петербург, Россия)

Захаров И.П., д.т.н., профессор, профессор кафедры метрологии и измерительной техники Харьковского Национального университета радиозлектроники (г. Харьков, Украина)

Колтунович Т.Н., к.т.н., доцент, доцент Люблинского технологического университета (г. Люблин, Польша)

Кухаренко Н.А., генеральный директор ОАО «Минский научно-исследовательский приборостроительный институт» (г. Минск, Беларусь)

Кэмп А., профессор Института фотоники Страсклайдского университета (г. Глазго, Великобритания)

Машко В.В., д.ф.-м.н., заместитель директора Института физики им. Б.И. Степанова НАН Беларуси (г. Минск, Беларусь)

Муравьев В.В., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, профессор кафедры систем телекоммуникаций Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники (г. Минск, Беларусь)

Це Ли, заместитель директора Северо-Восточного НИИ техники датчиков (г. Харбин, КНР)

Чернявский А.Ф., академик НАН Беларуси, д.т.н., профессор, профессор кафедры интеллектуальных систем Белорусского государственного университета (г. Минск, Беларусь)

Чижик С.А., академик НАН Беларуси, д.т.н., профессор, Первый заместитель Председателя Президиума НАН Беларуси (г. Минск, Беларусь)

*Издание зарегистрировано в Министерстве информации Республики Беларусь 25 июня 2010 г.
Регистрационный номер 1372*

В соответствии с решением ВАК от 8 июля 2011 г. №13/1 журнал включен в Перечень научных изданий для опубликования результатов диссертационных исследований; научное направление: «Средства и методы измерений, контроля, диагностики и оценки качества объектов и процессов» (технические и физико-математические науки)

ISSN 2220-9506

С 2013 года журнал включён в Научную электронную библиотеку и Российский индекс научного цитирования (РИНЦ), имеет импакт-фактор

Подписка осуществляется через почтовые отделения связи по «Каталогу газет и журналов Республики Беларусь».

Подписные индексы – 74835; 748352.

Ответственный секретарь редакции: Шахлевич Л.Н.

Макет и верстка: Дубаневич А.В., редактор: Иванова Т.А.

Подписано в печать 06.05.2016. Формат бумаги 60×84 1/8. Бумага офсетная.

Гарнитура Times New Roman. Отпечатано на ризографе. Усл. печ. л. 13,37. Уч.-изд. л. 5,23. Тираж 300 экз.

Дата выхода в свет 03.06.2016. Заказ № 436.

Отпечатано в Белорусском национальном техническом университете. ЛИ № 02330/74 от 03.03.2014. Пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск

АДРЕС РЕДАКЦИИ:

Белорусский национальный технический университет
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Республика Беларусь,
тел.: +375 (17) 293 96 67, факс: +375 (17) 292 67 94
e-mail: pimi@bntu.by
www.pimi.bntu.by

DEVICES AND METHODS OF MEASUREMENTS

Scientific and Engineering Journal

Founded in 2010

Founder
Belarusian National Technical University

Issued four times a year

The Journal is included in RSCI

Volume 7

№ 1

2016

EDITOR-IN-CHIEF

Oleg K. Gusev, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Vice-Rector of Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

DEPUTY EDITOR-IN-CHIEF

Aliaksandr M. Malyarevich, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Dean of the Instrumentation Engineering Faculty, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

SECRETARY

Roman I. Varabei, *PhD (Engineering), Associate Professor, Head of Information and Measuring Technologies Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

EDITORIAL BOARD

Igor Z. Gilavdary, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Information and Measuring Technologies Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Anatoly P. Dostanko, *Academician of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Electronic Technology and Engineering Department, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (Minsk, Belarus)*

Anatoly L. Zharin, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Information and Measuring Technologies Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Mikhail G. Kiselev, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Design and Manufacture of Devices Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Fadey F. Komarov, *Correspondent Member of National Academy of Sciences of Belarus, Professor, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Head of Physical Electronics and Nanotechnologies Department, Belarusian State University (Minsk, Belarus)*

Nikolay V. Kuleshov, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Head of Laser Equipment and Technology Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Petr V. Kuchynski, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Director of A.N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems, Belarusian State University (Minsk, Belarus)*

Vitaly A. Malkin, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Aviation Department, Belarusian Military Academy (Minsk, Belarus)*

Vladimir A. Pilipenko, *Correspondent Member of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, Deputy Director of the State Center «Belmicroanalysis», Branch of the Scientific-Technical Center «Belmicrosystems» of JSC «INTEGRAL» – «INTEGRAL» Holding Managing Company (Minsk, Belarus)*

Yuriy M. Pleskachevsky, *Correspondent Member of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, the Adviser of National Academy of Sciences of Belarus (Minsk, Belarus)*

Pavel S. Serenkov, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Standardization, Metrology and Information Systems Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Vladimir L. Solomakho, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Director of the Republican Institute of Innovative Technologies, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Arkady S. Turtsevich, *Doctor of Science (Engineering), Chief of Department, the Ministry of Industry of the Republic of Belarus (Minsk, Belarus)*

Viacheslav V. Khatko, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Micro- and Nanotechnics Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

Alexey P. Shkadarevich, *Academician of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Director of the Scientific and Technical Center «LEMT» of the BelOMO (Minsk, Belarus)*

Konstantin V. Yumashev, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Head of Experimental and Theoretical Physics Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

INTERNATIONAL ADVISORY EDITORIAL BOARD

Vladimir A. Alekseev, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Scientific Secretary of Kalashnikov Izhevsk State Technical University (Izhevsk, Russia)*

Victor M. Anishchik, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Dean of the Physics Faculty, Belarusian State University (Minsk, Belarus)*

Anatoly I. Belous, *Correspondent Member of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, Deputy Director of Branch of the Scientific-Technical Center «Belmicrosystems» of JSC «INTEGRAL» – «INTEGRAL» Holding Managing Company (Minsk, Belarus)*

Algimantas Bubulis, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Kaunas University of Technology (Kaunas, Lithuania)*

Arvid A. Vain, *Doctor of Science (Engineering), Professor, University of Tartu (Tartu, Estonia)*

Janis Viba, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Director of Institute of Mechanics, Riga Technical University (Riga, Latvia)*

Anatoly P. Grinchuk, *PhD (Engineering), Associate Professor, Deputy Director of the Minsk Research Institute of Radiomaterials (Minsk, Belarus)*

Miroslav Gutten, *Doctor of Science (Engineering), Head of Department of Metrology and Applied Electrical Engineering, University of Žilina (Žilina, Slovakia)*

Sergei M. Dmitriev, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Rector of R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University (Nizhny Novgorod, Russia)*

Steven Danyluk, *PhD, Professor, Production and Research Center, Georgia Institute of Technology (Atlanta, USA)*

Nikalai A. Zhagora, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Head Specialist of Metrology and Standardization, Belarusian State Institute of Metrology (Minsk, Belarus)*

Pawel Zhukowski, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Department of Electrical Apparatus and High Voltages Technology, Lublin University of Technology (Lublin, Poland)*

Yuri V. Zagashvili, *Doctor of Science (Engineering), Professor, the Member of the Supervisory and Certification Board of Association for the Certification «Russian Register» (St. Petersburg, Russia)*

Igor P. Zakharov, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Metrology and Measurement Engineering Department, Kharkiv National University of Radioelectronics (Kharkiv, Ukraine)*

Tomasz N. Koltunowicz, *PhD, Associate Professor, Lublin University of Technology (Lublin, Poland)*

Alan Kemp, *PhD, Professor, Institute of Photonics, University of Strathclyde (Glasgow, United Kingdom)*

Nikalai A. Kuharenko, *General Director of Minsk Scientific and Research Instrumentation Engineering Institute (Minsk, Belarus)*

Vasili V. Mashko, *Doctor of Science (Engineering), Deputy Director of B.I. Stepanov Institute of Physics, National Academy of Sciences of Belarus (Minsk, Belarus)*

Valentin V. Murav'iov, *Correspondent Member of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, Telecommunication Systems Department, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (Minsk, Belarus)*

Tse Li, *Deputy Director of Northeast Scientific Research Institute of Sensor Technology (Harbin, China)*

Alexander F. Cherniavsky, *Academician of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, Intelligent Systems Department, Belarusian State University (Minsk, Belarus)*

Sergei A. Chizhik, *Academician of National Academy of Sciences of Belarus, Professor, Doctor of Science (Engineering), the First Vice Chairman of the Presidium of the Presidium of National Academy of Sciences of Belarus (Minsk, Belarus)*

ADDRESS:

Belarusian National Technical University
Nezavisimosty Ave, 65, 220013, Minsk, Belarus
Tel.: +375 (17) 293 96 67, fax: +375 (17) 292 67 94
e-mail: pimi@bntu.by
www.pimi.bntu.by

СОДЕРЖАНИЕ

Средства измерений

<i>Пантелеев К.В., Микитевич В.А., Жарин А.Л.</i> Построение измерителей контактной разности потенциалов.....	7
<i>Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N., Abdul Sater A.</i> Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive differential system of sensitivity adjustment.....	16
<i>Глазунов И.В., Скопцов Н.А., Маляревич А.М., Юмашев К.В., Лойко П.А.</i> Прибор для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов методом «возбуждение-зондирование» в субмикросекундном диапазоне.....	24
<i>Малютин Д.М.</i> Система стабилизации полезной нагрузки на динамически настраиваемом гироскопе.....	32
<i>Гайдук Ю.С., Реутская О.Г., Савицкий А.А., Таратын И.А.</i> Газовые датчики на основе композиции оксида вольфрама и многостенных углеродных нанотрубок.....	41
<i>Орехов К.А.</i> Моделирование лазерного излучателя на основе Nd:YAG с пассивным охлаждением для измерения расстояний.....	50

Методы измерений, контроля, диагностики

<i>Гулис И.М., Купреев А.Г.</i> Использование призмного телескопирования светового пучка для повышения спектрального разрешения и угловой дисперсии спектрометра.....	58
<i>Безуглый М.А., Безуглая Н.В., Самиляк А.Б.</i> Обработка изображений при эллипсоидальной фотометрии.....	67
<i>Бринкевич Д.И., Просолович В.С., Янковский Ю.Н., Вабищевич С.А., Вабищевич Н.В., Гайшун В.Е.</i> Склерометрический метод измерения микротвердости пленок фоторезиста на кремнии.....	77
<i>Титович Е.В., Тарутин И.Г., Киселев М.Г.</i> Методика определения ошибки в опорном значении дозы при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя. Часть 2. Зависимость от характеристик коллиматора, указателя расстояния источник-поверхность, радиационного поля, лазерных центраторов, терапевтического стола.....	85
<i>Максимук Ю.В., Антонова З.А., Крук В.С., Фесько В.В., Куревич В.Н., Сыщенко А.Ф., Васаренко И.В.</i> Метрологические характеристики бомбовых калориметров в реальных условиях эксплуатации.....	95
<i>Ходасевич М.А., Скорбанова Е.А., Обадэ Л.И., Дегтярь Н.Ф., Камбур Е.И., Роговая М.В.</i> Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для идентификации вин с географическим наименованием происхождения.....	104

CONTENTS

Measuring instruments

<i>Pantsialeyeu K.U., Mikitsevich U.A., Zharin A.L.</i> Design of the contact potentials difference probes	7
<i>Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N., Abdul Sater A.</i> Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive differential system of sensitivity adjustment	16
<i>Glazunov I.V., Skoptsov N.A., Malyarevich A.M., Yumashev K.V., Loiko P.A.</i> Device for measurement of relaxation time of the bleached state of optical materials by the «pump-probe» method in sub-μs time domain	24
<i>Malyutin D.M.</i> The stabilization system on payload built on a dynamically tuned gyroscope	32
<i>Haiduk Yu.S., Reutskaya O.G., Savitsky A.A., Taratyn I.A.</i> Micropower gas sensor based on the composition tungsten oxide and multiwall carbon nanotubes	41
<i>Orehov K.A.</i> Simulation of laser transmitter based on Nd:YAG with passive cooling for rangefinding	50

Methods of measurements, monitoring, diagnostics

<i>Gulis I.M., Kupreyeu A. G.</i> One-dimensional light beam widening using of prisms for increase of spectrometer spectral resolution and angular dispersion	58
<i>Bezuglyi M.A., Bezuglaya N.V., Samilyak A.B.</i> Image processing at ellipsoidal photometry	67
<i>Brinkevich D.I., Prosolovich V.S., Yankovski Yu.N., Vabishchevich S.A., Vabishchevich N.V., Gaishun V. E.</i> Measurement of microhardness of photoresist films on silicon by the scratching method	77
<i>Tsitovich Y.V., Tarutin I.G., Kiselev M.G.</i> Technique of estimation of error in the reference value of the dose during the linear accelerator radiation output calibration procedure. Part 2. Dependence on the characteristics of collimator, optical source-distance indicator, treatment field, lasers and treatment couch	85
<i>Maksimuk Yu.V., Antonava Z.A., Krouk V.S., Fes'ko V.V., Kursevich V.N., Syshchanka A.F., Vasarenko I.V.</i> Metrological performances of bomb calorimeters at real conditions	95
<i>Khodasevich M., Scorbanov E., Obade L., Degtyar N., Cambur E., Rogovaya M.</i> Application of multivariate analysis of transmission spectra to identify wines with protected geographical indication (IGP)	104

УДК 681.2.08

Построение измерителей контактной разности потенциалов

Пантелеев К.В., Микитевич В.А., Жарин А.Л.

Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, Минск, Беларусь

Поступила 15.02.2016

Принята к печати 22.04.2016

Измерители контактной разности потенциалов отличаются большим многообразием и изготавливаются в основном в лабораторных условиях для конкретных экспериментальных задач. Как правило, они состоят из серийно выпускаемых измерительных приборов и поэтому обладают рядом недостатков, например большими габаритами, сложностью и высокой стоимостью, низкими чувствительностью, быстродействием, помехозащищенностью и др. Целью работы являлось описание базовых подходов к разработке и конструированию малогабаритных, полностью сформированных измерителей контактной разности потенциалов, обеспечивающих высокую чувствительность, быстродействие и помехозащищенность. Для возбуждения механических колебаний эталонного образца применен электромеханический модулятор, в котором для обеспечения высокой амплитудно-фазовой стабильности используется модернизированный генератор с мостом Вина, что обеспечивает захват и поддержание частоты механического резонансного колебания без традиционно используемого датчика колебаний. Предусилитель выполнен на базе операционных усилителей с фемтоамперными входными токами. Питание предусилителя выполнено с «плавающей землей», что позволяет сохранить соотношения потенциалов компонентов зонда постоянными при изменении напряжения компенсации в широком диапазоне. Фазовый детектор-интегратор выполнен на основе противофазно коммутируемых с частотой модуляции контактной разности потенциалов электронных ключей и интегратора. Двухполупериодное фазовое детектирование позволяет в значительной степени повысить чувствительность. Для уменьшения влияния электромагнитных наводок и шумов, устранения микрофонного эффекта предварительный усилитель вместе с эталонным образцом смонтирован на гибкой печатной плате, отдельно от других электронных узлов.

Ключевые слова: контактная разность потенциалов, зонд Кельвина, измеритель КРП, работа выхода электрона.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-7-15

Адрес для переписки:

Пантелеев К.В.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь
e-mail: nil_pt@bntu.by

Address for correspondence:

Pantsialeveu K.U.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus
e-mail: nil_pt@bntu.by

Для цитирования:

Пантелеев К.В., Микитевич В.А., Жарин А.Л.
Построение измерителей контактной разности потенциалов.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 7–15.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-7-15

For citation:

Pantsialeveu K.U., Mikitsevich U.A., Zharin A.L.
[Design of the contact potentials difference probes].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 7–15 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-7-15

Введение

Измерители контактной разности потенциалов (КРП) находят широкое применение как при решении научно-исследовательских задач [1–3], так и в промышленности при оценке состояния поверхности материалов различной физической природы [4–6], качества очистки их поверхностей [7, 8], защитных и эксплуатационных свойств тонких пленок и покрытий [9, 10] и др. [11], в том числе для изделий микро- и нанотехнологии [12].

Методы измерения КРП (метод Кельвина–Зисмана) в случае металлов, сплавов и полупроводников основаны на регистрации разности работ выхода электрона (РВЭ) между измеряемой и эталонной поверхностями.

РВЭ поверхности является чувствительным параметром, позволяющим оценивать изменения химического состава, кристаллографической ориентации, дефектов кристаллической решетки (деформаций, дислокаций, включений инородных атомов и др.). Чувствительность методов измерения РВЭ весьма высока. Так, например, монослой адсорбированных частиц может вызвать изменение поверхностного потенциала на величину порядка 1 В, а инструментальная чувствительность методов измерения РВЭ составляет величину около 0,1–1 мВ [3, 13].

Анализ литературных данных [1–13] показал, что измерители КРП, как правило, представляют собой лабораторную установку, состоящую из серийно выпускаемых измерительных приборов (измерительных усилителей, фазовых детекторов (Lock-in) и др.), поэтому они обладают рядом недостатков, к числу которых можно отнести большие габариты, высокую стоимость, а также сравнительно большое время измерений, сложность выполнения многократных измерений для улучшения соотношения сигнал/шум, низкую чувствительность и др.

Как показала многолетняя практика авторов (начиная с 1975 г.) использования метода КРП для различных экспериментальных задач, включая контроль процессов трения и картографирование распределения РВЭ поверхностей, использование современной электронной базы позволяет изготавливать прецизионные малогабаритные измерители КРП, на выходе которых постоянно поддерживается напряжение равное КРП. Благодаря малым габаритам и оптимизации конструкции измерители имеют высокое быстродействие и чувствительность измерений, а также

повышенную помехозащищенность в условиях воздействия внешних дестабилизирующих факторов (механических, электромагнитных и др.). Они могут быть встроены практически в любые специализированные измерительные установки.

Целью работы являлось описание базовых подходов к разработке и конструированию малогабаритных, полностью сформированных измерителей КРП, обеспечивающих высокую чувствительность, быстродействие и помехозащищенность.

Измеритель контактной разности потенциалов

Измеритель КРП представляет собой электрометр с динамическим конденсатором, отличительной особенностью которого являются существенно уменьшенные размеры и емкость динамического конденсатора. Если в обычных электрометрах с динамическим конденсатором площадь пластин порядка нескольких квадратных сантиметров, то в случае измерителей КРП практический интерес представляют размеры порядка 0,1–5 мм², например для использования в сканирующих системах (в сканирующем зонде Кельвина, *Scanning Kelvin Probe* [9, 14]), а также в системах контроля технологических процессов, например при трении [15]. Поэтому сигналы с конденсатора измерителя КРП чрезвычайно малы, порядка минимально разрешимых с точки зрения современной аналоговой электроники. Кроме того, динамический конденсатор для электрометров представляет собой закрытую, полностью экранированную систему, что в случае измерений КРП сделать практически невозможно. Поэтому к измерителям КРП предъявляются жесткие требования как с точки зрения собственных шумов и защиты от внешних наводок, так и с точки зрения тщательной проработки механического и схемотехнического дизайна [16].

Структурная схема измерителя контактной разности потенциалов

На рисунке 1 показана структурная схема измерителя КРП. Входная цепь состоит из конденсатора, образованного поверхностями измерительного электрода M_1 (эталонный образец), заземленного контролируемого образца M_2 и входного высокоомного предусилителя. Под действием электромеханического модулятора эталонный образец вибрирует на частоте собственного ме-

ханического резонанса относительно образца M_2 , т.е. M_1 и M_2 образуют динамический конденсатор.

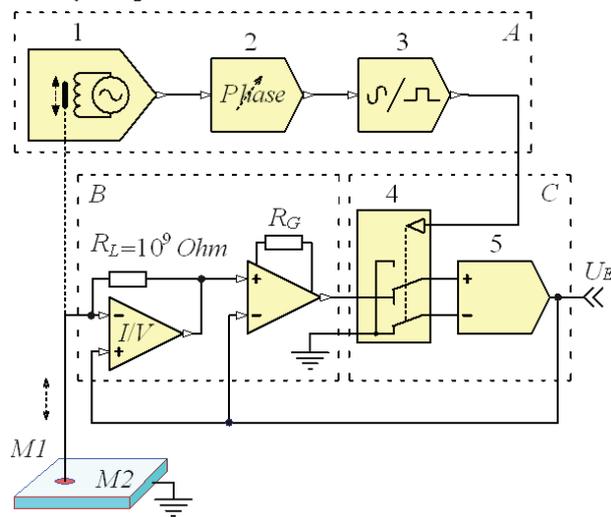


Рисунок 1 – Структурная схема измерителя контактной разности потенциалов: M_1, M_2 – поверхности зонда и контролируемого образца соответственно; A – блок-схема модулятора (1 – вибратор, 2 – фазосдвигатель, 3 – формирователь сигнала); B – блок-схема предусилителя; C – блок-схема фазового детектора-интегратора (4 – электронный ключ, интегратор); U_E – сигнал контактной разности потенциалов

Figure 1 – Structure of contact potential difference probes: M_1, M_2 – surfaces of the probe and sample, respectively; A – flowchart of the modulator (1 – vibrator, 2 – phase shifter, 3 – converter); B – flowchart of the preamplifier; C – flowchart of the phase detector-integrator (Lock-In, 4 – analog switch, 5 – integrator); U_E – contact potential difference

Емкость конденсатора при периодическом изменении расстояния между эталонным и измеряемым образцами также периодически изменяется со временем. При достаточно большом сопротивлении резистора R_L заряд не будет успевать полностью стекать с обкладок конденсатора за период изменения емкости, что вызовет появление на инвертирующем входе предусилителя переменного потенциала. Усиленный сигнал с предварительного усилителя поступает на вход фазового детектора. Далее выпрямленное напряжение через интегратор подается на неинвертирующий вход предусилителя для компенсации КРП между эталонным образцом и измеряемой поверхностью, тем самым обеспечивается замкнутая цепь автоматической автокомпенсации измеряемой величины.

При переходе потенциала компенсации U_K через значение, равное КРП, фаза переменного

сигнала с частотой ω изменяется на 180° вследствие изменения полярности пластин конденсатора. Фазочувствительный детектор настроен таким образом, чтобы его выходное напряжение понижалось при фазе переменного сигнала, соответствующей превышению потенциалом компенсации значения КРП, и возрастало в обратном случае. При равенстве потенциала компенсации U_K величине КРП U_E заряд на измерительном динамическом конденсаторе будет скомпенсирован. В этом случае выходной сигнал на выходе дифференциального усилителя отсутствует, а значение потенциала компенсации поддерживается интегратором. При нарушении равенства $U_K = U_E$ конденсатор зарядится и на нем появится переменный потенциал, в зависимости от фазы которого фазочувствительный детектор формирует потенциал компенсации таким образом, чтобы равенство потенциала компенсации величине КРП восстановилось.

Таким образом, измеритель непрерывно отслеживает изменение КРП между эталонным и измеряемым образцами по фазе, значение КРП может быть измерено или записано с помощью соответствующего внешнего регистратора.

Модулятор

Для возбуждения механических колебаний эталонного образца возможно использование механических, электромагнитных, электростатических и пьезоэлектрических модуляторов [17]. Электростатические и пьезоэлектрические модуляторы не получили широкого распространения при измерениях КРП. Их недостатком является высокое переменное напряжение, требующееся для их работы, что создает значительный уровень помех, а также низкая механическая прочность, что затрудняет их использование в условиях повышенных вибраций. Механические модуляторы используются редко вследствие сложности конструкции и трудности получения опорного сигнала при использовании фазового детектирования. Однако такие модуляторы не создают паразитных наводок на вход измерителя КРП и перспективны при прецизионных измерениях. Исходя из вышесказанного, при построении измерителя КРП использован электромеханический модулятор. Структурная схема модулятора показана на рисунке 2.

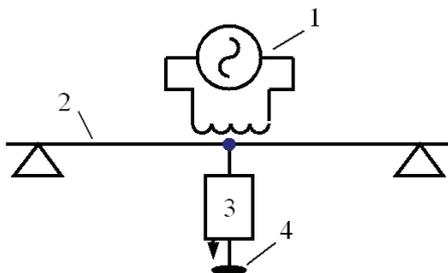


Рисунок 2 – Структурная схема модулятора: 1 – вибратор; 2 – упругая пластина; 3 – предусилитель; 4 – зонд

Figure 2 – Structure of the modulator: 1 – vibrator; 2 – elastic plate; 3 – preamplifier; 4 – probe

Для получения достаточно большой амплитуды механических колебаний эталонного образца модулятор необходимо возбуждать на частоте собственного механического резонанса. Однако в любой колебательной системе вблизи резонанса наблюдается резкое изменение фазы между возбуждающими и механическими колебаниями. Поскольку измеритель является системой с фазовой автокомпенсацией измерительной величины, требуется высокая амплитудно-фазовая стабильность модулятора. Для обеспечения стабильности была разработана схема модулятора, показанная на рисунке 3. Традиционные схемы модуляторов используют в обратной связи датчик колебаний для захвата и поддержания частоты механического резонанса упругой пластины, однако использование датчика колебаний усложняет модулятор.

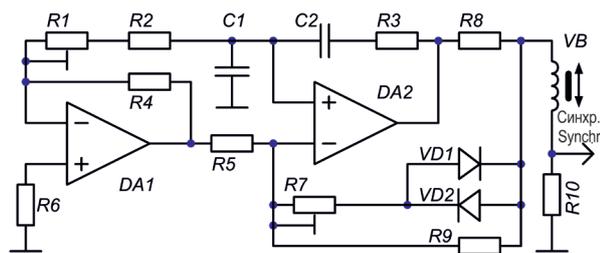


Рисунок 3 – Принципиальная электрическая схема модулятора

Figure 3 – Schematic of the modulator

В представленной схеме в качестве задающего генератора использован модернизированный генератор с мостом Вина на DA_2 . Мост Вина включает R_1 , R_2 , C_1 , C_2 и R_3 , а также DA_1 . Использование дополнительного операционного усилителя (ОУ) DA_1 позволило расширить диапазон предварительной подстройки частоты колебаний

генератора Вина с помощью одного подстроечного резистора R_1 при соблюдении баланса моста. Амплитуда колебаний генератора стабилизируется диодами VD_1 и VD_2 , а ее величина устанавливается подстроечным резистором R_7 . Захват и поддержание резонансной частоты механических колебаний упругой пластины осуществляется без использования датчика колебаний. На частоте механического резонанса резко уменьшается ток через катушку VB и, соответственно, через датчик тока R_8 . Учитывая, что R_8 также входит в цепь стабилизации амплитуды колебаний генератора Вина, при приближении его частоты к механическому резонансу пластины происходит захват частоты резонанса и ее дальнейшее поддержание.

Предварительный усилитель

Учитывая предельно малые сигналы с измерительного динамического конденсатора, к предусилителю предъявляются жесткие требования с точки зрения как электронного дизайна, так и конструктива. В последнее время на рынке появились ОУ с входными токами около единиц фемтоампер, что значительно облегчает построение схем предусилителей, но требует тщательной проработки конструкции и использования новых материалов для печатных плат с повышенным объемным и поверхностным сопротивлением (например, ламинатов на основе фторопласта, армированного керамикой).

Предусилитель измерителя КРП (рисунок 4) выполнен по схеме преобразователя ток-напряжение на ОУ DA_1 и высокоомного резистора R_2 (10^9 Ом). Применение во входном каскаде измерителя ОУ позволяет отказаться от традиционного разделительного конденсатора между эталонным образцом и входом усилителя, что, в свою очередь, позволяет уменьшить постоянную времени входной цепи для потенциала компенсации и повысить быстродействие устройства в целом [18]. Кроме того, это позволяет подавать напряжение компенсации на эталонный образец, а измеряемый образец требует только заземления. Такой подход к построению предусилителя особенно важен для измерителей, применяемых в системах сканирования (сканирующий зонд Кельвина) и при контроле технологических процессов (например, при трении).

Для устранения помех от паразитных емкостей, образованных зондом и компонентами предусилителя, напряжение питания входного

предусилителя выполнено с «плавающей землей» и составляет $\pm 2,5$ В. Источник питания выполнен на DA_3 и DA_4 . Источник опорного напряжения VD_1 стабилизирует оба уровня напряжения питания. Использование «плавающей земли» позволяет сохранить соотношения потенциалов компонентов зонда неизменными при изменении напряжения компенсации в широком диапазоне.

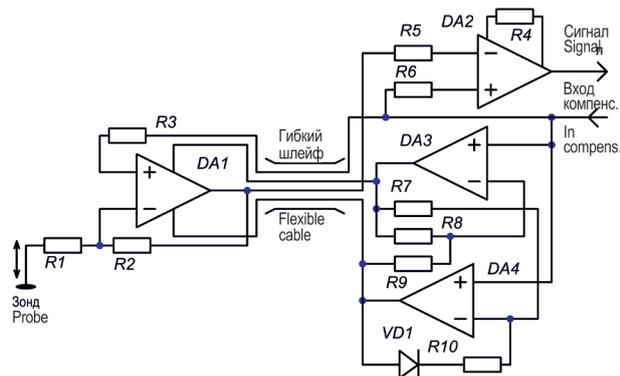


Рисунок 4 – Принципиальная электрическая схема предварительного усилителя

Figure 4 – Schematic of the preamplifier

Дополнительное усиление сигнала с DA_1 осуществляется инструментальным усилителем DA_2 , что позволило также отделить переменный сигнал от напряжения компенсации КРП на выходе предусилителя.

Для уменьшения влияния электромагнитных наводок и шумов, а также устранения микрофонного эффекта (детектирования паразитной КРП между исследуемой поверхностью и подводящими проводами, вибрирующими вместе с эталонным образцом) предварительный усилитель вместе с эталонным образцом смонтирован на гибкой печатной плате (материал платы – фторопласт армированный керамикой AR350 фирмы ARLON), конец которой механически соединен с вибратором.

Фазовый детектор-интегратор

Фазовый детектор-интегратор, электрическая схема которого показана на рисунке 5, выполнен на основе противофазно коммутируемых с частотой модуляции КРП электронных ключей (DA_2) и интегратора на DA_3 . За счет синхронной коммутации ключей полупериоды сигнала разделяются и поступают на инвертирующий и неинвертирующий входы интегратора, поэтому при одной фазе сигнала напряжение на выходе интегратора повышается, а при противоположной

фазе – понижается. Такая схема фазового детектора-интегратора обладает высокой чувствительностью, так как в ней используется двухполупериодное фазовое детектирование и коэффициент усиления интегратора по постоянному напряжению равен коэффициенту усиления операционного усилителя с разомкнутой цепью обратной связи. Применение фазового детектирования также позволяет подавлять помехи и наводки с частотами, отличными от частоты модуляции.

Управляющее прямоугольное напряжение ключей создается формирователем на базе аналогового компаратора DA_1 из входного опорного напряжения с выхода модулятора.

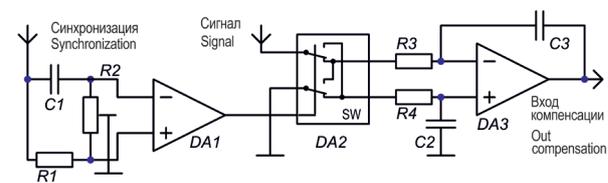


Рисунок 5 – Схема электрическая принципиальная фазового детектора-интегратора

Figure 5 – Schematic of the phase detector-integrator

Остальные электронные узлы измерительного преобразователя для уменьшения электромагнитных наводок также размещены в непосредственной близости к предварительному усилителю на общем заземленном основании. При этом соблюдено следующее правило: блоки генератора, вырабатывающие сигналы возбуждения для колебательной системы динамического конденсатора, размещены на верхней части основания. Заземленное основание играет также роль электромагнитного экрана. При этом основное подавление помех обеспечивается за счет фазового детектирования сигнала, а экранирование играет вспомогательную роль.

Модулятор и фазовый детектор-интегратор размещены на отдельной плате, на которой также смонтирована развязка по питанию. Питание генератора осуществляется непосредственно от внешнего двуполярного источника ± 12 В, а остальная схема питается напряжением ± 8 В от встроенных микромощных стабилизаторов напряжения.

Заключение

Рассмотренные в настоящей работе базовые подходы к разработке малогабаритных измерителей контактной разности потенциалов обеспечивают высокую чувствительность, быстроедей-

ствие и помехозащищенность. Это достигается выбором соответствующих схемотехнических решений, электронного дизайна и конструкций основных узлов измерителя.

Так для возбуждения механических колебаний эталонного образца применен электромеханический модулятор, в котором для обеспечения высокой амплитудно-фазовой стабильности используется модернизированный генератор с мостом Вина. В этом случае захват и поддержание частоты механического резонансного колебания осуществляются без традиционно используемого датчика колебаний.

Модернизирована схема усилителя заряда, в которой предусилитель выполнен по схеме ток-напряжение на базе современных операционных усилителей с фемтоамперными входными токами и низким уровнем шумов. Последнее достигается тем, что для уменьшения влияния паразитных емкостей, электромагнитных наводок, шумов и устранения микрофонного эффекта предварительный усилитель вместе с эталонным образцом смонтированы на гибкой печатной плате, а также с питанием, выполненным по схеме с «плавающей землей». Использование «плавающей земли» позволяет сохранить соотношения потенциалов компонентов зонда неизменными при изменении напряжения компенсации в широком диапазоне.

В модернизированной схеме фазового детектора-интегратора из-за двухполупериодного фазового детектирования коэффициент усиления интегратора по постоянному напряжению равен коэффициенту усиления операционного усилителя с разомкнутой цепью обратной связи, что позволяет в значительной степени повысить его чувствительность. Применение фазового детектирования обеспечивает подавление помех и наводки с частотами, отличными от частоты модуляции.

Преимущество разработанных измерителей контактной разности потенциалов по сравнению с известными аналогами является их малогабаритность, относительная простота и себестоимость, сравнительная быстрота измерений, улучшенное соотношение сигнал/шум и высокая чувствительность, что в совокупности имеет высокое значение для их применения в сканирующих системах, например в сканирующем зонде Кельвина, а также в системах контроля технологических процессов, например при трении.

Список использованных источников

1. Neuhaus, K. Scanning probe microscopy polarization experiments with polycrystalline $Ce_{0.8}Gd_{0.2-x}Pr_xO_{2-\delta}$ and $Ce_{0.8}Y_{0.2}O_{2-\delta}$ single crystals at room temperature / K. Neuhaus [et al.] // Solid State Ionics. – 2015. – 6 p. (doi:10.1016/j.ssi.2015.12.012).
2. Mazhar, M.E. Kelvin probe as an effective tool to develop sensitive p-type CuO gas sensors / M.E. Mazhar [et al.] // Sensors and Actuators B: Chemical. – 2015. – 22 p. (doi:10.1016/j.snb.2015.05.050).
3. Baytekin, H.T. The mosaic of Surface Charge in Contact Electrification / H.T. Baytekin [et al.] // Science. – 2011 – Vol. 333. – P. 308.
4. Casals, N. Influence of Mechanical Stress on the Potential Distribution on a 301 LN Stainless Steel Surface / N. Casals // Journal of The Electrochemical Society, 2015. – Vol. 9. – No 162. – P. 465–472.
5. Шаронов, Г.В. Контроль металлических поверхностей, обработанных алмазным наноточением, по работе выхода электрона / Г.В. Шаронов [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2015. – Т. 6, № 2. – С. 196–203.
6. Vorobey, R.I. Controlling the characteristics of photovoltaic cell based on their own semiconductors / R.I. Vorobey [et al.] // Przegląd Elektrotechniczny. – 2015. – No. 8. – P. 81–85.
7. Shuji, H. Surface state bands on silicon as electron systems in reduced dimensions at atomic scales / H. Shuji // Journal of Physics: Condensed Matter. – 2000. – Vol. 12. – No. 35. – P. 463–495.
8. Kondo, A. Kelvin probe imaging of photo-injected electrons in metal oxide nanosheets from metal sulfide quantum dots under remote photochromic coloration / A. Kondo [et al.] // Nanoscale. – 2015. – No. 7. – P. 12510–12515.
9. Жарин, А.Л. Методы зондовой электрометрии для разработки и исследования свойств перспективных материалов // Перспективные материалы и технологии: монография : в 2 т. / А.Л. Жарин, К.В. Пантелеев, А.К. Тявловский. – Витебск : Изд-во ВГТУ. – 2015. – Т. 1. – 398 с.
10. Li, G. Effect of thermal excitation on intermolecular charge transfer efficiency in conducting polyaniline / G. Li [et al.] // Applied physics letters. – 2004. – Vol. 85. – No. 7. – P. 1187–1189.
11. Klein, U. Contact potential differences measurement: Short history and experimental setup for classroom demonstration / U. Klein, W. Vollmann, A. Paulo // IEEE Transactions on Education. – 2003. – No. 46(3). – P. 338–344.
12. Galembeck, A. Scanning electric potential microscopy imaging of polymers: electrical charge distribution in dielectrics / A. Galembeck [et al.] // Polymer. – 2001. – Vol. 42. – P. 4845–4851.
13. Zharin, A.L. Application Macro- and Micro Kelvin Probe in Tribological Studies / A.L. Zharin // Fundamentals of Tribology and Bridging the Gap between the

Macro- and Micro/Nanoscales. – Netherland : Kluwer Academic Publishers, 2001. – P. 445–466.

14. Пантелеев, К.В. Диагностика локальных изменений пластической деформации по работе выхода электрона / К.В. Пантелеев, А.И. Свистун, А.Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2015. – № 1 (10). – С. 56–63.

15. Пантелеев, К.В. Методы измерений работы выхода электрона для контроля состояния поверхностей в процессе трения / К.В. Пантелеев, А.И. Свистун, А.Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2014. – № 2. – С. 107–113.

16. Danyluk, S. Kelvin probe's stray capacitance and noise simulation / S. Danyluk [et al.] // Приборы и методы измерений. – 2014. – № 1 (8). – С. 94–98.

17. Bourdopoulos, G. Delta-sigma modulators: modeling, design and applications / G. Bourdopoulos [et al.]. – London : Imperial College Press, 2003. – 260 p.

18. Zharin, A.L. Contact Potential Difference Techniques As Probing Tools in Tribology and Surface Mapping / A.L. Zharin // Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology. – Heidelberg : Springer-Verlag, 2010. – P. 687–720.

Design of the contact potentials difference probes

Pantsialeyeu K.U., Mikitsevich U.A., Zharin A.L.

Belarusian National Technical University,
Nezavisimisty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus

Received 15.02.2016

Accepted for publication 22.04.2016

Abstract. The contact potential difference probes distinguished by great variety and produced mostly in the laboratory for specific experimental applications. As a rule, they consist of commercially available instrumentation, and have a number of disadvantages: large dimensions, complexity and high cost, small sensitivity, operating speed, noiseproof, etc. The purpose of this paper is to describe the basic approaches to design of the small dimension, complete contact potential difference probes, providing high sensitivity, operating speed, and noise immunity. In this paper the contact potential difference probe, which is a electrometer with dynamic capacitor plate at about 0.1–5 mm². These probes are could be used in scanning systems, such as a Scanning Kelvin Probe, as well as for controlling system of manufacturing processes, e.g. under friction. The design of such contact potential difference probes conducted using modern electronic components, unique circuitry and design solutions described in detail at paper. The electromechanical modulator applied for mechanical vibrations of the reference sample. To provide a high amplitude and phase stability the upgraded generator with Wien bridge was used instead traditional oscillation sensor. The preamplifier made on the base of modern operational amplifiers with femtoampere current input. The power of the preamplifier designed with «floating ground». It allows keeping the relation constant potential to the probe components when changing over a wide range the compensation voltage. The phase detector-integrator based on the electronic antiphase switches with the modulation frequency of the contact potential difference and the integrator. Fullwave phase detection would greatly increase the sensitivity of the probe. In addition, the application of the phase detection allows suppressing noise and crosstalk at frequencies different from the modulation frequency. The preamplifier and the reference sample mounted on a flexible printed circuit board and the edge mechanically connected with a vibrator. Modulator, phase detector-integrator, and other electronic components placed on a separate board. This design contributes to reduce the influence of electromagnetic interference and noise as well as removing microphonic effects, etc.

Keywords: contact potential difference, CPD, Kelvin probe, CPD probe, electron work function.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-7-15

Адрес для переписки:

Пантелеев К.В.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: nil_pt@bntu.by

Address for correspondence:

Pantsialeyeu K.U.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimisty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus
e-mail: nil_pt@bntu.by

Для цитирования:

Пантелеев К.В., Микитевич В.А., Жарин А.Л.
Построение измерителей контактной разности потенциалов.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 7–15.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-7-15

For citation:

Pantsialeyeu K.U., Mikitsevich U.A., Zharin A.L.
[Design of the contact potentials difference probes].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 7–15 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-7-15

References

1. Neuhaus K., Schulze-Küppers F., Baumann S., Ulbrich G., Lerche M., Wiemhöfer H. Scanning probe microscopy polarization experiments with polycrystalline $Ce_{0.8}Gd_{0.2-x}Pr_xO_{2-\delta}$ and $Ce_{0.8}Y_{0.2}O_{2-\delta}$ single crystals at room temperature. *Solid State Ionics*, 2015, 6 p. (doi:10.1016/j.ssi.2015.12.012).
2. Mazhar M.E., Faglia G., Comini E., Zappa D., Baratto C., Sberveglieri G. Kelvin probe as an effective tool to develop sensitive p-type CuO gas sensors. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2015, 22 p. (doi:10.1016/j.snb.2015.05.050).
3. Baytekin H.T., Patashinski A.Z., Branicki M., Baytekin B., Soh S., Grzybowski B.A. The mosaic of Surface Charge in Contact Electrification. *Science*, 2011, vol. 333, pp. 308–312.
4. Casals N. Influence of Mechanical Stress on the Potential Distribution on a 301 LN Stainless Steel Surface. *Journal of The Electrochemical Society*, 2015, vol. 9, no. 162, pp. 465–472.
5. Sharonov G.V., Zharin A.L., Muhurov N.I., Pantsialeyeu K.U. [Control of metal surfaces, machined in accordance with diamond nanomachining technology, of the electron work function]. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and Methods of Measurements], 2015, vol. 6, no. 2, pp. 196–203 (in Russian).
6. Vorobey R.I., Gusev O.K., Tyavlovsky A.K., Svistun A.I., Shadurskaja L., Yarzhembiyskaja N., Kerczynski K. Controlling the characteristics of photovoltaic cell based on their own semiconductors. *Przeglad Elektrotechniczny*, 2015, no. 8, pp. 81–85.
7. Shuji H. Surface state bands on silicon as electron systems in reduced dimensions at atomic scales. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2000, vol. 12, no. 35, pp. 463–495.
8. Kondo A., Yin G., Srinivasan N., Atarashi D., Sakaia E., Miyauchi M. Kelvin probe imaging of photo-injected electrons in metal oxide nanosheets from metal sulfide quantum dots under remote photochromic coloration. *Nanoscale*, 2015, no. 7, pp. 12510–12515.
9. Zharin A.L., Pantsialeyeu K.U., Tyavlovski A.K. [Methods probe electrometry for the development and study of the properties of advanced materials]. *Perspektivnye materialy i tekhnologii: monografiya* [Perspective materials and technologies: a monograph. In 2 Volumes]. Vitebsk, VSTU, vol. 2, 398 p. (in Russian).
10. Li G., Josowicz M., Janata J., Semancik S. Effect of thermal excitation on intermolecular charge transfer efficiency in conducting polyaniline. *Applied physics letters*, 2004, vol. 85, no. 7, pp. 1187–1189.
11. Klein U., Vollmann W., Paulo A. Contact potential differences measurement: Short history and experimental setup for classroom demonstration. *IEEE Transactions on Education*, 2003, no. 46(3), pp. 338–344.
12. Galembeck A., Costa C., Silva M., Souza E., Galembeck F. Scanning electric potential microscopy imaging of polymers: electrical charge distribution in dielectrics. *Polymer*, 2001, vol. 42, pp. 4845–4851.
13. Zharin A.L. Application Macro- and Micro Kelvin Probe in Tribological Studies. *Fundamentals of Tribology and Bridging the Gap between the Macro- and Micro/Nanoscales*, Netherland, Kliwer Academic Publishers, 2001, pp. 445–466.
14. Pantsialeyeu K.U., Svistun A.I., Zharin A.L. [Methods for local changes in the plastic deformation diagnostics on the work function]. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and Methods of Measurements], 2015, vol. 10, no. 1, pp. 56–63 (in Russian).
15. Pantsialeyeu K.U., Svistun A.I., Zharin A.L. [Methods for work function measurements for the test of a surface in a during friction]. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and Methods of Measurements], 2014, no. 2(9), pp. 107–112 (in Russian).
16. Danyluk S., Dubanevich A.V., Gusev O.K., Svistun A.I., Tyavlovsky A.K., Tyavlovsky K.L., Vorobey R.I., Zharin A.L. Kelvin probe's stray capacitance and noise simulation. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and Methods of Measurements], 2014, no. 1(8), pp. 94–98.
17. Bourdopoulos G., Pnevmatikakis A., Anastassopoulos V., Deliyannis T. Delta-sigma modulators: modeling, design and applications, London, Imperial College Press, 2003, 260 pp.
18. Zharin A.L. Contact Potential Difference Techniques As Probing Tools in Tribology and Surface Mapping. *Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology*, Heidelberg, Springer-Verlag, 2010, pp. 687–720.

УДК 681.5.08

Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive differential system of sensitivity adjustment

Gilavdary I.¹, Mekid S.², Riznookaya N.¹, Abdul Sater A.¹

¹Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus

²King Fahd University of Petroleum & Minerals, Mechanical Engineering Department,
Dhahran, 31261, Saudi Arabia

Поступила 28.12.15

Принята к печати 28.03.2016

The design of a gravi-inertial sensor with an elastically suspended sensing mass exhibiting a maximum sensitivity and minimum noise level is being studied. It is conceived that such a sensor contains a torsion mass-spring system, a capacitive pick-off circuit to detect motions of the sensing mass, and a capacitive system to reduce torsion stiffness. Both capacitive systems are combined into a single differential capacitance electrostatic system. The torsion stiffness is reduced by applying an electric field. Problems resulting from the electrostatic asymmetry of the differential system are studied analytically and numerically. The quasi-static and dynamic modes of the free movement of the sensing mass, in the absence of energy loss, are considered. The angular intervals of stability of the sensing mass movement in the electrostatic field, depending on the differential system asymmetry parameter and a frequency of free oscillations «proof mass», are calculated.

Keywords: Gravi-inertial sensors, capacitive differential sensor, pull-in effect, asymmetry of a differential sensor.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-16-23

Адрес для переписки:

Джилавдари И.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь
e-mail:gilavdary@bntu.by

Address for correspondence:

Gilavdary I.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus
e-mail:gilavdary@bntu.by

Для цитирования:

Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N., Abdul Sater A.
Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive differential system of sensitivity adjustment.

Приборы и методы измерений.

2016. – Т. 7, № 1. – С. 16–23.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-16-23

For citation:

Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N., Abdul Sater A.
Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive differential system of sensitivity adjustment.

Pribory i metody izmerenj [Devices and Methods of Measurements],

2016, vol. 7, no. 1, pp. 16–23.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-16-23

Introduction

Designing a supersensitive gravi-inertial sensors measuring linear and angular accelerations of moving objects with second derivatives of gravitational potential, on the Earth surface and in circumplanetary space is a problem that stands in front of science and developers since the late 50th century until currently [1–6].

Typically such sensors comprise a sensing mass (often called as a movable mass, or proof mass (PM)) retained relative to the housing by an elastic mechanical coupling. This elastic coupling is characterized by a natural frequency of free oscillations of PM along the axis of the sensor sensitivity. In order to increase the sensitivity of the sensor, it is required to reduce this frequency, the internal noise and the noise of a read-out system [7].

Actually the capacitive microelectromechanical (MEM) – accelerometers are broadly known where electrical capacitors are used for reading of the desired signal, and MEM capacitive actuators, where electrical capacitors and electrical fields are used to control the movement of the elastically suspended PM and to drive its resonant frequency.

Actuators usually establish the limits of motion control while the change of the resonant frequencies are limited by the pull-in effect [8]. This effect is due to the fact that, if PM deflects from their equilibrium position, the electrostatic forces will grow faster than the elastic force holding the PM near the equilibrium position. When the electric forces start to exceed the mechanical strength, the system becomes unstable and the PM tends to stick the structural elements of the device carrying electrical charges.

Typically the electric field forces in measuring devices with capacitive readout are too small to achieve the pull-in effect. But there is possibility to adjust the stiffness in a narrow interval [9]. In [10] the gravi-inertial sensor was proposed in which the function of the capacitive sensor and actuator are combined into a single differential capacitive system. In this sensor, it was assumed that the electric field forces are enough to compensate elastic forces in the direction of the sensitive axis. It was assumed that such a combination in the graviinertial sensors will allow achieving maximum sensitivity and minimum level of noise.

Capacitive sensors are non-linear due to the physical properties of electrical capacitors. Therefore, differential electrostatic systems are often used in measuring instruments, because nonlinearity may

be partly compensated there [11]. However, the effect of asymmetry of the differential capacitive systems is still not fully explored. Such study was carried out for a quasi-static displacement of PM in the gravi-inertial sensors [12], where it was shown that it is the asymmetry of the differential electrostatic system that sets a limit to reduce the torsion stiffness of the suspension of PM using the electrostatic field.

The purpose of this work is within the framework of a unified approach to investigate the effect of asymmetry of the nonlinear differential electrostatic system on PM movement in quasi-static mode and in the free oscillation mode as accurately as possible within the selected mathematical model. Research is carried out for a lumped system with one degree of freedom. In this step of research energy losses are not considered.

Investigation of the stability of quasi-static mode of the PM in an electric field

A simplified scheme of a gravi- inertial sensor chosen for the calculations is shown in Figure 1. The description details of this scheme and original calculations of the capacitor with the inclined plate are given in [12].

The elastic M_m torque and the electrical torque M_e affect the PM in this sensor. Dependence of the total torque acting on the PM angle φ deviations from the equilibrium position can be written as [12]:

$$M(\nu) = M_m(\nu) - M_e(\nu) = B \left[k_1 \nu - \frac{8\nu + \gamma(1+\nu)^2}{(1-\nu^2)^2} \right], \quad (1)$$

where: $\nu = \frac{\varphi}{\varphi_m}$; parameter $\varphi_m = \frac{h_0}{L} \ln \left(\frac{a_1}{a_2} \right)$ related

to the geometry of the system; h_0 – the gap between the capacitor's plates when $\varphi=0$;

$$a_1 = \frac{1}{h_0} \ln \left(r + \frac{L}{2} \right), a_2 = \frac{1}{h_0} \ln \left(r - \frac{L}{2} \right);$$

k – the mechanical torsion stiffness;

$$k_1 = \frac{k\varphi_m}{B}; B = \frac{1}{2} \frac{C_0 U^2}{\varphi_m}.$$

When Eq. (1) was used, it was assumed that the total capacity of a first pair of capacitors $C_1 + C_3 = 2C_0$; and the total capacitance of the second pair of capacitors $C_2 + C_4 = (1 + \gamma_1)C_1 + (1 + \gamma_2)C_3 = (2 + \gamma)C_0$, where $\gamma = \gamma_1 + \gamma_2$ – parameter characterizing the asymmetry of an electrostatic system.

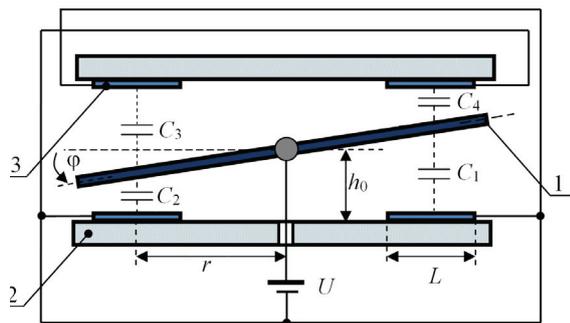


Figure 1 – Model of the differential sensor: 1 – conductive PM; 2 – non-conductive plate; 3 – electrode. The resilient torsion is shown in the PM center

It follows from Eq. (1) that with the absence of an electric field ($U = 0$) the PM is located in a equilibrium position (angle $\nu = 0$). If the electric field is turning on sluggishly, such that the kinetic energy of PM's motion can be neglected, the PM will turn to a new equilibrium position with the angle ν_{st} . By solving the equation $M(\nu) = 0$, we can find the relation between the angle of ν and parameter γ under quasi-static motion of PM:

$$\gamma(\nu) = \nu \frac{(\nu^2 - 1)^2 k_1 - 8}{(\nu + 1)^2}. \quad (2)$$

The dependence of $\gamma(\nu)$ is shown graphically in Figure 2. The calculations shown below will use the parameters of the sensor listed in Table.

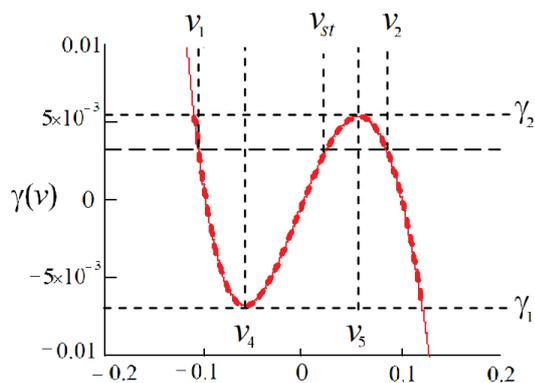


Figure 2 – Dependence $\gamma(\nu)$ is obtained from the equation $M(\nu) = 0$ and the characteristic angles from ν_1 to ν_5 . The angle ν_{st} is the static equilibrium of PM

In this table, the parameter f – natural frequency of the PM when the electric field is switch off ($U = 0$), f_0 – the natural frequency of the PM if the electric field is turned on.

Table

Parameters of the design model of the sensor

$I_z, \text{kg}\cdot\text{m}^2$	$4,914\cdot 10^{-4}$
$k, \text{N}\cdot\text{m}/\text{rad}$	4
f, Hz	14,36
f_0, Hz	2
L, m	0,035
r, m	0,0525
h_0, mm	0,1
φ_m, rad	$1,98\cdot 10^{-3}$
C_0, pF	123,9

In the Figure 2, each value of γ in an interval $\gamma_1 < \gamma < \gamma_2$ corresponds to three values of the angle ν , in which $M = 0$ (analytical values γ_1 and γ_2 are defined below). It is proved beneath that in the angular range between the values ν_1 and ν_2 are corresponding to a specific value γ (in Figure 2, angles ν_1 and ν_2 are matching the value of the parameter $\gamma = 0,003$), the effect of pull-in does not occur, that means the PM deviation from the angle ν_{st} is stable. Solving the Eq. $M(\nu) = 0$ leads to Eq. $g5(\nu) = 0$ with the polynomial of the fifth degree

$$g5(\nu) = (-k_1)\nu^5 + 2k_1\nu^3 + \gamma\nu^2 + (\gamma + 8 - k_1)\nu + \gamma. \quad (3)$$

In general, this equation can not be solved analytically. However, if first term is neglected, one obtains an equation of the third degree $g3(\nu) = 0$, where,

$$g3(\nu) = 2k_1\nu^3 + \gamma\nu^2 + (2\gamma + 8 - k_1)\nu + \gamma. \quad (4)$$

The relations of $g5(\nu)$ and $g3(\nu)$ are compared to each other in the Figure 3. It is obvious that for the sensor with the values taken from the Table in the angular range between ν_1 and ν_2 , the curves practically are coincided.

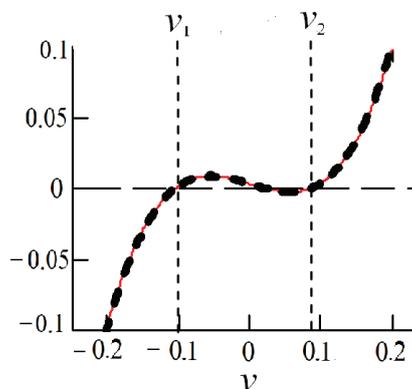


Figure 3 – The relations of $g5(\nu)$ (continuous line) and $g3(\nu)$ (dashed line)

Eq.(4) has an analytical solution. This solution can be found using the trigonometric Vieta formulas [13]. So that, if the polynomial of third order has the form $av^3 + bv^2 + cv + d = 0$, the parameters Q , R , S and ψ have to be determined using the formulas:

$$\begin{aligned} Q &= \frac{1}{9} \left[\left(\frac{b}{a} \right)^2 - 3 \frac{c}{a} \right], \\ R &= \frac{1}{54} \left[2 \left(\frac{b}{a} \right)^3 - 9 \frac{bc}{a^2} + 27 \frac{d}{a} \right], \\ S &= Q^3 - R^2, \\ \psi &= \frac{1}{3} \arccos \left(\frac{R}{Q^{3/2}} \right). \end{aligned} \quad (5)$$

If $S > 0$, the equation $g_3(v) = 0$ has three real roots, and the position of the equilibrium v_{st} and quasi-static PM deviations between the points v_1 and v_2 are stable. Graph of $signS(\gamma)$ in the sensor is shown in Figure 4.

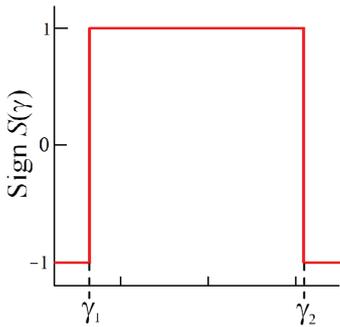


Figure 4 – The relation of the parameter $sign S(\gamma)$

It can be seen that in the range $\gamma_1 < \gamma < \gamma_2$ the parameter $S > 0$ indeed. In this case, the roots of the equation (4) follow to (6):

$$\begin{aligned} v_1 &= 2\sqrt{Q} \cos \psi - \frac{1}{3} \frac{b}{a}, \\ v_2 &= -2\sqrt{Q} \cos \left(\psi + \frac{2\pi}{3} \right) - \frac{1}{3} \frac{b}{a}, \\ v_3 \equiv v_{st} &= -2\sqrt{Q} \cos \left(\psi - \frac{2\pi}{3} \right) - \frac{1}{3} \frac{b}{a}. \end{aligned} \quad (6)$$

Using the parameters from the Table, if $\gamma = 0.003$, one has $v_1 = -0,10534(-0,10561)$, $v_2 = 0,08450(0,08468)$, $v_{st} = 0,02066(0,02066)$. Here in parentheses are shown the values of the roots obtained while solving the equation $g_5(v) = 0$.

The angles v_4 and v_5 , corresponding to the extreme values of the parameter γ (shown in Figure 2),

are the real roots of an algebraic equation of the fourth order:

$$3v^4 + 8v^3 + 6v^2 - \left(1 - \frac{8}{k_1} \right) = 0. \quad (7)$$

This equation can be solved analytically. If to denote $u = f_0/f$, and to introduce the designation as:

$$z_1(u) = \frac{8}{27}(1+u)(1-u^2); \quad (8)$$

$$z_2(u) = \sqrt{4z_1(u)^{1/3} + 9z_1(u)^{2/3} + 4(1-u^2)}; \quad (9)$$

$$z_3(u) = \frac{\sqrt{16\sqrt{z_1(u)} + z_2(8z_1(u)^{1/3} - 9z_1(u)^{2/3}) - 4z_2(1-u^2)}}{6z_1(u)^{1/6} z_2(u)^{1/2}}, \quad (10)$$

the angles v_4 and v_5 are determined by the formulas:

$$\begin{aligned} v_4(u) &= \frac{z_2(u)}{6z_1(u)^{1/6}} - z_3(u) - \frac{2}{3}; \\ v_5(u) &= \frac{z_2(u)}{6z_1(u)^{1/6}} + z_3(u) - \frac{2}{3}. \end{aligned} \quad (11)$$

Extreme values of parameter γ can be calculated from Eq. (2), namely $\gamma_1 = \gamma(v_4)$, and $\gamma_2 = \gamma(v_5)$.

It should be noted that the angles v_4 and v_5 do not depend on γ , but depend only on the parameter u . Therefore, we can create the relation of $\gamma_1(u) = \gamma(v_4(u))$ and $\gamma_2(u) = \gamma(v_5(u))$ which give an idea about the actual achievable minimum values of frequency f_0 , determining the sensitivity of the sensor for a given value of the parameter γ . The required relations for the sensor with the parameters for Table are shown in Figure 5.

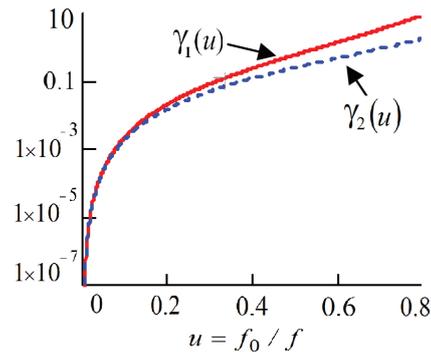


Figure 5 – Dependence of the maximum permissible values of a parameter γ in the mode of quasi-static stability of the PM on the relative frequency u

Investigation of the stability of free oscillations of the PM in an electric field

Stability of free oscillations of PM is determined by the relations of the potential energy $W_{pot}(\varphi)$ of the angle φ . Integrating $M(\varphi)$, if $W_{pot}(0)=0$, gives:

$$W_{pot}(v) = B\varphi_m v \left[\frac{k_1 v(1-v^2) - 2(\gamma+4)v - 2\gamma}{2(1-v^2)} \right]. \quad (12)$$

The relation of $W_{pot}(v)$ for the symmetric and asymmetric sensors is shown in Figure 6. It shows that the asymmetry of the capacitance of the system disturbs the symmetry of the potential well. Angles $v = v_{01}$ and $v = v_{02}$ are the extreme values range of stability of the sensor in case of $\gamma = 0$. Similarly, angles $v = v_1$ and $v = v_2$ have the same sense, but in case when $\gamma = 0,003$.

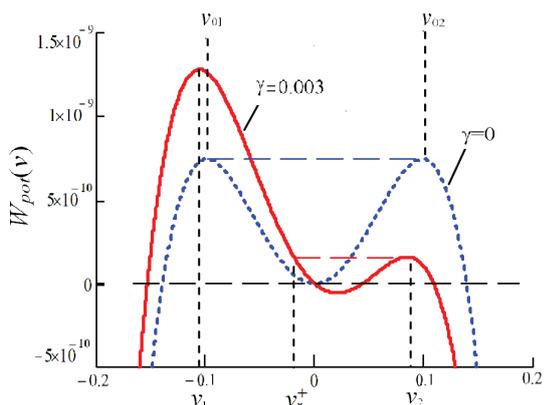


Figure 6 – The relation of the potential energy $W_{pot}(v)$ with respect to the angle of deflection PM, when $\gamma = 0$ и $\gamma = 0,003$

Figure 6 indicates that, if $\gamma > 0$, the free movement of PM can exist only in the interval of angles $v_r^+ < v < v_2$. Angle v_r^+ can be named as «a turning point». PM velocity is absent at the point v_2 . The angle v_r^+ will be defined below analytically.

It is easy to see the characteristic features dynamics of a stable movement PM in symmetric and asymmetric sensors from their phase portraits. If a velocity PM is absent in the point $v = v_2$, according to the law of conservation of energy, the formula of the angular velocity $\mu(v)$ of PM with respect to the angle v is

$$\mu(v) = \pm \sqrt{\frac{2}{I_z} [W_{pot}(v_2) - W_{pot}(v)]}. \quad (13)$$

The phase trajectories are shown in Figure 7. When $\gamma = 0$, these trajectories correspond to a stable system in the range $v_{01} < v < v_{02}$, and when $\gamma = 0,003$, a stable system is in the range $v_r^+ < v < v_2$.

To calculate the angle v_r^+ , the equation $\mu(v) = 0$ has to be solved. From equations (12) and (13), introducing the notations:

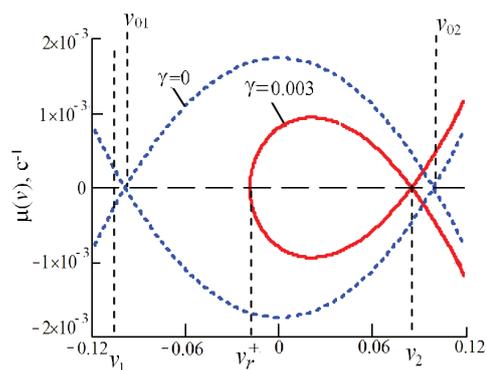


Figure 7 – The phase curves of the free movement of PM when $\gamma = 0$ and $\gamma = 0,003$

$$\begin{aligned} k_r &= k_1(1-v_2^2), a_r = k_r, b_r = v_2 k_r, \\ c_r &= 2\gamma(1+v_2) - k_r + 8, d_r = 2\gamma(1+v_2), \end{aligned} \quad (14)$$

the equation determining v_r^+ follows to (15):

$$a_r v_r^3 + b_r v_r^2 + c_r v_r + d_r = 0. \quad (15)$$

Using Vieta formulas of (5)–(6) and the value of angle $v_2 = 0,08468$, obtained above, for sensor parameters in Table and for $\gamma = 0,003$, it can be found $v_r^+ = -0,01878$. Then the interval of stable free oscillations of PM will be determined by the formulas:

when $\gamma > 0$, this interval is given by:

$$\Delta_d^+ = v_2 - v_r^+; \quad (16)$$

when $\gamma < 0$, this interval is given by:

$$\Delta_d^- = v_r^- - v_1, \quad (17)$$

where v_r^+ and v_r^- – the coordinates of «turning points» when $\gamma > 0$ and $\gamma < 0$, respectively.

In general, in contrast to the stability of the quasi-static intervals of PM movement, where the formula for calculating the boundary points does not depend on the sign of γ , the calculation of intervals of dynamic stability determined in Eq.(16) and Eq.(17) should be carried out separately for $\gamma > 0$ and for $\gamma < 0$, because dependence of v_r^+ and v_r^- on γ . The formulas for the calculation of v_r^- differ from similar formulas for v_r^+ by replacing v_2 to v_1 in the formulas (14).

The calculations of Δ_d^+ and Δ_d^- with respect to the parameter γ are shown in Figure 8.

Here a similar relation for the stability of the quasi-static range $\Delta v_{st} = v_2 - v_1$ is also shown. Figure 8 shows that the intervals of dynamic stability de-

creases sharply with increasing γ while the range of static stability changes only slightly throughout the range of acceptable values γ .

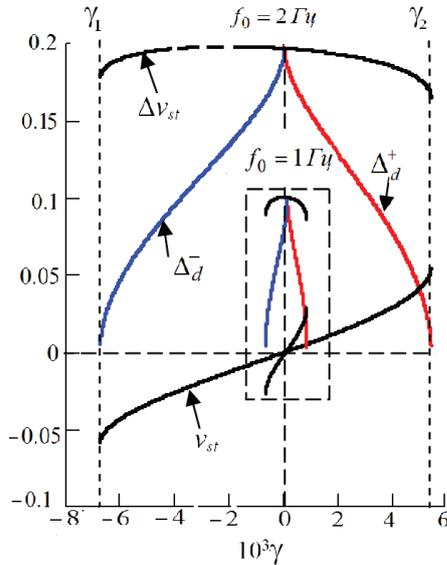


Figure 8 – The relation of static Δv_{st} and dynamics Δ_d^+ , and Δ_d^- stables angular intervals, and also the angle of static equilibrium v_{st} with respect to the asymmetry parameter γ when the value of the natural frequency $f_0=2$ Hz. In the rectangle highlighted in dashed lines, shows similar curves calculated with the same scale, when $f_0=1$ Hz

It is also seen that the interval of acceptable values of the asymmetry parameter γ and the interval of rotation angles of PM, where the static and dynamic resistance are kept sharply narrow with decreasing the resonance frequency f_0 , or with decreasing torsion stiffness.

Conclusion

It is impossible to achieve the ideal symmetry of the differential capacitive systems experimentally. There were no systematic studies of the effect of such asymmetry on the resulting stiffness of the suspensions of PM in gravi-inertial sensors taking into account their non-linearity.

In this paper it was found, in both quasi-static and dynamic modes of PM's free movement, that the asymmetry of the differential electrostatic system is the most important factor limiting the ability to reduce the stiffness of the suspension, or, the sensitivity of the sensor using an electric fields.

It is shown that the asymmetry of the differential capacitive system limits the area of the sustainability of PM's free oscillations much greater than the area of the quasi-static stability.

On the other side, the symmetry has to sharply increase with significant decrease of the its PM's natural frequency due to the electric field. Particularly, values of the natural frequency f_0 , equal to 4 Hz, or 2 Hz, or 1 Hz, can be obtained in the model of the sensor, which has the natural frequency in the absence of an electric field is $f \approx 14$ Hz, in case if the voltage source of the electric field are respectively 170,876 V, or 176,185 V, or 177,487 V. In these cases, the free oscillation of PM will be stable with respect to the angular interval $\Delta_d^+ = 0.04$ (or in absolute values about 16 arc second), if the value of asymmetry γ doesn't exceed 4 %, 0,5 %, or 0,05 %. respectively. The last result imposes very strict requirements for sensor technology production.

Further investigation of the gravi-inertial differential capacitive sensor system's dynamics have to consider energy losses for friction and for the current flow in resistors of an electrical circuit during PM free and forced motion.

References

1. Milatz J.M.W., van Zolingen J.J. The Brownian Motion of Electrometers. *Physica*, 1953, vol. 19, issue 1, pp. 181–194.
2. Forward R.L. Measurement of static field gradient: US Patent no. 3273397, Filed 05.06.1964.
3. Bell C.C. Torsionally resonant gravity gradient sensor: US Patent no. 3564921, Filed 23.02.1971.
4. Dias R.A., Cretu E., Wolffenbittel R., Rocha L.A. Pull-in-based μg -resolution accelerometer: Characterization and noise analysis. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2011, vol. 172(1), pp. 47–53.
5. Trusov A.A. Ultra high quality factor and wide dynamic range inertial MEMS for north-finding and tracking applications. *Whitepaper* Available at: <http://www.alexandertrusov.com/uploads/pdf/2013-UCI-Trusov-whitepaper-FM-IMU.pdf> (accessed 01.12.2015).
6. Forward R., Bell C., Morris J. Rotating gravitational sensors. *Gravity Research Foundation Essay*. Available at: http://www.gravityresearchfoundation.org/pdf/awarded/1965/forward_bell_morris.pdf (accessed 19.12.2015).
7. Bernstein J. An Overview of MEMS Inertial Sensing Technology. *Sensors online*. Available at: <http://www.sensormag.com/sensors/acceleration-vibration/an-overview-mems-inertial-sensing-technology-970> (accessed: 19.02.2015).
8. Zhang W.M., Yan H., Peng Z.K. Electrostatic pull-in instability in MEMS/NEMS: A review. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2014, vol. 214, pp. 187–218.
9. Fuligni F., Lorenzini E., Bordoni E., Lazarewicz A.R., Iafolla V. Development of a High-Sensitivity, Non-Cryogenic Astrophysical Gravity Gradiometer for Space-

borne Use Observatory. *Proceedings of 14th Annual Gravity Gradiometry Conference, United States Air Force Academy, Colorado Springs, Colorado, 11–12 February 1986*. USA, 1986, pp. 374–392.

10. Mekid S., Gilavdary I. Differential capacitance torque sensor: US Patent no. 8893563, Nov. 25, 2014.

11. McNeil A., Lin Y., Miller T. Differential capacitive sensor and method of making same: US Patent no. 7610809, Nov. 3, 2009.

12. Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N. [Controlling of sensitivity of the sensor with differential electrostatic transducers]. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and methods of measurements], 2015, vol. 6, no. 2, pp. 163–172 (in Russian).

13. Korn G.A., Korn T.M. *Mathematical handbook for scientists and engineers: definitions, theorems, and formulas for reference and review*. New York, Dover Publications, 2000, 1130 p.

Статическая и динамическая стабильность гравиинерциального датчика с емкостной дифференциальной системой управления чувствительностью

Джилавдари И.¹, Мекид С.², Ризноокая Н.¹, Абдул Сатер А.¹

¹Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь

²Университет нефти и полезных ископаемых короля Фахда,
31261, Дхахран, Саудовская Аравия

Поступила 05.01.2016

Принята к печати 08.02.2016

Изучается конструкция гравиинерциального датчика с упруго подвешенной массой, обладающего максимальной чувствительностью и минимальным уровнем шума. Датчик содержит упругий торсион, электростатическую емкостную систему измерения движения подвижной массы и электростатическую емкостную систему уменьшения крутильной жесткости торсиона. Обе емкостные системы объединены в единую дифференциальную емкостную электростатическую систему. Аналитически и численно изучаются проблемы, возникающие в результате асимметрии этой системы. Исследуются квазистатический и динамический режимы свободного движения подвижной массы при отсутствии потерь энергии. Рассчитываются угловые интервалы устойчивости движения подвижной массы в электростатическом поле в зависимости от параметра асимметрии дифференциальной системы и от частоты свободных колебаний.

Ключевые слова: гравиинерциальные датчики, емкостной дифференциальный сенсор, эффект залипания, асимметрия дифференциального сенсора.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-16-23

Адрес для переписки:

Джилавдари И.

Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь
e-mail:gilavdary@bntu.by

Address for correspondence:

Gilavdary I.

Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus
e-mail:gilavdary@bntu.by

Для цитирования:

Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N., Abdul Sater A.
Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive
differential system of sensitivity adjustment.

Приборы и методы измерений.

2016. – Т. 7, № 1. – С. 16–23.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-16-23

For citation:

Gilavdary I., Mekid S., Riznookaya N., Abdul Sater A.
Static and dynamic stability of gravi-inertial sensors with capacitive
differential system of sensitivity adjustment.

Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements],
2016, vol. 7, no. 1, pp. 16–23.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-16-23

УДК 535.327

Прибор для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов методом «возбуждение-зондирование» в субмикросекундном диапазоне

Глазунов И.В.¹, Скопцов Н.А.¹, Маляревич А.М.¹, Юмашев К.В.¹, Лойко П.А.²

¹Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь

²Королевский технологический институт,
SE-16440 Шиста, Швеция

Поступила 23.03.2016

Принята к печати 25.04.2016

Применение пассивных затворов для управления длительностью импульсов оптического излучения является актуальной задачей в миниатюрных и микрочип лазерах. Одной из ключевых спектроскопических характеристик, определяющих свойства материала, который может быть использован в качестве пассивного затвора, является время релаксации его просветленного состояния. В статье описан прибор для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов методом «возбуждение-зондирование» в субмикросекундном временном диапазоне. Представлены его структура и характеристики. Прибор позволяет измерять времена релаксации просветления у материалов, поглощающих на длине волны 1,5 мкм, т.е., в частности, у сред, легированных ионами кобальта Co^{2+} . Приведены результаты тестовых испытаний прибора, а также измерено время релаксации просветленного состояния нового материала – ситалла с кристаллической фазой $\text{Co}^{2+}:\text{Ga}_2\text{O}_3$ – оно составило 190 ± 6 нс.

Ключевые слова: время релаксации просветленного состояния, метод «возбуждение-зондирование», ионы кобальта, ситалл, оксид галлия.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-24-31

Адрес для переписки:

Маляревич А.М.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь
e-mail: malyar@bntu.by

Address for correspondence:

Malyarevich A.M.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus
e-mail: malyar@bntu.by

Для цитирования:

Глазунов И.В., Скопцов Н.А., Маляревич А.М., Юмашев К.В.,
Лойко П.А.
Прибор для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов методом «возбуждение-зондирование» в субмикросекундном диапазоне.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 24–31.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-24-31

For citation:

Glazunov I.V., Skoptsov N.A., Malyarevich A.M., Yumashev K.V.,
Loiko P.A.
[Device for measurement of relaxation time of the bleached state of optical materials by the «pump-probe» method in sub- μs time domain].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 24–31 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-24-31

Введение

В современных лазерах используются различные устройства для управления характеристиками их излучения. Для управления длительностью лазерных импульсов могут использоваться активные и пассивные затворы. Преимущество пассивных затворов – отсутствие внешних управляющих устройств. Пассивные затворы – модуляторы – управляют длительностью лазерных импульсов вследствие изменения своего пропускания. Под воздействием мощного оптического излучения их начальное пропускание увеличивается (поглощение уменьшается и наступает «просветление»), что позволяет сформировать короткий лазерный импульс. Материалы с такими качествами называются просветляющимися средами. Одной из ключевых спектроскопических характеристик, определяющих свойства материала, который может быть использован в качестве пассивного затвора в лазере, является время релаксации его просветленного состояния τ [1, 2], т.е. такого состояния, когда его пропускание выше обычного.

Твердотельные лазерные среды – активные и пассивные – приобретают свои качества, как правило, благодаря легированию определенными ионами. Каждый ион характеризуется своей уникальной структурой уровней энергии. Для корректного описания сложной энергетической структуры ионов используются упрощенные модели. Представленная на рисунке 1 трехуровневая модель учитывает поглощение из основного состояния 1 (переход $1 \rightarrow 3$), наличие сверхбыстрого перехода $3 \rightarrow 2$ и время восстановления начального («обычного») поглощения τ за счет перехода $2 \rightarrow 1$. Поглощение изменяется из-за мощного оптического воздействия на длине волны, соответствующей переходу $1 \rightarrow 3$, которое переводит значительную часть ионов из основного состояния в возбужденное состояние 3 и вызывает уменьшение поглощения. Восстановление начального поглощения иначе называется релаксацией просветленного состояния. Оно может происходить как путем обратного перехода $3 \rightarrow 1$, так и через систему других состояний. В рамках модели это последовательный переход $3 \rightarrow 2 \rightarrow 1$. В общем случае время перехода $3 \rightarrow 2$ считается бесконечно коротким, а время жизни состояния 2 определяет время релаксации просветленного состояния материала τ .

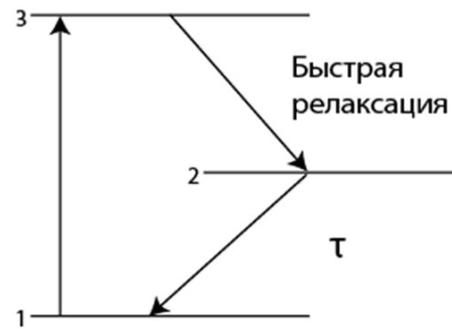


Рисунок 1 – Спектроскопическая модель просветляющихся сред

Figure 1 – Spectroscopic model of bleachable media

Время релаксации просветленного состояния можно измерять т.н. прямым методом – по времени затухания люминесценции, обусловленной переходами из долгоживущего (метастабильного) состояния (в модели на рисунке 1 ему соответствует уровень 2). Однако для достаточно большого количества материалов, используемых для пассивной модуляции добротности лазеров, квантовый выход люминесценции очень мал, так что зарегистрировать сигнал люминесценции не представляется возможным.

В этом случае для установления величины времени релаксации просветленного состояния используют метод «возбуждение-зондирование» [3]. В этом методе время τ определяется по кинетике восстановления поглощения после короткого мощного возбуждающего импульса оптического излучения при помощи слабого по мощности импульса зондирования. Зондирующий импульс «проверяет» степень поглощения и фиксирует пропускание материала в момент своего прихода через определенное время после мощного возбуждения. Для измерения разных по длительности величин τ используются разные реализации метода. Например, для измерения τ фемто- или пикосекундной длительности применяют метод оптического стробирования. Это метод задержки прихода зондирующего импульса в возбужденный материал с помощью изменения длины пути, который проходит этот импульс в пространстве по сравнению с возбуждающим. Однако для наносекундных характеристических времен τ этот способ неприемлем, поскольку за 1 нс свет проходит в воздухе путь, равный 30 см, и для задержки зондирующего импульса на субмикросекундные времена необходимо создавать в пространстве протяженные (до десятков метров) линии.

В данной работе представлен прибор, который позволяет измерять время релаксации просветленного состояния оптических материалов в наносекундном временном диапазоне.

Принципиальное устройство измерителя

Измеритель состоит из следующих элементов и устройств (рисунок 2): лазерный источник импульсного возбуждающего излучения 1, лазерный источник зондирующего излучения 2, модулятор 3, зеркала 4, 8 и 10, фокусирующие линзы 5 и 9, ловушка для покидающего образец возбуждающего излучения 6, исследуемый образец 7, быстрый фотодетектор 11, сигнал с которого передается на осциллограф 12.

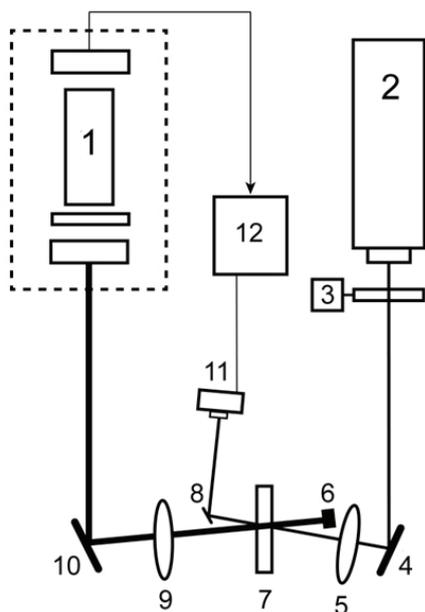


Рисунок 2 – Принципиальная схема прибора для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов: 1 – источник возбуждающего излучения; 2 – источник зондирующего излучения; 3 – модулятор с блоком питания; 4, 8, 10 – зеркала; 5, 9 – линзы; 6 – ловушка; 7 – образец; 11 – фотодетектор; 12 – осциллограф

Figure 2 – Principal scheme of the device for measuring of relaxation time of the bleached state for optical materials: 1 – source of excitation light; 2 – source of probe light; 3 – modulator with a power supply; 4, 8, 10 – mirrors; 5, 9 – lenses; 6 – light trap; 7 – sample; 11 – photodetector; 12 – oscilloscope

Возбуждающее излучение после отражения в поворотном зеркале 10 фокусировалось в исследуемый образец 7 линзой 9 с фокусным рас-

стоянием $f = 25$ мм. Диаметр сфокусированного пятна излучения составлял 160 мкм. При этом диаметр пучка зондирующего излучения на образце был 80 мкм, что обеспечивало требуемое в соответствии с методом «возбуждение-зондирование» соотношение размеров этих пучков (рисунок 3). Прошедшее через образец возбуждающее излучение поглощалось ловушкой 6, которая препятствует его выходу за пределы прибора.

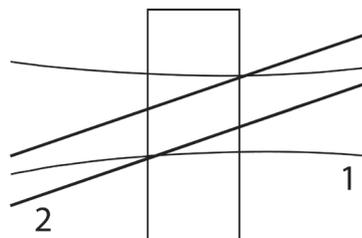


Рисунок 3 – Расположение в исследуемом образце возбуждающего (1) и зондирующего (2) пучков по методу «возбуждение-зондирование»

Figure 3 – Orientation of pump (1) and probe (2) beams in the studied sample for the «pump-probe» method

В качестве зондирующего используется излучение непрерывного лазера 2, которое прерывается механическим модулятором 3 с частотой единицы – сотни килогерц. Изменение частоты модуляции (т.е. продолжительности регистрации фотоприемником зондирующего сигнала) позволяет варьировать диапазон характерных длительностей времен релаксации просветления, которые можно измерять с помощью прибора, от единиц до сотен наносекунд. Зондирующее излучение после отражения в поворотном зеркале 4 фокусировалось в образец 7 линзой 5. Прошедшее образец зондирующее излучение направлялось зеркалом 8 на фотоприемник 11 (*Hamamatsu C 5460*), подключенный к цифровому осциллографу 12 производства фирмы *Gwinstek*.

Прибор для измерения времени релаксации просветления материалов с ионами Co^{2+}

В описанном выше измерителе выбор длин волн возбуждения и зондирования, а также частоты модуляции зондирующего сигнала позволяет проводить измерения времен релаксации просветленного состояния материалов, легированных различными ионами. В данной работе описан прибор, предназначенный для

измерения величины τ в материалах с ионами кобальта Co^{2+} .

Структура уровней энергии тетракоординированного иона кобальта Co^{2+} представлена на рисунке 4.

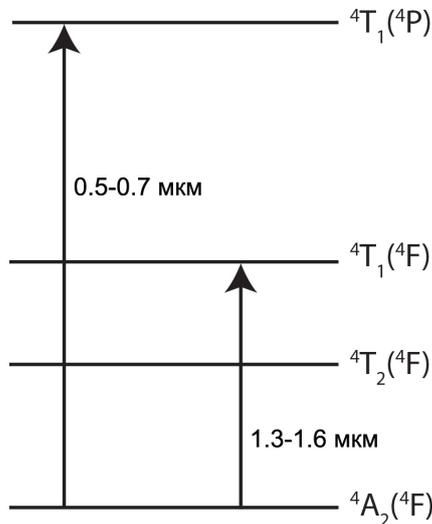


Рисунок 4 – Структура уровней энергии тетракоординированного иона кобальта Co^{2+}

Figure 4 – Scheme of energy levels of Co^{2+} ions in tetrahedral field

Видно, что возбуждение в области длин волн 1,3–1,6 мкм (переход ${}^4\text{A}_2({}^4\text{F}) \rightarrow {}^4\text{T}_1({}^4\text{F})$) приводит к уменьшению поглощения для всех переходов из основного состояния ${}^4\text{A}_2({}^4\text{F})$ и, следовательно, для перехода ${}^4\text{A}_2({}^4\text{F}) \rightarrow {}^4\text{T}_1({}^4\text{P})$ в области длин волн 0,5–0,7 мкм. В разработанном приборе источником возбуждающего излучения (рисунок 2, элемент 1) служит лазер на основе стекла с ионами Er^{3+} и Yb^{3+} (длина волны излучения – 1,54 мкм). Зондирование осуществляется излучением гелий-неонового лазера на длине волны 632,8 нм, которое модулируется с частотой 1 кГц. Зондирующее излучение регистрирует изменение количества ионов Co^{2+} в основном состоянии по изменению поглощения из этого состояния для перехода ${}^4\text{A}_2({}^4\text{F}) \rightarrow {}^4\text{T}_1({}^4\text{P})$ по сравнению с «обычным» поглощением. В момент прихода в образец возбуждающего импульса фотоприемник регистрирует увеличение достигшей его мощности зондирующего излучения (пропускание материала возрастает, см. рисунок 5).

В дальнейшем регистрация фотоприемником изменения мощности зондирующего излучения во времени позволяет фиксировать кинетику изменения поглощения и определять

величину времени релаксации просветленного состояния τ .

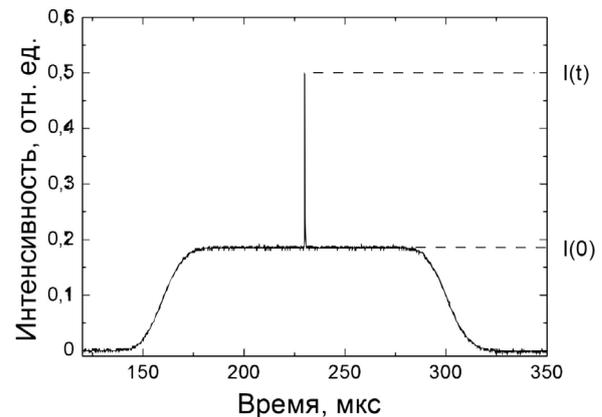


Рисунок 5 – Изменение регистрируемого фотоприемником сигнала во времени. Острый выброс на фоне модулированного сигнала представляет собой изменение пропускания материала вследствие его просветления и последующую релаксацию просветленного состояния

Figure 5 – Variation of the signal measured by the photodetector with time. Sharp spike on the modulated signal represents variation of the sample transmission due to its bleaching and subsequent relaxation of the bleached state

В качестве источника возбуждающего излучения использовался созданный лазер с активным элементом на основе фосфатного стекла, активированного ионами эрбия Er^{3+} и иттербия Yb^{3+} (Kigre QE-7s), который имел форму стержня длиной 50 мм и диаметром 3 мм. Резонатор лазера длиной 165 мм был образован «глухим» сферическим зеркалом с радиусом кривизны $R = 1$ м и плоским выходным с пропусканием $T = 10\%$. Активный элемент располагался на расстоянии 50 мм от «глухого» зеркала, между активным элементом и выходным зеркалом располагался пассивный затвор. Пассивный затвор с просветляющими покрытиями на рабочих поверхностях был изготовлен из кристалла алюмомагниевого шпинели с ионами кобальта $\text{Co}^{2+}:\text{MgAl}_2\text{O}_4$ и имел начальное пропускание $T = 82\%$ на длине волны лазерной генерации 1,54 мкм. В такой конфигурации резонатора лазер с частотой 1 Гц генерировал импульсы излучения длительностью 85 нс и энергией 2,4 мДж.

Результаты измерений

Прибор проверялся на соответствие получаемых с его помощью результатов литератур-

ным данным. В качестве тестового материала был выбран кристалл алюмомагниевого шпинели $MgAl_2O_4$, легированной ионами кобальта Co^{2+} . Экспериментальные данные показали моноэкспоненциальный характер релаксации просветления, поэтому они моделировались зависимостью:

$$\Delta\alpha(t) = A \exp(-t / \tau),$$

где изменение во времени t коэффициента поглощения $\Delta\alpha = \alpha_0 - \alpha(t) = \ln(I(t)/I_0)$; α_0 – начальный (в невозбужденном состоянии) коэффициент поглощения; I – интенсивность регистрируемого фотоприемником зондирующего излучения (рисунок 5); A – числовой коэффициент. Измеренное время релаксации просветленного состояния составило $\tau = 320 \pm 10$ нс (рисунок 6), что согласуется с данными для $Co^{2+}:MgAl_2O_4$ из работ [4, 5].

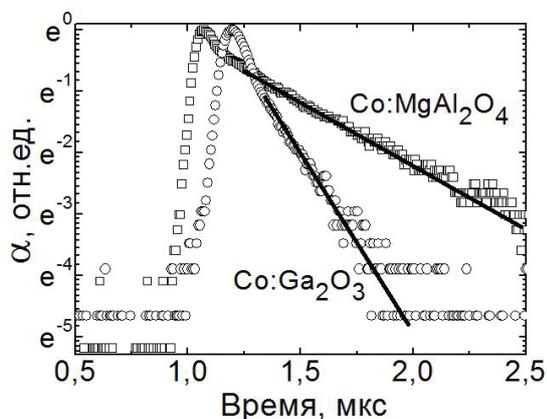


Рисунок 6 – Кинетика релаксации просветленного состояния образцов, легированных ионами Co^{2+} : алюмомагниевого шпинели $MgAl_2O_4$ и ситалла с кристаллической фазой Ga_2O_3 (точки – экспериментальные данные; линии – результаты моделирования в приближении моноэкспоненциальной зависимости)

Figure 6 – Kinetics of relaxation of the bleached state for the samples doped with Co^{2+} ions: magnesium aluminum spinel $MgAl_2O_4$ and glass-ceramics with the Ga_2O_3 crystalline phase (points – experimental data; lines – modeling with a single-exponential law)

С помощью созданного прибора проведены измерения для нового материала – ситалла с кристаллической фазой $Co^{2+}:Ga_2O_3$, изготовленного в НИТИОМ ВНИЦ «ГОИ им. С.И. Вавилова». Недавно было показано, что этот материал позволяет осуществлять пассивную модуляцию добротности эрбиевого лазера с диодной накачкой [6]. В этой же работе описаны кристаллографические характеристики и спектр поглощения данного

материала. На рисунке 6 приведены экспериментальные данные по релаксации просветления и результаты их моноэкспоненциальной аппроксимации. На основании моделирования время релаксации просветленного состояния у исследованного материала составило $\tau = 190 \pm 6$ нс. Полученный результат лежит в том же временном диапазоне, что и литературные данные для ионов кобальта в оксидных матрицах (см. таблицу).

Таблица / Table

Время релаксации просветленного состояния τ ионов Co^{2+} в оксидных материалах
Relaxation time of the bleached state τ of Co^{2+} ion in oxide materials

Материал с ионами Co^{2+} / Material with Co^{2+} ions	τ , нс / τ , ns	Источник / Reference
Монокристалл / Single crystal		
$MgAl_2O_4$	200÷350	[4, 5]
$LiGa_5O_8$	130	[7]
$LaMgAl_{11}O_{19}$	220	[7]
$ZnGa_2O_4$	350	[8]
Ситалл с кристаллической фазой / Glass-ceramics with crystalline phase		
$MgAl_2O_4$	120÷300	[9]
$ZnGa_2O_4$	700÷1000	[10]
ZnO	890	[11]
Zn_2SiO_4	830	[12]
Ga_2O_3	190	Данная работа / This work

Заключение

Разработан прибор для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов. В основу работы измерителя положен метод «возбуждение-зондирование». В состав измерителя входят лазерные источники возбуждающего и зондирующего излучения, блок образцов и система регистрации.

Прибор позволяет измерять время релаксации просветления субмикросекундного диапазона для материалов, поглощающих на длине волны 1,54 мкм. С его помощью определено время

релаксации просветленного состояния у алюмосиликатного ситалла с кристаллической фазой $\text{Co}^{2+}:\text{Ga}_2\text{O}_3$, которое составило 190 ± 6 нс.

Список использованных источников

1. Пилипович, В.А. Оптические квантовые генераторы с просветляющимися фильтрами / В.А. Пилипович, А.А. Ковалев. – Минск : Наука и техника, 1975.

2. Маляревич, А.М. Твердотельные просветляющиеся среды / А.М. Маляревич, К.В. Юмашев. – Минск : Изд. БНТУ, 2008. – 204 с.

3. Сверхкороткие световые импульсы / под ред. С. Шапиро, пер. с англ. – М. : Мир, 1981. – 456 с.

4. Denker, B. The efficient saturable absorber for $1.54 \mu\text{m}$ Er:glass lasers / B. Denker [et al.] // *Advanced Solid State Lasers*, Seattle, USA, January 1999. M.M. Fejer [et al.], Eds. – OSA TOPS Proceedings. – 1999. – Vol. 26. – P. 618–620.

5. Yumashev, K.V. Nonlinear absorption properties of $\text{Co}^{2+}:\text{MgAl}_2\text{O}_4$ crystal / K.V. Yumashev [et al.] // *Applied Physics B*. – 2000. – Vol. 70, no. 2. – P. 179–184.

6. Loiko, P.A. Glass-ceramics with $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3:\text{Co}^{2+}$ nanocrystals: Saturable absorber for $1.5\text{--}1.7 \mu\text{m}$ Er lasers / P.A. Loiko [et al.] // *Laser Physics Letters*. – 2015. – Vol. 12. – P. 035803-1–5.

7. Yumashev, K.V. Excited state absorption and passive Q-switch performance of Co^{2+} doped oxide crystals /

K.V. Yumashev [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2002. – Vol. 341, no. 1. – P. 366–70.

8. Duan, X.L. Synthesis and optical properties of transparent $\text{ZnO-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ glass-ceramics embedded with cobalt-doped nanocrystals / X.L. Duan [et al.] // *Nanotechnology*. – 2007. – Vol. 18, no. 17. – P. 175609.

9. Malyarevich, A.M. Optical absorption and luminescence study of cobalt-doped magnesium aluminosilicate glass-ceramics / A.M. Malyarevich, I.A. Denisov, K.V. Yumashev, O.S. Dymshits, A.A. Zhilin // *Journal of the Optical Society of America B*. – 2002. – Vol. 19, no. 8. – P. 1815–1821.

10. Denisov, I.A. Linear and nonlinear optical properties of cobalt-doped zinc aluminum glass ceramics / I.A. Denisov [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 2003. – Vol. 93. – P. 3827–3831.

11. Скопцов, Н.А. Новая просветляющаяся среда на основе стеклокерамики с нанокристаллами $\text{Co}^{2+}:\text{ZnO}$ для инфракрасных лазеров / Н.А. Скопцов [и др.] // Матер. 7-й междунаучно-техн. конф. «Приборостроение–2014» (19–21 ноября 2014 г.). – Минск : Изд. БНТУ, 2014. – С. 381–382.

12. Глазунов, И.В. Спектроскопические свойства ситаллов, содержащих нанокристаллы $\text{Co}^{2+}:\text{Zn}_2\text{SiO}_4$ / И.В. Глазунов [и др.] // Матер. 8-й Междунаучно-техн. конф. «Приборостроение–2015» (25–27 ноября 2015 г.). – Минск : Изд. БНТУ, 2015. – Т. 2. – С. 43–45.

Device for measurement of relaxation time of the bleached state of optical materials by the «pump-probe» method in sub- μ s time domain

Glazunov I.V.¹, Skoptsov N.A.¹, Malyarevich A.M.¹, Yumashev K.V.¹, Loiko P.A.²

¹Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus

²KTH – Royal Institute of Technology,
SE-16440 Kista, Sweden

Received 23.03.2016

Accepted for publication 25.04.2016

Abstract. The use of passive shutters to control the duration of the light pulses is an important aspect in the miniature and microchip lasers. One of the key spectroscopic characteristics which determine the properties of the material, which can be used as a passive shutter is relaxation time of its bleached state. We describe a device for determination of relaxation time of the bleached state in optical materials by the «pump-probe» method in the sub- μ s time domain. This device allows one to determine relaxation times for materials which absorb at the light wavelength of 1.5 μ m, e.g., materials doped with cobalt ions Co^{2+} . The results of test examinations of the device are described, and the relaxation time of the bleached state of Co^{2+} ions is measured for a novel material – transparent glass-ceramics with $\text{Co}^{2+}:\text{Ga}_2\text{O}_3$ nanophase – amounting to 190 ± 6 ns.

Keywords: relaxation time of the bleached state, «pump-probe» method, cobalt ions, glass-ceramics, gallium oxide.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-24-31

Адрес для переписки:

Малыаревич А.М.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь
e-mail: malyar@bntu.by

Address for correspondence:

Malyarevich A.M.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus
e-mail: malyar@bntu.by

Для цитирования:

Глазунов И.В., Скопцов Н.А., Малыаревич А.М., Юмашев К.В.,
Лойко П.А.
Прибор для измерения времени релаксации просветленного состояния оптических материалов методом «возбуждение-зондирование» в субмикросекундном диапазоне.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 24–31.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-24-31

For citation:

Glazunov I.V., Skoptsov N.A., Malyarevich A.M., Yumashev K.V.,
Loiko P.A.
[Device for measurement of relaxation time of the bleached state of optical materials by the «pump-probe» method in sub- μ s time domain].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 24–31 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-24-31

References

1. Pilipovich V.A., Kovalev A.A. *Optycheskhiye kvantovye generatory s prosvetlyayuschimisya fil'trami* [Optical quantum generators with bleached filters], Minsk, Nauka i Tekhnika Publ., 1975 (in Russian).
2. Malyarevich A.M., Yumashev K.V. *Tverdotel'nye prosvetlyayuschiesya sredy* [Solid-state bleachable media]. Minsk, BNTU Publ., 2008, 204 p. (in Russian).
3. Sverkhkorotkie svetovye impulsy [Ultrashort Light Pulses. Picosecond Techniques and Applications]. Edited by S.L. Shapiro. Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH 1977, 386 p.
4. Denker B., Galagan B., Godovikova E., Meilman M., Osiko V., Sverchkov S., Kertesz I. The efficient saturable absorber for 1.54 μm Er:glass lasers. *Advanced Solid State Lasers, Seattle, USA, January 1999*. M.M. Fejer, Ed. OSA TOPS Proceedings, 1999, vol. 26, pp. 618–620.
5. Yumashev K.V., Denisov I.A., Posnov N.N., Prokoshin P.V., Mikhailov V.P. Nonlinear absorption properties of $\text{Co}^{2+}:\text{MgAl}_2\text{O}_4$ crystal. *Applied Physics B.*, 2000, vol. 70, no. 2, pp. 179–184.
6. Loiko P.A., Skoptsov N.A., Yumashev K.V., Glazunov I.V., Malyarevich A.M., Dymshits O.S., Zhilin A.A., Alekseeva I.P., Zapalova S.S., Vitkin V.V., Kharitonov A.A. Glass-ceramics with $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3:\text{Co}^{2+}$ nanocrystals: Saturable absorber for 1.5–1.7 μm Er lasers. *Laser Physics Letters*, 2015, vol. 12, pp. 035803-1–5.
7. Yumashev K.V., Denisov I.A., Posnov N.N., Kuleshov N.V., Moncorge R. Excited state absorption and passive Q-switch performance of Co^{2+} doped oxide crystals. *Journal of Alloys and Compounds*, 2002, vol. 341, no. 1, pp. 366–70.
8. Duan X.L., Yuan D.R., Cheng X.F., Yu F.P., Liu Z.Q., Zhang X.Q. Synthesis and optical properties of transparent $\text{ZnO-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ glass-ceramics embedded with cobalt-doped nanocrystals. *Nanotechnology*, 2007, vol. 18, no. 17, pp. 175609.
9. Malyarevich A.M., Denisov I.A., Yumashev K.V., Dymshits O.S., Zhilin A.A. Optical absorption and luminescence study of cobalt-doped magnesium aluminosilicate glass-ceramics. *Journal of the Optical Society of America B.*, 2002, vol. 19, no. 8, pp. 1815–1821.
10. Denisov I.A., Volk Yu.V., Malyarevich A.M., Yumashev K.V., Dymshits O.S., Zhilin A.A., Kung Uk, Lee Kyeong-Hee. Linear and nonlinear optical properties of cobalt-doped zinc aluminum glass ceramics. *Journal of Applied Physics*, 2003, vol. 93, pp. 3827–3831.
11. Skoptsov N.A., Glazunov I.V., Malyarevich A.M., Yumashev K.V., Dymshits O.S., Zhilin A.A., Alekseeva I.P., Shemchyk D.V. [Novel bleachable medium based on glass-ceramics with $\text{Co}^{2+}:\text{ZnO}$ nanocrystals for near-IR lasers]. *Proceedings of 7th Intl. Scientific and Technical Conf. «Instrumentation Engineering–2014» (19–21 November 2014)*. Minsk, BNTU Publ., 2014, pp. 381–382 [in Russian].
12. Glazunov I.V., Skoptsov N.A., Malyarevich A.M., Yumashev K.V., Dymshits O.S., Zhilin A.A., Alekseeva I.P., Shemchyk D.V. [Spectroscopic properties of glass-ceramics containing $\text{Co}^{2+}:\text{Zn}_2\text{SiO}_4$ nanocrystals] *Proceedings of 8th Intl. Scientific and Technical Conf. «Instrumentation Engineering–2015» (25–27 November 2015)*. Minsk, BNTU Publ., 2015, vol. 2, pp. 43–45 (in Russian).

УДК.551.383

Система стабилизации полезной нагрузки на динамически настраиваемом гироскопе

Малютин Д.М.

Тульский государственный университет,
пр. Ленина, 92, 300000, г. Тула, Россия

Поступила 08.02.2016

Принята к печати 25.04.2016

В настоящее время широко распространены системы стабилизации полезной нагрузки на основе трехступенных астатических гироскопов и гироскопов на сферической шарикоподшипниковой опоре. Точность и ресурс работы таких систем требуют увеличения. Эта задача может быть решена путем использования в качестве чувствительного элемента динамически настраиваемого гироскопа (ДНГ). На сегодняшний день вопрос достижения потенциально возможных метрологических характеристик систем стабилизации на ДНГ не является полностью решенным. Его решение требует в том числе разработки математической модели, отличающейся от известных подробным описанием возмущений, действующих на прибор при трехкомпонентной качке основания. Кроме того, необходима разработка структур усилительно-преобразующих трактов контуров стабилизации систем стабилизации на ДНГ, обеспечивающих повышение точности и помехозащищенности системы с учетом вариативности вида передаточной функции ДНГ на низких частотах при изменении условий функционирования, что являлось целью работы. В работе с использованием уравнений Эйлера получена полная математическая модель функционирования системы при трехкомпонентной качке основания, подробно учитывающая возмущения, действующие на прибор. Рассмотрены особенности математического описания ДНГ, выявлены частоты преобладающих составляющих шума в выходном сигнале гироскопа и с учетом этого разработана схема усилительно преобразующего тракта контуров стабилизации, обеспечивающая увеличение точности стабилизации на низких частотах и отсутствие систематического дрейфа системы стабилизации от действия постоянных возмущающих моментов по оси стабилизации. Проведенные динамические расчеты доказывают возможность обеспечения амплитуды погрешности стабилизации не более $0,0042^\circ$ при трехкомпонентной качке основания.

Ключевые слова: система стабилизации, гироскоп, погрешность стабилизации.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-32-40

Адрес для переписки:

Малютин Д.М.,
Тульский государственный университет,
пр. Ленина, 92, 300000, г. Тула, Россия
e-mail: MalyutinDM@yandex.ru

Address for correspondence:

Malyutin D.M.,
Tula state University,
Lenin Ave., 92, 300000, Tula, Russia
e-mail: MalyutinDM@yandex.ru

Для цитирования:

Малютин Д.М.
Система стабилизации полезной нагрузки на динамически настраиваемом гироскопе. Приборы и методы измерений. 2016. – Т. 7, № 1. – С. 32–40.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-32-40

For citation:

Malyutin D.M.
[The stabilization system on payload built on a dynamically tuned gyroscope].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements]. 2016, vol. 7, no. 1, pp. 32–40 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-32-40

Введение

Системы стабилизации (СС) широко применяются как основа информационно-измерительных и управляющих систем подвижных объектов. СС используются для получения сигналов, пропорциональных угловым отклонениям подвижных объектов в пространстве. Эти сигналы поступают в автопилот подвижного объекта. Кроме того, СС используются для стабилизации и управления различной аппаратурой на борту подвижных объектов [1–4]. Разработкой подобных систем активно занимаются такие фирмы и организации, как казенное предприятие ЦКБ «АРСЕНАЛ», ОАО НПК Киевский завод автоматики имени Г.И. Петровского (Украина); фирмы «Singer Corporation», «Northrop Grumman Corporation», «Litton Industries» (США); ПАО «Красногорский завод им. С.А. Зверева», ГНЦ РФ ОАО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор», Мичуринский завод «Прогресс», ОАО ПНППК (Россия) и др. Анализ технических характеристик существующих СС показал, что большое количество СС (например, ГС – 15М, ГС – 25, С – 16 и др.) строятся на трехступенных астатических гироскопах с внешним кардановым подвесом или гироскопах на сферической шарикоподшипниковой опоре (типа МГТУ или Д-7). Точность и ресурс работы таких систем требуют увеличения. Задача повышения точности и увеличения ресурса СС может быть решена путем использования в качестве чувствительного элемента динамически настраиваемого гироскопа (ДНГ), поскольку точность системы определяется как точностью контуров стабилизации, обеспечивающих совмещение платформы с опорной системой координат, так и точностью самой опорной системы, где гироскоп играет роль чувствительного элемента, моделирующего опорную систему координат.

ДНГ имеет ряд преимуществ по сравнению с трехступенными астатическими гироскопами с внешним кардановым подвесом или гироскопами на сферической шарикоподшипниковой опоре:

1. Высокие точностные характеристики. Если собственный уход трехступенного астатического гироскопа с внешним кардановым подвесом или гироскопа на сферической шарикоподшипниковой опоре составляет несколько десятков град/с, то у ДНГ (в зависимости от типа) составляет несколько единиц и даже десятых долей град/с.

2. Технологичность конструкции, малое число функциональных элементов и, следовательно,

но, большой ресурс и повышенную надежность. Если ресурс трехступенного астатического гироскопа с внешним кардановым подвесом или гироскопа на сферической шарикоподшипниковой опоре составляет несколько сотен часов, то у ДНГ составляет десять тысяч часов.

3. Возможность функционирования в широком диапазоне температур и перегрузок при малом времени готовности. Если время готовности трехступенного астатического гироскопа с внешним кардановым подвесом составляет 120 с, то время готовности ДНГ составляет 3 с.

4. Малую потребляемую мощность.

5. Рациональное использование внутреннего объема (благодаря наличию внутреннего карданова подвеса), обеспечивающее малые габаритные размеры и массу ДНГ. Если габаритные размеры гироскопа МГТУ-М составляют 59×50 мм, а масса 400 г, то габаритные размеры ДНГ-4 составляют 26×34 мм, а масса 80 г.

6. Большое расстояние между приводом и чувствительным элементом – ротором, а следовательно, малое влияние тепловыделения в приводе на точность ДНГ [5–7].

К недостаткам СС на ДНГ можно отнести вариативность вида передаточной функции ДНГ на низких частотах при изменении условий функционирования, что затрудняет построение контуров стабилизации прибора. Также недостатком СС на ДНГ является низкая помехозащищенность усилительно преобразующего тракта (УПТ) в контурах стабилизации в результате наличия в выходном сигнале ДНГ квадратурных составляющих.

На сегодняшний день вопрос достижения потенциально возможных метрологических характеристик СС на ДНГ не является полностью решенным. Его решение требует в том числе разработки математической модели, отличающейся от известных [7–9] подробным описанием возмущений, действующих на прибор при трехкомпонентной качке основания. Кроме того, необходима разработка структур построения УПТ контуров стабилизации СС на ДНГ, обеспечивающих повышение точности и помехозащищенности системы с учетом вариативности вида передаточной функции ДНГ на низких частотах при изменении условий функционирования. Необходимо проведение динамических расчетов функционирования системы. Решение указанных проблем являлось целью данной работы.

Математическое описание системы стабилизации на динамически настраиваемом гироскопе

В процессе работы с использованием уравнений Эйлера получена математическая модель системы стабилизации на ДНГ. Без учета моментов, изменяющихся с удвоенной частотой вращения вала и вызывающих малые колебания ротора на этой частоте, в режиме динамической настройки $(A_1 + B_1 - C_1)\dot{\varphi}_o - (k_\alpha + k_\beta) = 0$ эти уравнения имеют вид:

$$\begin{aligned}
 & (J_y \cos^2 \varphi_z + J_x \sin^2 \varphi_z + J_{y1}) \dot{\omega}_{y2} / \cos \varphi_z + b_1 \omega_{y2} / \cos \varphi_z - \\
 & - M_{ds1} = -(J_x - J_z) \omega_{z2} \omega_{x2} \cos \varphi_z - (J_z - J_y) \omega_{z2} \omega_{y2} \sin \varphi_z + \\
 & + M_{bh1} + b_1 \omega_{oy} - b_1 (\omega_{ox} \cos \varphi_y \operatorname{tg} \varphi_z - \omega_{oz} \sin \varphi_y \operatorname{tg} \varphi_z) - \\
 & - J_{y1} (\omega_{z2} - \omega_{z1}) (\omega_{ox} \cos \varphi_y - \omega_{oz} \sin \varphi_y) - (J_{x1} - J_{z1}) \omega_{x1} \omega_{z1} - \\
 & - (J_x + J_{y1}) \dot{\omega}_{x1} \operatorname{tg} \varphi_z - (J_x + J_{y1}) (\omega_{z2} - \omega_{z1}) (\omega_{x2} \operatorname{tg} \varphi_z \sin \varphi_z + \\
 & + \omega_{y2} \sin \varphi_z); \\
 & J_z \dot{\omega}_{z2} + b_2 \omega_{z2} - M_{ds2} = M_{bh2} - b_2 (-\omega_{oz} \cos \varphi_y - \omega_{ox} \sin \varphi_y) - \\
 & - (J_y - J_x) \omega_{y2} \omega_{x2}; \\
 & (A + 0,5B_1) \ddot{\alpha}_g + 0,5(D_\alpha + D_\beta) \dot{\alpha}_g + (C + B_1) \dot{\varphi}_o \dot{\beta}_g + 0,5(D_\alpha + \\
 & + D_\beta + M_{z3}^0) \dot{\varphi}_o \dot{\beta}_g + 0,5(C_1 - A_1) \dot{\varphi}_o \omega_{x2} \alpha_g = 0,5(-C_1 + B_1 + \\
 & + A_1) \dot{\varphi}_o \omega_{z2} + M_{y3}^{b.s.} + M_{y3}^{b.s.} \cos \varphi + M_{x3}^{b.s.} \sin \varphi; \\
 & (A + 0,5B_1) \ddot{\beta}_g + 0,5(D_\alpha + D_\beta) \dot{\beta}_g - (C + B_1) \dot{\varphi}_o \dot{\alpha}_g - 0,5(D_\alpha + \\
 & + D_\beta + M_{z3}^0) \dot{\varphi}_o \dot{\alpha}_g - 0,5(C_1 - A_1) \dot{\varphi}_o \omega_{x2} \beta_g = 0,5(C_1 - B_1 - \\
 & - A_1) \dot{\varphi}_o \omega_{y2} + M_{y3}^{b.s.} + M_{y3}^{b.s.} \sin \varphi - M_{x3}^{b.s.} \cos \varphi; \\
 & T_{ds1} M_{ds1} p + M_{ds1} = K_{ds1} U_1 W_{kz1}(p); \\
 & T_{ds2} M_{ds2} p + M_{ds2} = K_{ds2} U_2 W_{kz2}(p); \\
 & U_1 = K_{dy1} \dot{\alpha}_g; \\
 & U_2 = K_{dy2} \dot{\beta}_g; \\
 & \dot{\varphi}_z = \omega_{z2} - \omega_{z1} = \omega_{z2} - \omega_{oz} \cos \varphi_y - \omega_{ox} \sin \varphi_y; \\
 & \dot{\varphi}_y = \omega_{y2} / \cos \varphi_z + \omega_{ox} \cos \varphi_z \operatorname{tg} \varphi_z - \omega_{oy} - \omega_{oz} \sin \varphi_y \operatorname{tg} \varphi_z; \\
 & \omega_{z1} = \omega_{oz} \cos \varphi_y + \omega_{ox} \sin \varphi_y; \\
 & \omega_{x1} = \omega_{ox} \cos \varphi_y - \omega_{oz} \sin \varphi_y; \\
 & \omega_{x2} = \omega_{ox} \frac{\cos \varphi_y}{\cos \varphi_z} - \omega_{oz} \frac{\sin \varphi_y}{\cos \varphi_z} + \omega_{y2} \operatorname{tg} \varphi_z; \\
 & \dot{\alpha}_g \approx \omega_{y2} + \dot{\alpha}_g; \\
 & \dot{\beta}_g \approx \omega_{z2} + \dot{\beta}_g,
 \end{aligned}$$

где A_1, B_1, C_1 – моменты инерции кольца подвеса относительно главных осей инерции;
 A, B, C – моменты инерции ротора относительно главных осей инерции;

- $\dot{\varphi}_o$ – угловая скорость вращения ротора гироскопа;
- D_α, D_β – удельные моменты демпфирования по осям упругого подвеса;
- k_α, k_β – угловые жесткости по осям упругого подвеса;
- α_g, β_g – углы, определяющие положение ротора относительно корпуса;
- $M_{z3}^0 \dot{\varphi}_o$ – момент аэродинамического сопротивления вращению ротора гироскопа;
- $M_{y3}^{b.s.}$ – прочие моменты внешних сил, действующие вокруг оси oy_3 внутреннего кольца подвеса гироскопа;
- $M_{x3}^{b.s.}$ – прочие моменты внешних сил, действующие вокруг оси ox_3 подвеса ротора;
- $M_\eta^{b.s.}, M_\xi^{b.s.}$ – проекции моментов внешних сил, действующих вокруг осей, связанных с корпусом прибора (магнитоэлектрического датчика момента, магнитного тяжения);
- $W_{kz1}(p), W_{kz2}(p)$ – передаточные функции корректирующих звеньев контуров стабилизации;
- α_g, β_g – абсолютные угловые скорости системы координат, связанной с ротором ДНГ, относительно системы координат связанной с основанием, на котором установлена СС, при малых углах α_g, β_g ;
- $\omega_{z1}, \omega_{x1}, \omega_{y1}$ и $\omega_{z2}, \omega_{x2}, \omega_{y2}$ – значения проекций абсолютной угловой скорости наружной рамы и платформы СС на оси связанных с ними систем координат $x_1 y_1 z_1$ и $x_2 y_2 z_2$ соответственно;
- $\omega_{oz}, \omega_{ox}, \omega_{oy}$ – угловые скорости качки основания относительно соответствующих осей;
- M_{ds1}, M_{ds2} – моменты, развиваемые стабилизирующими двигателями наружной рамы и внутренней рамы соответственно;
- M_{bh1}, M_{bh2} – возмущающие моменты по осям наружной и внутренней рамы СС соответственно, включая моменты сил сухого трения;
- J_x, J_y, J_z – моменты инерции платформы СС относительно соответствующих осей;
- J_{x1}, J_{y1}, J_{z1} – моменты инерции наружной рамы СС относительно соответствующих осей;
- b_1, b_2 – удельные моменты сил скоростного трения по осям наружной и внутренней рамы СС соответственно;
- K_{ds1}, K_{ds2} – коэффициенты передачи двигателей стабилизации;
- K_{dy1}, K_{dy2} – коэффициенты передачи датчиков угла ДНГ;
- T_{ds1}, T_{ds2} – постоянные времени двигателей стабилизации;
- φ_y, φ_z – углы отклонения наружной рамки карданова подвеса СС относительно основания и

внутренней рамки карданова подвеса СС относительно наружной рамки карданова подвеса СС; φ – угол поворота ротора гироскопа.

Моменты сил сухого трения (наряду с моментами от несбалансированности M_{nb1} , M_{nb2} и тяжести токоподводов M_{t1} , M_{t2}) являются составляющими моментов M_{bh1} , M_{bh2} , и определяются [8]:

$$M_{ipy} = -M_{ipy0} \text{sign} \dot{\varphi}_y = -M_{ipy0} \text{sign} \left(\omega_{ox} \frac{\cos \varphi_y}{\cos \varphi_z} - \omega_{oz} \frac{\sin \varphi_y}{\cos \varphi_z} + \omega_{y2} \frac{\sin \varphi_z}{\cos \varphi_z} \right) \sin \varphi_z + \omega_{y2} \cos \varphi_z - \omega_{oy} \right), \quad (2)$$

$$M_{ipz} = -M_{ipz0} \text{sign} \dot{\varphi}_z = -M_{ipz0} \text{sign} (\omega_{z2} - \omega_{oz} \cos \varphi_y - \omega_{ox} \sin \varphi_y). \quad (3)$$

Структурная схема СС на динамически настраиваемом гироскопе в режиме стабилизации в соответствии с (1)–(3) представлена на рисунке 1.

На структурной схеме обозначено:
 $A_g = A + 0,5B_1$, $D_g = 0,5(D_\alpha + D_\beta)$, $H = (C + B_1)\dot{\varphi}_0$,
 $A_k = 0,5(A_1 + B_1 - C_1)$, $J_{ny} = J_y \cos^2 \varphi_z + J_x \sin^2 \varphi_z + J_{y1}$.
Действие моментов, обуславливающих прецессию гироскопа, на структурных схемах учтено в виде моментов M_1 , M_2 .

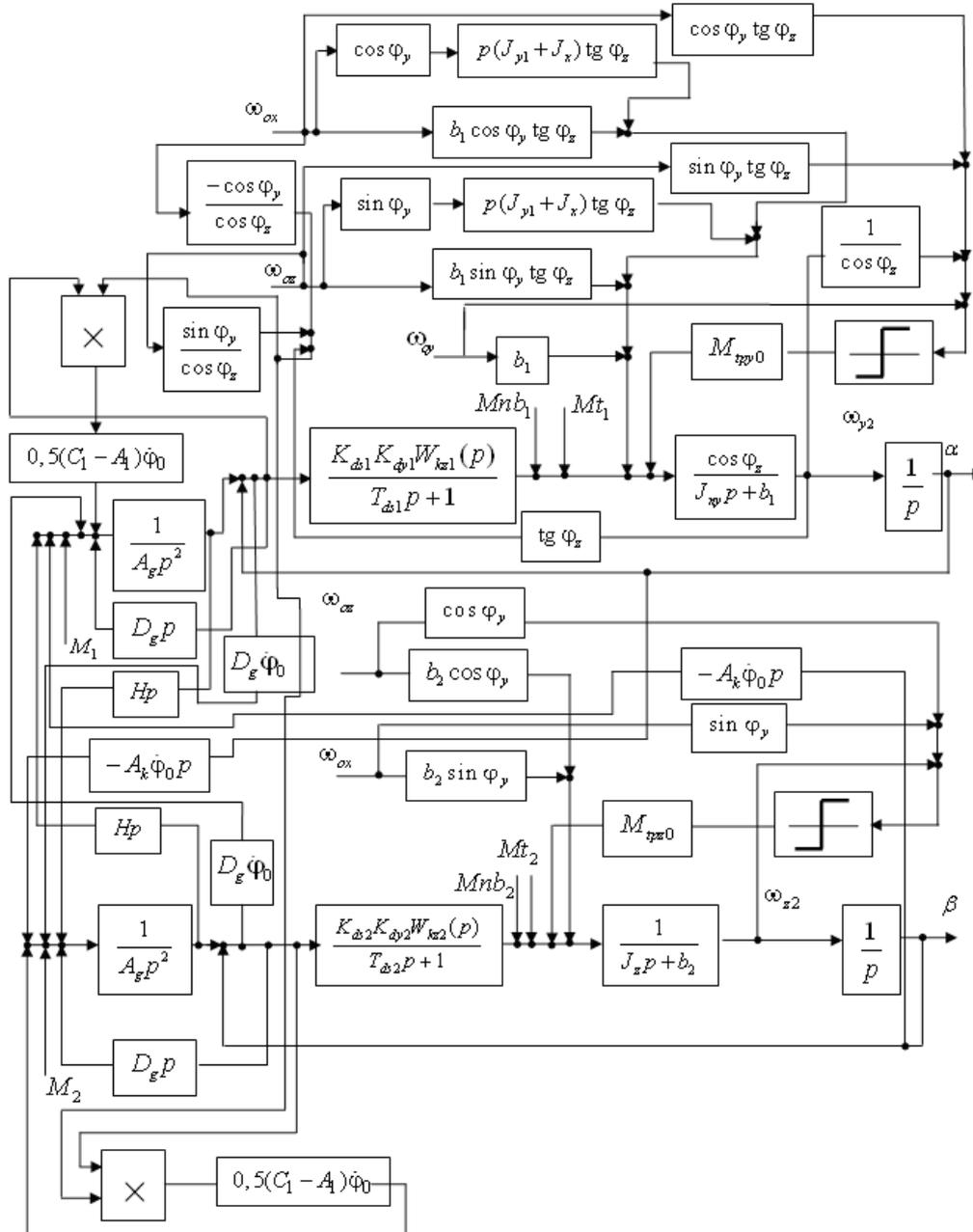


Рисунок 1 – Структурная схема системы стабилизации на динамически настраиваемом гироскопе
Figure 1 – Structural scheme system stabilization on dynamically tuned gyroscope

В зависимости от точности динамической настройки и влияния демпфирования поведение ДНГ на неподвижном основании в области низкочастотных и постоянных возмущающих моментов различно [7].

Если предположить, что условие динамической настройки выполнено, и пренебречь демпфированием, то уравнения ДНГ по форме совпадают с уравнениями трехстепенного свободного гироскопа. Передаточная функция ДНГ по одному из выходов относительно входа – момента, действующего по той же оси, имеет вид:

$$W_g(p) = \frac{A_g p + D_g}{A_g^2 p^2 + D_g p + (H^2 + D_g^2)} \cdot \frac{1}{p}. \quad (4)$$

При точной динамической настройке, но при $k_d = 0,5(D_\alpha + D_\beta)\varphi_0 \neq 0$ передаточная функция ДНГ запишется:

$$W_g(p) = (A_g p^2 + D_g p) / (A_g^2 p^4 + 2A_g D_g p^3 + (H^2 + D_g^2) p^2 + 2Hk_d p + k_d^2). \quad (5)$$

Для случая неточного выполнения условия динамической настройки и при $k_d \neq 0$ передаточная функция ДНГ:

$$W_g(p) = (A_g p^2 + D_g p + k_h) / (A_g^2 p^4 + 2A_g D_g p^3 + (H^2 + D_g^2 + 2A_g k_h) p^2 + (2Hk_d + 2D_g k_h) p + (k_d^2 + k_h^2)), \quad (6)$$

где $(A_1 + B_1 - C_1)\varphi_0 - (k_\alpha + k_\beta) = k_h$.

Усилительно-преобразующий тракт системы стабилизации на динамически настраиваемом гироскопе

В работе предложена структурная схема построения УПТ каналов стабилизации, учитывающая особенности функционирования ДНГ [10]. Двухосная индикаторная СС на ДНГ работает следующим образом. При наличии качки основания возникают возмущающие моменты, стремящиеся изменить первоначальное положение платформы 2 (рисунок 2) и установленного на ней объекта стабилизации 20.

Датчик угла 9 ДНГ 10, формирует сигнал, пропорциональный отклонению платформы 2 по оси наружной рамки 1, который поступает на вход корректирующего звена (КЗ) 8. Разложение в ряд Фурье выходного сигнала ДНГ на неподвижном основании позволяет определить частоты преобладающих составляющих шума выходного сигнала, которые соответствуют частоте вращения ротора

гироскопа, двойной частоте вращения ротора гироскопа и нутационной частоте колебаний ротора.

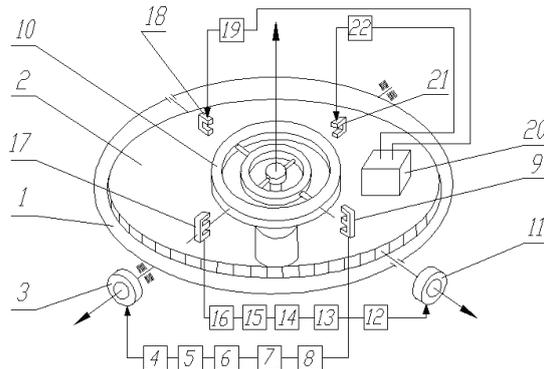


Рисунок 2 – Электрокинематическая схема двухосной системы стабилизации на динамически настраиваемом гироскопе (расшифровка обозначений дается в тексте)

Figure 2 – Kinematic diagram of the biaxial stabilization system on dynamically tuned gyroscope (the symbols are given in the text)

Значения этих частот, найденных в результате эксперимента, использованы для определения постоянных времени КЗ 7, КЗ 6. КЗ 8 реализует передаточную функцию вида $W_1(p) = \frac{(1+T_3 p)}{T p}$,

где T, T_3 – постоянные времени; p – оператор Лапласа. Сигнал с выхода КЗ 8 поступает на вход КЗ 7. КЗ 7 реализует передаточную функцию вида:

$$W_2(p) = \frac{(T_4 p^2 + a_1 p + 1)}{(T_5 p^2 + a_2 p + 1)}, \quad \text{где } T_4, T_5, a_1, a_2 -$$

параметры КЗ 7. Сигнал с выхода КЗ 7 поступает на вход КЗ 6. КЗ 6 реализует передаточную функцию вида:

$$W_3(p) = \frac{(T_6 p^2 + a_3 p + 1)(T_8 p^2 + a_5 p + 1)}{(T_7 p^2 + a_4 p + 1)(T_9 p^2 + a_6 p + 1)},$$

где $T_6, T_7, a_3, a_4, T_8, T_9, a_5, a_6$ – параметры КЗ 6. Сигнал с выхода КЗ 6 поступает на вход КЗ 5. КЗ 5 реализует передаточную функцию вида:

$$W_4(p) = \frac{(1+T_1 p)}{(1+T_2 p)}, \quad \text{где } T_1, T_2 - \text{ постоянные време-}$$

ни КЗ 5.

Сигнал КЗ 5 через усилитель 4 с коэффициентом передачи K_{y1} поступает на двигатель стабилизации 3, формирующий момент разгрузки, стремящийся вернуть наружную рамку 1 в исходное положение. На рисунке 2 датчики момента ДНГ 10 обозначены как 18, 21, а усилители контуров управления – как 19, 22. Введение в усилительно-преобразующий тракт канала наружной рамки 1 КЗ 8 позволяет обеспечить астатизм первого порядка передаточной функции, являю-

щейся отношением погрешности стабилизации к возмущающему моменту, что приводит к увеличению точности стабилизации на низких частотах, отсутствию систематического дрейфа СС от действия постоянного момента по оси стабилизации для любого из рассмотренных выше случаев (4), (5), (6) описания динамических свойств ДНГ. Кроме того, КЗ 8 и КЗ 5 обеспечивают устойчивый режим работы системы. Структура построения канала стабилизации внутренней рамки аналогична структуре построения канала стабилизации наружной рамки. Датчик угла 17 ДНГ 10 формирует сигнал, пропорциональный отклонению платформы 2 по каналу внутренней рамки, который поступает на вход КЗ 16. Сигнал с выхода КЗ 16 поступает на вход КЗ 15 и далее на вход КЗ 14. Сигнал с выхода КЗ 14 поступает на вход КЗ 13 и далее через усилитель 12 поступает на двигатель стабилизации 11.

Результаты моделирования

На рисунке 3 приведены логарифмические амплитудно-частотные характеристики двухосной индикаторной СС на ДНГ с передаточной функцией УПТ:

$$W'_{kz1}(p) = k'_{y1} \frac{(1 + T'_1 p)}{(1 + T'_2 p)}, T'_1 > T'_2 \quad (7)$$

и с передаточной функцией УПТ [10]:

$$W_{kz1}(p) = \frac{k_{y1} (1 + T_3 p) (T_4 p^2 + a_1 p + 1) (T_6 p^2 + a_3 p + 1)}{T p (T_5 p^2 + a_2 p + 1) (T_7 p^2 + a_4 p + 1)} \times \frac{(T_8 p^2 + a_5 p + 1) (1 + T_1 p)}{(T_9 p^2 + a_6 p + 1) (1 + T_2 p)} \quad (8)$$

Из рисунка 3 следует, что, например, при частоте колебания основания 1,5 Гц угловая жесткость стабилизации платформы по возмущающему моменту, изменяющемуся по гармоническому закону, в установившемся режиме в 31 раз выше у двухосной индикаторной СС на ДНГ в случае (8) по сравнению с (7). Введение в УПТ канала наружной рамки 1 КЗ 6 и КЗ 7, настроенных на первую и вторую гармоники частоты вращения ротора ДНГ 10 и нутационную частоту колебаний ротора, обеспечивает увеличение помехозащитности прибора. Логарифмическая амплитудно-фазочастотная характеристика передаточной функции последовательно соединенных КЗ 6 и КЗ 7, приведенная на рисунке 4, показывает, что введение КЗ 6 и КЗ 7 обеспечивает ослабление

помехи в выходном сигнале ДНГ 10 в 25 раз на частоте вращения ротора, на двойной частоте вращения ротора и нутационной частоте ДНГ 10. Структура усилительно преобразующего тракта СС по каналу внутренней рамки аналогична структуре канала наружной рамки.

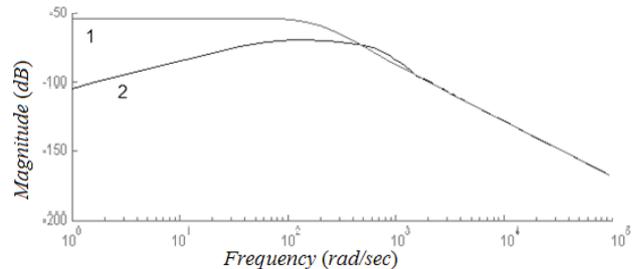


Рисунок 3 – Логарифмические амплитудно-частотные характеристики двухосной индикаторной системы стабилизации на динамически настраиваемом гироскопе: 1 – с передаточной функцией усилительно преобразующего тракта (7); 2 – с передаточной функцией усилительно преобразующего тракта (8)

Figure 3 – The Bode Diagram of biaxial indicative stabilization system on dynamically tuned gyroscope: 1 – with the transfer function (7); 2 – with the transfer function (8)

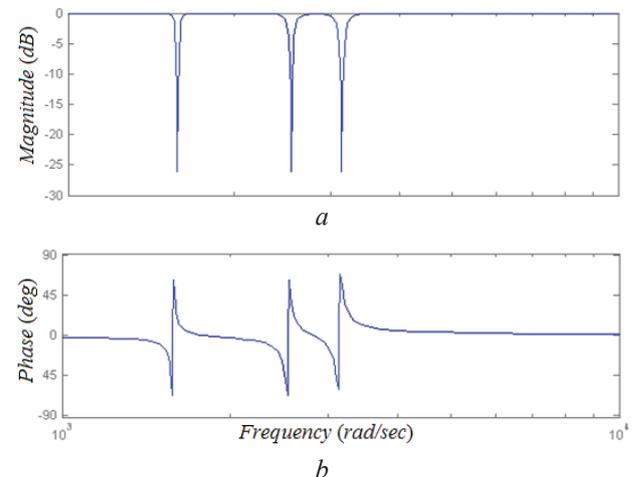


Рисунок 4 – Логарифмическая амплитудно-частотная характеристика последовательно соединенных звеньев КЗ 6, КЗ 7 (a) и фазовая частотная характеристика последовательно соединенных звеньев КЗ 6, КЗ 7 (b)

Figure 4 – Logarithmic amplitude frequency response of series-connected corrective links 6 and 7 (a) and phase frequency characteristic of series-connected corrective links 6 and 7 (b)

График погрешности стабилизации при равночастотной трехкомпонентной качке основания с амплитудой 5° представлен на рисунке 5. Амплитуда погрешности не превышает $0,0042^\circ$.

Графики на рисунках 3, 4 и график погрешности стабилизации на рисунке 5 получены

при следующих параметрах индикаторной СС на ДНГ: $J_y \cos^2 \varphi_z + J_x \sin^2 \varphi_z + J_{y1} = 0,026 \text{ кгм}^2$; $b_1 = 0,0041 \text{ Нмс}$; $T = T_1 = T_3 = 0,01 \text{ с}$; $T_2 = 0,0012 \text{ с}$; $T_4 = T_5 = 4,057 \times 10^{-7} \text{ с}^2$; $a_1 = 5 \times 10^{-7}$; $a_2 = 1 \times 10^{-5}$; $T_6 = T_7 = 1,014 \times 10^{-7} \text{ с}^2$; $a_3 = 5 \times 10^{-7}$; $a_4 = 1 \times 10^{-5}$; $T_8 = T_9 = 1,54 \times 10^{-7} \text{ с}^2$; $a_5 = 5 \times 10^{-7}$; $a_6 = 1 \times 10^{-5}$, которые соответствуют реализованной двухосной СС весом 6 кг, предназначенной для стабилизации нагрузки весом 3,5 кг. СС имеет углы прокачки $\pm 30^\circ$ и габаритные размеры: диаметр 200 мм, длина 210 мм.

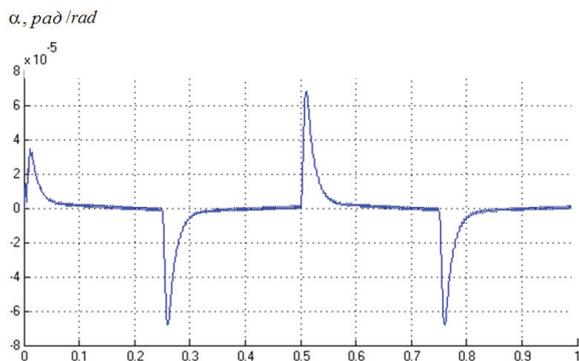


Рисунок 5 – Погрешность стабилизации

Figure 5 – Error of stabilization

Заключение

С использованием уравнений Эйлера разработана математическая модель системы стабилизации полезной нагрузки на динамически настраиваемом гироскопе, отличающаяся от имеющихся описанием возмущающих моментов не в обобщенном виде, а подробным представлением возмущений в виде функций кинематических параметров качки основания и движения элементов карданова подвеса. Исследования выходного сигнала гироскопа позволили выявить частоты преобладающих составляющих шума, которые соответствуют частоте вращения ротора гироскопа, двойной частоте вращения ротора гироскопа и нутационной частоте колебаний ротора.

Предложена структурная схема построения усилительно-преобразующих трактов каналов стабилизации, учитывающая особенности функционирования динамически настраиваемого гироскопа и обеспечивающая увеличение точности стабилизации на низких частотах (например, в установившемся режиме при частоте колебания основания 1,5 Гц угловая жесткость стабилиза-

ции платформы по отношению к моменту, изменяющемуся по гармоническому закону, в 31 раз выше у двухосной индикаторной системы стабилизации на динамически настраиваемом гироскопе с предложенной схемой УПТ по сравнению с исходной), а также обеспечивающая отсутствие систематического дрейфа системы стабилизации от действия постоянных моментов по оси стабилизации. Кроме того, предложенная схема позволяет в 25 раз уменьшить амплитуду преобладающих составляющих шума в выходном сигнале гироскопа. Результаты моделирования показывают возможность обеспечения амплитуды погрешности стабилизации не более $0,0042^\circ$ при трехкомпонентной качке основания.

Список использованных источников

1. Малютин, Д.М. Комбинированная двухосная гировертикаль / Д.М. Малютин // Авиакосмическое приборостроение. – 2005. – № 3. – С. 6–10.
2. Распопов, В.Я. Гироскопы в системах гироскопической стабилизации / В.Я. Распопов, Д.М. Малютин, Ю.В. Иванов // Инженерный журнал с приложением. – 2009. – № 7. – С. 52–58.
3. Распопов, В.Я. Силовые гиросtabilизаторы. Основы теории, конструкция и применение / В.Я. Распопов // Инженерный журнал с приложением. – 2015. – № 53. – С. 1–28.
4. Распопов, В.Я. Непосредственные гиросtabilизаторы. Развитие идей и применений / В.Я. Распопов // Инженерный журнал с приложением. – 2015. – № 51 (214). – С. 1–32.
5. Заимко, А.В. Двухканальная схема динамически настраиваемого гироскопа / А.В. Заимко, В.В. Мелешко // Вісник Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут». Сер.: Приладобудування. – 2013. – Вип. 45. – С. 17–23.
6. Cruber Josef P. Dynamically turned gyro. Patent US 5105669, 1992.
7. Матвеев, В.А. Гироскопические стабилизаторы на динамически настраиваемых гироскопах / В.А. Матвеев, В.П. Подчерзцев, В.В. Фатеев. – М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. – 103 с.
8. Пельпор, Д.С. Гироскопические системы. Теория гироскопов и гиросtabilизаторов / Д.С. Пельпор. – М.: Высшая школа, 1986. – 423 с.
9. Пельпор, Д.С. Динамические настраиваемые гироскопы / Д.С. Пельпор, В.А. Матвеев. – М.: Машиностроение, 1988. – 264 с.
10. Двухосный индикаторный гиросtabilизатор на динамически настраиваемом гироскопе / Д.М. Малютин, М.И. Дегтярев. Патент РФ на полезную модель №1 22477, 2012.

The stabilization system on payload built on a dynamically tuned gyroscope

Malyutin D.M.

Tula state University,
Lenin Ave., 92, 300000, Tula, Russia

Received 08.02.2016

Accepted for publication 25.04.2016

Abstract. It is now widely distributed systems stabilization based on gyroscopes with three-degree-freedom and based on gyroscopes with ball suspension. The accuracy and resource of operation of such systems requires an increase. The problem of improving the accuracy and increasing the service life of information – measuring systems of stabilization can be solved by using as a sensitive element of a dynamically tuned gyroscope. Today the issue of achieving the potential of the metrological characteristics of information-measuring systems stabilization on dynamically tuned gyroscope is not fully resolved. It requires the development of mathematical models, different from the known, detailed description of the perturbations acting on a device. In addition, it is necessary to develop structures amplifying-transforming paths of the contours stabilization of information-measuring systems of stabilization on dynamically tuned gyroscopes, assuring higher accuracy and noise immunity of the system, what is the purpose of the work. In using the Euler equations obtained a complete mathematical model of functioning system with three motion bases, in detail taking into account the disturbances acting on the device. Considered are the peculiarities of mathematical description of dynamically tuned gyroscope. Dominant frequencies of components noise is identified in the output signal of the gyroscope. The original scheme of the contours stabilization is presented, that help increase the accuracy of stabilization at low frequencies and of providing the absence of systematic drift of the gyrostabilizer from the action of the permanent disturbing moment along the axis of stabilization. The dynamic calculations show the possibility of providing error of stabilization on payload not more than 0,0042 degree.

Keywords: systems stabilization, gyroscope, error of stabilization.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-32-40

Адрес для переписки:

Малютин Д.М.
пр. Ленина, 92, 300000, г. Тула, Россия
ул. Ленинградская, 14, 220008, г. Минск, Беларусь
e-mail: MalyutinDM@yandex.ru

Address for correspondence:

Malyutin D.M.
Tula state University,
Lenin Ave., 92, 300000, Tula, Russia
e-mail: MalyutinDM@yandex.ru

Для цитирования:

Малютин Д.М.
Система стабилизации полезной нагрузки
на динамически настраиваемом гироскопе.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 32–40.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-32-40

For citation:

Malyutin D.M.
[The stabilization system on payload built on a dynamically tuned
gyroscope].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 32–40 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-32-40

References

1. Malyutin D.M. [Combined biaxial gyrovertical]. *Aviakosmicheskoye priborostroyeniye*, 2005, no. 3, pp. 6–10 (in Russian).
2. Raspopov V.Ja., Malyutin D.M., Ivanov U.V. [The gyros in the gyroscopic stabilization systems]. *Inzhenernyj zhurnal s prilozheniyem*, 2009, no. 7, pp. 52–58 (in Russian).
3. Raspopov V.Ja. [Force gyrostabilizer. Fundamentals of theory, design and application]. *Inzhenernyj zhurnal s prilozheniyem*, 2015, no. 53, pp. 1–28 (in Russian).
4. Raspopov V.Ja. [Direct gyrostabilization. The development of ideas and applications]. *Inzhenernyj zhurnal s prilozheniyem*, 2015, no. 51(214), pp. 1–32 (in Russian).
5. Zaimko A.V., Meleshko V.V. [Two-channel scheme of dynamically tuned gyroscope]. *Vestnik Nacional'nogo tekhnicheskogo universiteta Ukrainy «Kiyevski politekhnicheskii universitet», Ser. Priladobuduvaniya*, 2013, no. 45, pp. 17–23 (in Ukraine).
6. Cruber Josef P. Dynamically turned gyro. Patent US 5105669, 1992.
7. Matveev V.A., Podcetrtev V.P., Fateev V.V. *Girokopieskiye stabilizatory na dinamicheski nastrayemykh girokopyakh* [Gyroscopic stabilizers on dynamically tuned gyroscopes], Moscow, MGTU Publ., 2005, 103 p. (in Russian).
8. Pelpor D.S. *Girokopieskiye sistemy. Teoriya giroskopov i girostabilizatorov* [Gyroscopic system. Theory of gyroscopes and gyrostabilizers], Moscow, Higher school Publ., 1986, 423 p. (in Russian).
9. Pelpor D.S., Matveev V.A. *Dinamicheski nastrayemye girokopy* [Dynamically tuned gyroscopes], Moscow, Machinebuilding Publ., 1988, 264 p. (in Russian).
10. Malyutin D.M., Degtarev M.I. *Dvukhstnyj indikatornyj stabilizator na dinamicheski nastrayemom gyroskope* [Biaxial indicator gyrostabilizer on dynamically tuned gyroscopes]. Patent RF, no. 122477, 2012 (in Russian).

УДК 544.22+544.08

Газовые датчики на основе композиции оксида вольфрама и многостенных углеродных нанотрубок

Гайдук Ю.С.¹, Реутская О.Г.², Савицкий А.А.¹, Таратын И.А.³

¹Белорусский государственный университет,
ул. Ленинградская, 14, 220008, г. Минск, Беларусь

²Белорусский национальный технический университет,
ул. Я. Коласа, 22, 220013, г. Минск, Беларусь

³Минский НИИ радиоматериалов,
ул. Кижеватова, 86, 220024, г. Минск, Беларусь

Поступила 11.03.2016

Принята к печати 20.04.2016

Методами просвечивающей электронной микроскопии, измерения электропроводности и удельной поверхности исследована газочувствительная композиция оксида вольфрама с многостенными углеродными нанотрубками (WO_3 –МУНТ), представляющая интерес для создания селективных чувствительных датчиков горючих газов и диоксида азота. Изготовлены и испытаны датчики ($P \leq 85$ мВт), содержащие WO_3 –МУНТ в качестве чувствительного элемента. Наибольшая чувствительность к пропану (≤ 400 %) наблюдается при температуре подложки менее 200 °С, в то время как заметная чувствительность к NO_2 (≥ 300 %) наблюдается при более высоких температурах ($T \geq 240$ °С). Введение МУНТ не оказывает существенного влияния на чувствительность к водороду во всем исследованном температурном интервале, соответствующем токам нагрева 21 – 75 мА. Чувствительность к NO_2 при температуре 240 °С и выше (при токе нагрева 61 мА и выше) превышает 1000 %. Исследованная композиция оксида вольфрама с МУНТ пригодна для создания высокочувствительных полупроводниковых датчиков горючих газов и диоксида азота, в том числе для работы в составе приборов, предназначенных для экологического мониторинга воздуха. Датчики обладают высокими скоростями срабатывания и восстановления, а также низким энергопотреблением.

Ключевые слова: газовый сенсор, золь-гель метод, вольфрама триоксид, индия оксид, углеродные нанотрубки.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-41-49

Адрес для переписки:

Гайдук Ю.С.
Белорусский государственный университет,
ул. Ленинградская, 14, 220008, г. Минск, Беларусь
e-mail: j_hajduk@bk.ru

Address for correspondence:

Haiduk Yu.S.
Belorussian State University,
Leningradskaia str., 14, 220008, Minsk, Belarus
e-mail: j_hajduk@bk.ru

Для цитирования:

Гайдук Ю.С., Реутская О.Г., Савицкий А.А., Таратын И.А.
Газовые датчики на основе композиции оксида вольфрама и многостенных углеродных нанотрубок.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 41–49.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-41-49

For citation:

Haiduk Yu.S., Reutskaya O.G., Savitsky A.A., Taratyn I.A.
[Micropower gas sensor based on the composition tungsten oxide and multiwall carbon nanotubes].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 41–49 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-41-49

Введение

Полупроводниковые газовые датчики широко применяются для анализа газовых смесей в составе газоанализаторов различного назначения (экологический мониторинг, контроль воздушной среды на промышленных предприятиях, определение состава выхлопных газов), а также в научных исследованиях [1]. Наиболее распространены чувствительные слои на основе оксидов In_2O_3 , WO_3 , ZnO , SnO_2 , которые применяются как в чистом виде, так и с различными добавками. В последнее время наблюдается повышенный интерес к углеродным нанотрубкам (УНТ) как к электроно- и каталитически активному материалу для газовых датчиков. Высокая активность некоторых одностенных и многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ) обусловлена их особыми электронными свойствами и высокой удельной поверхностью. Нанотрубки способны повышать скорость каталитических реакций на поверхности оксида металла, изменять величину и характер электрической проводимости полупроводникового оксида. Согласно литературным данным, добавка МУНТ к полупроводниковому оксиду (обычно 1–3 % мас.) способна приводить как к увеличению, так и к снижению его удельного электрического сопротивления и газовой чувствительности. Чувствительные элементы газовых датчиков могут быть созданы на основе чистых микро- и нанотрубок, но чаще их применяют в составе композиций с полупроводниковыми оксидами [2–6].

В работе [7] проведено изучение морфологических и физико-химических свойств МУНТ, установлено существенное возрастание газовой чувствительности оксида вольфрама при введении в его состав по специальной процедуре небольшого количества нанотрубок. Целью настоящей работы являлось исследование морфологических свойств композиции WO_3 с УНТ, изучение чувствительности композиции к газоздушным смесям различной природы, изучение эксплуатационных свойств датчиков, изготовленных с применением данной композиции.

Методика эксперимента

Оксид вольфрама WO_3 получали из 1,23 М водного раствора вольфрамата натрия $\text{Na}_2\text{WO}_3 \times 2\text{H}_2\text{O}$ путем капельного вливания в

12 М раствор азотной кислоты при постоянном интенсивном перемешивании, выдерживали 6 ч в маточном растворе и отмывали от примесей электролитов многократным центрифугированием. Для получения композиционного материала на основе WO_3 , содержащего 2,1% мас. неочищенных МУНТ, взвесь МУНТ выдерживали при интенсивном перемешивании в растворе HNO_3 (90 °С), после чего капельно добавляли раствор вольфрамата натрия [7].

Газовые датчики были изготовлены по стандартной технологии следующим образом: на подложку из нанопористого (поры 10–70 нм) анодного оксида алюминия с двух сторон осаждалась методом магнетронного распыления платина. Затем производились процессы двусторонней фотолитографии, ионно-лучевого травления платины с целью формирования нагревателей и электродов, химического травления подложки для разделения на кристаллы заданного размера с одновременным формированием в них мембраны и сквозных участков, разварки в корпус платиновой проволоки диаметром 20–35 мкм, нанесения чувствительных слоев, приклеивания газопроницаемого колпака с сеткой из нержавеющей стали.

Газочувствительные слои толщиной 20–25 мкм формировали капельным методом, нанося коллоидный раствор из микродозатора на нагретую подложку, и вжигали на воздухе в течение 72 ч при токе 75 мА (≥ 400 °С). Чувствительность (сенсорный отклик) S , % определяли по формуле: $S = (R_a - R_g)/R_a \times 100\%$ при воздействии газоздушной смеси, содержащей водород, и по формуле: $S = (R_g - R_a)/R_a \times 100\%$ при воздействии газоздушных смесей, содержащих пропан или диоксид азота. В обеих формулах R_a и R_g – электрическое сопротивление газочувствительного слоя на воздухе и при воздействии газоздушной смеси соответственно.

Температура газочувствительного слоя контролировалась ИК-пирометром «Luma Sense Technology» (минимальная измеряемая температура 200 °С, точность 2 °С до 400 °С, 0,3 % измеряемой величины + 1 °С выше 400 °С).

Удельную поверхность порошков WO_3 и WO_3 –МУНТ определяли методом низкотемпературной адсорбции азота на установке Клячко-Гурвича [8].

Электрическое сопротивление образцов оксида вольфрама и композиции оксида вольфрама с МУНТ в интервале 100–400 °С измеряли в корундовой ячейке для измерения электропро-

водности двухзондовым методом, помещенной в трубчатую печь, подключенную к терморегулятору. Образцы в виде цилиндров (диаметр 8 мм, толщина 3,5 мм, масса 0,7–0,8 г) прессовались из предварительно отожженных на воздухе порошков (400 °С, 2 ч) с применением органического связующего (канифоль) на гидравлическом прессе (давление 150 кПа) и спекались на воздухе при 400 °С (5 ч). Для улучшения контакта на обе стороны образца наносилась серебряная паста. Электрическое сопротивление в режиме нагрева и охлаждения измеряли при помощи цифрового ампервольтметра В7–40, температура контролировалась при помощи хромель-алюмелевой термопары, закрепленной непосредственно вблизи образца.

По данным просвечивающей электронной микроскопии, установлено, что конечный продукт сгорания в плазме высоковольтного разряда атмосферного давления смеси углеводородов представляет собой МУНТ с примесью аморфного углерода различных модификаций. МУНТ имеют диаметр 22–63 нм и длину до 10 мкм. Активное окисление неочищенных МУНТ на воздухе начинается выше 450 °С [7].

Измерение температурной зависимости электропроводности в интервале 100–400 °С показывает, что МУНТ обладают собственной электрической проводимостью, а добавка их к оксиду вольфрама в количестве 2,1% мас. приводит к увеличению электрической проводимости оксида вольфрама во всем температурном интервале (рисунок 1а). Однако выше 350 °С этот эффект выражен незначительно, и кривые температурной зависимости электропроводности практически совпадают. Указанный эффект может приводить к смещению области высокой газовой чувствительности оксида вольфрама (от 180 °С) к более низким температурам. Аналогичный эффект наблюдается при добавлении к оксиду вольфрама сопоставимых по массе с 2,1% МУНТ добавок серебра и благородных металлов [9]. Анализ литературы свидетельствует, что для существенного повышения газадсорбционных свойств и электропроводности полупроводникового оксида металла обычно достаточно 0,1–2% мас. добавки очищенных УНТ, причем оптимальное количество добавки в данном интервале зависит от выбранного оксида металла [10]. На основании исследования температурной зависимости электрического сопротивления для изготовления

датчиков нами выбрано значение концентрации добавки, равное 2,1% мас. МУНТ, поскольку указанное количество добавки приводит к заметному увеличению электрической проводимости в интервале 120–250 °С, соответствующем рабочим температурам датчика, а добавка 1,1% мас. и менее оказывает незначительное влияние.

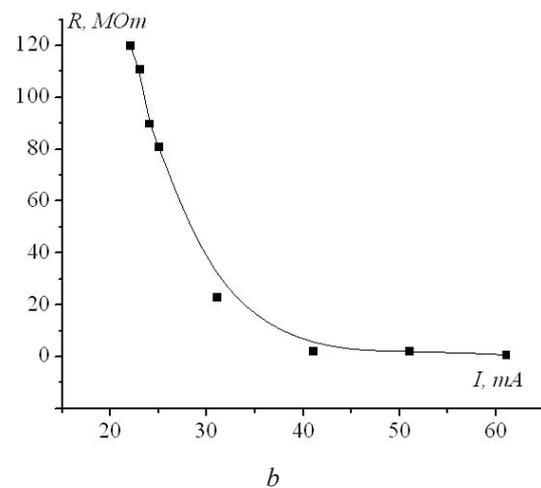
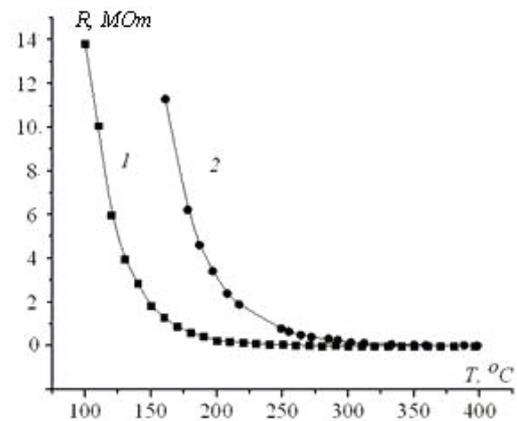


Рисунок 1 – а – электрическое сопротивление композиции оксида вольфрама с многостенными углеродными нанотрубками (1) в сравнении с чистым оксидом вольфрама (2) в интервале 100–400 °С; б – электрическое сопротивление газочувствительного слоя датчика в зависимости от тока нагрева на воздухе

Figure 1 – а – the electrical resistance of the tungsten oxide composition with multi-walled carbon nanotubes (1) in comparison with a pure tungsten oxide (2) in the range of 100–400 °С; б – electric resistance of the gas sensor layer as a function of the heating current in air

По данным просвечивающей электронной микроскопии (рисунок 2) полученный по методике [7] композиционный материал представляет собой конгломерат различных по форме и размеру частиц в несколько микрометров, в свою

очередь состоящих из спекшихся однородных по размеру частиц WO_3 размером преимущественно 0,2–2 мкм и более. Удельная поверхность WO_3 с добавлением 2,1% мас. МУНТ изменяется от 30,9 до 41,3 г/м². Данные значения сопоставимы с характеристиками известных чувствительных датчиков на основе SnO_2 , WO_3 и др.

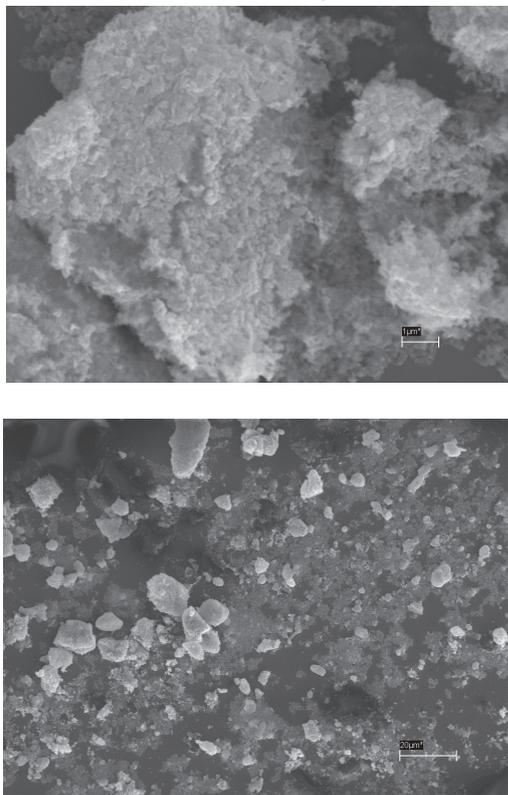


Рисунок 2 – Изображение порошка композиции оксида вольфрама с многостенными углеродными нанотрубками, отожженного 2 ч при 400 °С, полученное методом просвечивающей электронной микроскопии

Figure 2 – Image powder of composition of tungsten oxide with multiwall carbon nanotubes, annealed for 2 hours at 400 °C, obtained by transmission electron microscopy

Обсуждение результатов

Изготовленные датчики для определения диоксида азота и горючих газов представляют собой подложку из наноструктурированного пористого оксида алюминия, находящуюся в пластмассовом цилиндрическом корпусе диаметром 12,75 и высотой 6,9 мм, с выведенными наружу четырьмя металлическими электродами. На одной стороне подложки размещены две пары измерительных электродов, с зазором 25 мкм в каждой паре. На противоположной стороне подложки сформированы платиновые нагревательные элементы. Чув-

ствительные слои формируются поверх измерительных электродов.

Топология кристалла газового датчика представлена на рисунке 3. Подложка нанопористого анодного оксида алюминия (пористость ≈ 15 –35 %) имеет размер 1,25 × 1,25 мм и толщину 60 мкм. Площадка под каждым чувствительным элементом имеет размер 275 × 200 мкм. При изготовлении датчиков использовалась разработанная в Минском НИИ радиоматериалов технология микромеханической обработки нанопористого анодного оксида алюминия.

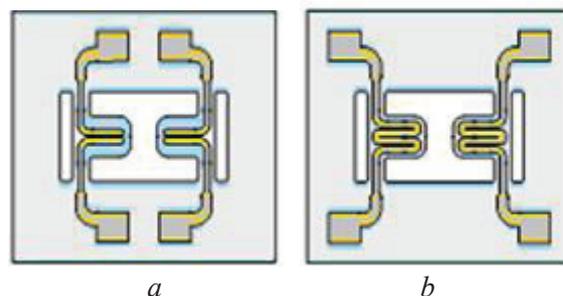


Рисунок 3 – Топология кристалла газового датчика: *a* – измерительные электроды; *b* – нагреватели

Figure 3 – Gas sensor chip topology: *a* – measuring electrodes; *b* – heaters

Зависимость электрического сопротивления датчиков от тока нагрева на воздухе представлена на рисунке 1*b*.

Кривые чувствительности датчиков к ряду газоздушных смесей представлены на рисунке 4. Из характера представленной зависимости следует, что добавка 2,1% мас. МУНТ приводит к заметному росту чувствительности к газоздушным смесям, содержащим как пропан, так и диоксид азота. Рост чувствительности зависит от тока нагрева (температуры подложки) и неодинаков для различных газов. Чувствительность к 3,6 ppm пропана выше при низких токах нагрева и монотонно снижается с увеличением рабочей температуры (рисунок 4*b*), в то время как чувствительность к 4 ppm диоксида азота при низких рабочих температурах невелика. Выше 61 мА начинается экстремальный рост чувствительности к 4 ppm NO_2 , превышающей 1000%. Данный интервал, вероятно, выходит за пределы рабочей температуры датчиков на использованных подложках (токи нагрева 31–51 мА), и полноценная его реализация требует использования подложек, позволяющих использовать более высокие токи нагрева. Столь высокая чувствительность к NO_2 материалов, содержащих УНТ, отмечалась ранее в работе [10].

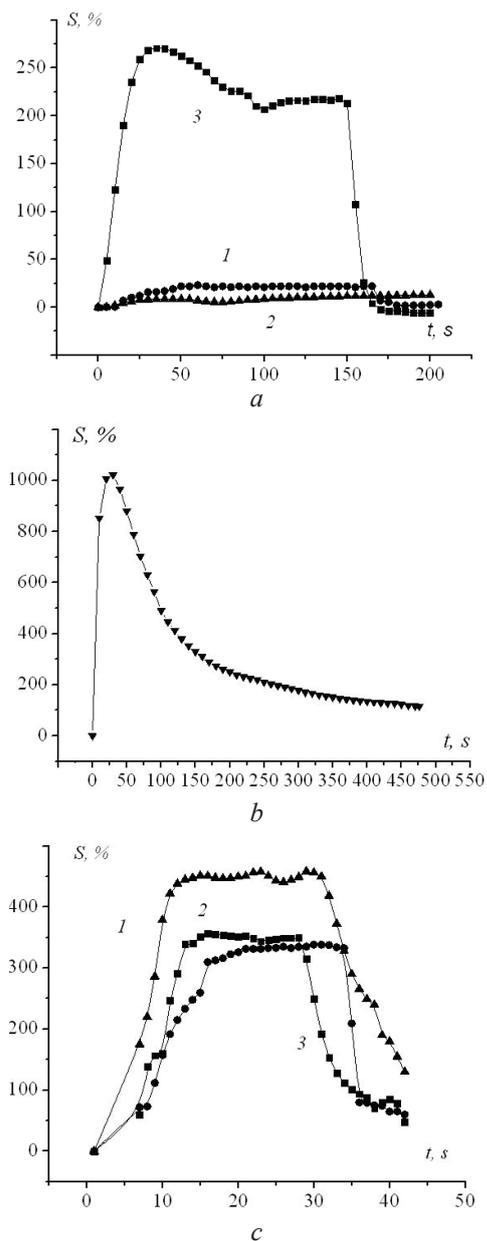


Рисунок 4 – Чувствительность (сенсорный отклик) датчика к газовоздушным смесям: *a*) 1 – WO_3 , 4 ppm NO_2 , ток нагрева 51 мА; 2 – WO_3 + 2,1% мас. МУНТ, 100 ppm H_2 , ток нагрева 41 мА; 3 – WO_3 + 2,1% мас. МУНТ, 4 ppm NO_2 , ток нагрева 41 мА; *b*) 1 – WO_3 + 2,1% мас. МУНТ, 4 ppm NO_2 , ток нагрева 61 мА; *c*) WO_3 + 2,1% мас. МУНТ, 3,6 ppm C_3H_8 : 1 – ток нагрева 41 мА; 2 – ток нагрева 51 мА; 3 – ток нагрева 61 мА

Figure 4 – The sensitivity (touch response) of the sensor to the gas mixture: *a*) 1 – WO_3 , 4 ppm NO_2 , heating current 51 mA; 2 – WO_3 + 2,1% by weight. MWCNTs, 100 ppm H_2 , heating current 41 mA; 3 – WO_3 + 2,1% by weight. MWCNTs, 4 ppm NO_2 , heating current 41 mA; *b*) 1 – WO_3 + 2,1% by weight. MWCNTs, 4 ppm NO_2 , heating current 61 mA; *c*) WO_3 + 2,1% by weight. MWCNTs, 3,6 ppm S_3H_8 : 1 – heating current 41 mA; 2 – heating current 51 mA; 3 – heating current 61 mA

Известно также [10], что в большинстве случаев экстремально высокая чувствительность к NO_2 материалов, содержащих УНТ, сопровождается также возрастанием времени восстановления (τ_{90}), что наблюдается и в нашем случае. На рисунке 4*b* видно, что τ_{90} превышает 400 с.

Введение в оксид вольфрама добавки МУНТ не оказало сколько-нибудь заметного воздействия на чувствительность к водороду во всем исследованном температурном интервале (токи нагрева 21–75 мА). На рисунке 4*a* (кривая 2) представлена зависимость выходного сигнала датчика к газовоздушной смеси, содержащей 100 ppm H_2 . Величина сенсорного отклика не превышает 15%, что практически совпадает с данными для слоев на основе чистого оксида вольфрама. Датчики горючих газов (водород и углеводороды) применяются с целью контроля загазованности и обеспечения пожаровзрывобезопасности при использовании газов на производстве, при хранении и транспортировке. Широко применяемые в соответствующих приборах чувствительные слои на основе оксидов олова и индия обладают чувствительностью к водороду, которая часто превышает чувствительность к углеводородам. Поэтому низкая чувствительность к водороду позволяет повысить селективность датчиков, содержащих в составе чувствительного элемента МУНТ, к углеводородам. Полученный результат согласуется с известными данными о природе газочувствительности УНТ, в соответствии с которыми CO , H_2O и двухатомные газы, включая водород, не способны к химической адсорбции на поверхности УНТ [11]. Известно, однако, что активация УНТ платиной или палладием значительно повышает чувствительность содержащих УНТ материалов к водороду [12].

Наблюдаемое отношение чувствительности к диоксиду азота к чувствительности к пропану $K = S(\text{NO}_2) / S(\text{C}_3\text{H}_8) \gg 2$ также позволяет производить их раздельное определение в диапазоне низких и сверхнизких концентраций.

Исследованные датчики обладают удовлетворительными временами срабатывания, составляющими в оптимальных режимах до 10 с для пропана, до 15 с для диоксида азота (см. рисунок 4). Это более низкие значения, чем при использовании в данной конструкции датчика чистого оксида вольфрама (30 с и более). Время восстановления τ_{90} , за которое принято принимать время достижения 90 % исходного сопротивления чувствительного слоя, составляет при токе нагрева 51 мА в

случае диоксида азота 8–10 с, для пропана – 7 с, для водорода – более 200 с при использовании датчиков на основе модифицированного МУНТ оксида вольфрама. Датчик, содержащий чистый оксид вольфрама, имеет соответствующие значения, равные 10–12 с (рисунок 4а, кривая 1).

Указанные значения также соответствуют показателям, предъявляемым к современным полупроводниковым газовым датчикам. Кроме того, датчики характеризуются сравнительно низким энергопотреблением (до 85 мВт при токе нагрева 61 мА). Току нагрева 61 мА соответствует температура чувствительного элемента ≈ 240 °С. При 41 мА показания пирометра отсутствуют (температура менее 200 °С).

В области наиболее высокой чувствительности к диоксиду азота, которая начинается от 61 мА ($S = 1000$ % и выше) время срабатывания датчика (достижения максимального сигнала) составляет 15 с, а время восстановления τ_{90} существенно возрастает (более 400 с при токе нагрева 61 мА, см. рисунок 4б).

Таким образом (рисунок 4), добавка 2,1% МУНТ к оксиду вольфрама позволяет получить материал с высокой чувствительностью ($S < 250$ %) как к пропану, так и диоксиду азота.

В литературе обсуждается несколько вероятных причин увеличения газовой чувствительности полупроводникового оксида при введении добавки УНТ: образование *p-n*-перехода между оксидным *n*-полупроводником и *p*-УНТ, ориентированный рост нанокристаллов оксида вдоль УНТ в процессе отжига (приводящий к увеличению количества носителей заряда вблизи границы раздела оксид–МУНТ), увеличение удельной поверхности композита по сравнению с чистым оксидом из-за формирования выступов УНТ. Все перечисленные факторы могут в разной степени проявляться и в нашем случае. Существенное повышение чувствительности к диоксиду азота и к пропану при отсутствии повышения чувствительности к водороду свидетельствует о преимущественной реализации механизма переноса заряда между молекулами газа и МУНТ: рост сопротивления вызван тем, что данные газы выступают в качестве донора электронов к УНТ, приводя к снижению концентрации проводящих отверстий на УНТ. В то же время сравнительно небольшое снижение сопротивления при воздействии газовой смеси, содержащей водород, следует связывать с физической адсорбцией молекул H_2

на стенках УНТ. Адсорбированные молекулы выступают при этом дополнительными центрами рассеяния, увеличивая продолжительность жизни (подвижность) носителей заряда, электронов и дырок [13]. Кроме этого, мы предположили [7], что наблюдаемые эффекты, связанные с изменением характера газовой чувствительности, могут быть объяснены также образованием токопроводящих каналов, сформированных МУНТ в толще оксидной матрицы. Наличие таких каналов способно увеличить диффузию молекул газа на поверхности WO_3 , увеличить число носителей заряда на межфазной поверхности и тем самым способствовать ускорению течения газочувствительных реакций.

Заключение

Получена и исследована газочувствительная композиция оксида вольфрама с многостенными углеродными нанотрубками. За счет добавки 2,1 % мас. углеродных нанотрубок, обладающих высокими электропроводностью и каталитической активностью, происходит существенное увеличение газовой чувствительности оксида вольфрама.

Исследованная композиция пригодна для создания высокочувствительных полупроводниковых датчиков горючих газов и диоксида азота, позволяющих их отдельное определение. Высокая чувствительность (от 250% и выше) позволяет использовать изготовленные датчики в составе приборов для экологического мониторинга воздуха, поскольку порог чувствительности изготовленных датчиков к NO_2 и горючим газам лежит значительно ниже соответствующих предельно допустимых концентраций (максимально разовая предельно допустимая концентрация составляет 0,1 ppm, среднесуточная – 0,02 ppm). Датчики обладают высокими скоростями срабатывания (8–10 с для пропана и диоксида азота при токе нагрева 41 мА) и низким энергопотреблением (25 мВт при токе нагрева 41 мА, 85 мВт при токе нагрева 61 мА).

Дальнейшее улучшение свойств газочувствительной композиции уместно связывать прежде всего с использованием методик функционализации поверхности многостенных углеродных нанотрубок до или в процессе формирования гетерокомпозиции путем обработки кислотами или кислородом, диспергированием многостенных углеродных нанотрубок в процессе синтеза воль-

фрамовой кислоты воздействием ультразвука, подбором оптимальной концентрации многостенных углеродных нанотрубок в зависимости от целевого газа (паров органических соединений).

Список использованных источников

1. Полупроводниковые сенсоры в физико-химических исследованиях / И.А. Мясников [и др.] ; под общ. ред. Л.Ю. Куприянова. – М. : Наука, 1991. – 327 с.
2. Trojanowicz, M. Analytical applications of carbon nanotubes: a review / M. Trojanowicz // TrAc Trends Anal. Chem. – 2006. – Vol. 25. – P. 480–489.
3. Roy, R.K. Room temperature sensor based on carbon nanotubes and nanofibres for methane detection / R.K. Roy, M.P. Chowdhury, A.K. Pal // Vacuum. – 2005. – Vol. 77. – P. 223–229.
4. Peng, S. K. Ab initio study of CNT NO₂ gas sensor / S. Peng [et al.] // Chem. Phys. Lett. – 2004. – Vol. 387 – P. 271–276.
5. Wei, B.Y. A novel SnO₂ gas sensor doped with carbon nanotubes operating at room temperature / B.Y. Wei [et al.] // Sens. Actuators B. – 2004. – Vol. 101. – P. 81–89.
6. Wu, R.J. Promotive effect of CNT on Co₃O₄-SnO₂ in a semiconductor-type CO sensor working at room temperature / R.-J. Wu [et al.] // Sens. Actuators B: Chem. – 2008. – Vol. 131. – P. 306–312.
7. Гайдук, Ю.С. Газочувствительная композиция оксида вольфрама с многостенными углеродными нанотрубками / Ю.С. Гайдук [и др.] // Известия НАНБ. Серия хим. наук. – 2016. – № 1. – С. 12–17.
8. Клячко-Гурвич, А.Л. Упрощенный метод определения поверхности по адсорбции воздуха / А.Л. Клячко-Гурвич // Изв. АН СССР. Серия хим. наук. – 1961. – № 10. – С. 1884–1886.
9. Гайдук, Ю.С. Влияние добавок благородных металлов на газочувствительные свойства оксида вольфрама, полученного золь-гель методом / Ю.С. Гайдук, А.А. Савицкий // Известия НАНБ. Серия хим. наук. – 2015. – № 4. – С. 11–16.
10. Espinoza, E.N. Hybrid metal oxide and multi-wall carbon nanotube films for low temperature gas sensing / E.N. Espinoza [et al.] // Sens. Actuators B: Chem. – 2007. – Vol. 127. – P. 137–142.
11. Peng, S. Ab initio study of doped carbon nanotube sensors / S. Peng, K. Cho // Nano Letters. – 2003. – Vol. 3. – No. 4. – P. 513–517.
12. Kong, J. Functionalized carbon nanotubes for molecular hydrogen sensors / J. Kong, M.G. Chapline, H. Dai // Advanced Materials. – 2001. – Vol. 13. – No. 18. – P. 1384–1386.
13. Sumanasekera, G.U. Effects of gas adsorption and collisions on electrical transport in single-walled carbon nanotubes / G.U. Sumanasekera [et al.] // Physical Review Letters. – 2000. – Vol. 85. – No. 5. – P. 1096–1099.

Micropower gas sensor based on the composition tungsten oxide and multiwall carbon nanotubes

Haiduk Yu.S.¹, Reutskaya O.G.², Savitsky A.A.¹, Taratyn I.A.³

¹Belorussian State University,
Leningradskaya St., 14, 220008, Minsk, Belarus

²Belorussian National Technical University,
Yakub Kolas St., 22, 220013, Minsk, Belarus

³Minsk Research Institute of Radiomaterials,
Kizhevatov St., 86, 220024, Minsk, Belarus

Received 11.03.2016

Accepted for publication 20.04.2016

Abstract. Gas-sensitive composition of tungsten oxide, prepared by sol gel method, with multiwall carbon nanotubes was investigated by transmission electron microscopy (TEM), measuring the electrical conductivity and surface area. Micro-power sensors ($P \leq 85$ mW), containing WO_3 -MWCNT as a sensing element were manufactured and tested. The greatest sensitivity to propane (≤ 400 %) was observed at substrate temperature below 200 °C, while appreciable sensitivity to NO_2 (≥ 300 %) was observed at higher temperatures ($T \approx 240$ °C or higher). Adding MWCNTs has no significant effect on sensitivity to hydrogen around the temperature range studied (current heating 21–75 mA). Gas sensor's sensitivity to NO_2 in a certain operating temperature range are more than 1000 %. The investigated gas-sensitive composition of tungsten oxide with MWCNTs is suitable for creating highly sensitive semiconductor sensors for combustible gases and nitrogen dioxide (including equipments for environmental air monitoring). The sensors have a high-speed response and recovery, and low power consumption.

Keywords: gas sensor, sol-gel method, tungsten trioxide, indium oxide, carbon nanotubes.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-41-49

Адрес для переписки:

Гайдук Ю.С.
Белорусский государственный университет,
ул. Ленинградская, 14, 220008, г. Минск, Беларусь
e-mail: j_hajduk@bk.ru

Address for correspondence:

Haiduk Yu.S.
Belorussian State University,
Leningradskaya str., 14, 220008, Minsk, Belarus
e-mail: j_hajduk@bk.ru

Для цитирования:

Гайдук Ю.С., Реутская О.Г., Савицкий А.А., Таратын И.А.
Газовые датчики на основе композиции оксида вольфрама и многостенных углеродных нанотрубок.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 41–49.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-41-49

For citation:

Haiduk Yu.S., Reutskaya O.G., Savitsky A.A., Taratyn I.A.
[Micropower gas sensor based on the composition tungsten oxide and multiwall carbon nanotubes].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 41–49 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-41-49

References

1. Myasnikov I.A. et al., ed. Kupriyanov L.Y. *Poluprovodnikovye sensory v fiziko-khimicheskikh issledovaniyakh* [Semiconductor sensors in the physical and chemical research]. Moscow, Nauka Publ., 1991, 327 p. (in Russian).
2. Trojanowicz M. Analytical applications of carbon nanotubes: a review. *TrAc Trends Anal. Chem*, 2006, vol. 25, pp. 480–489.
3. Roy R.K., Chowdhury M.P., Pal A.K. Room temperature sensor based on carbon nanotubes and nanofibres for methane detection. *Vacuum*, 2005, vol. 77, pp. 223–229.
4. Peng S.K., Cho K., Qi P., Dai H. Ab initio study of CNT NO₂ gas sensor. *Chem. Phys. Lett.*, 2004, vol. 387, pp. 271–276.
5. Wei Bee-Yu, Hsu Ming-Chih, Su Pi-Guey, Lin Hong-Ming, Wu Ren-Jang, Lai Hong-Jen. A novel SnO₂ gas sensor doped with carbon nanotubes operating at room temperature. *Sens. Actuators B*, 2004, vol. 101, pp. 81–89.
6. Wu Ren-Jang, Wu Jih-Gan, Yu Ming-Ru, Tsai Tung-Kang, Yeh Chuin-Tih Promotive effect of CNT on Co₃O₄-SnO₂ in a semiconductor-type CO sensor working at room temperature. *Sens. Actuators B: Chem.*, 2008, vol. 131, pp. 306–312.
7. Haiduk Yu.S., Savitsky A.A., Strizhakov D.A., Reutskaya O.G., Taratyn I.A. [Gas-sensitive material based on composition of tungsten oxide with multiwall carbon nanotubes]. *Izvestiya NANB. Seriya khimicheskaya*, 2016, no. 1, pp. 12–17 (in Russian).
8. Klyachko-Gurvic A.L. [Simplified method for determining the surface for air adsorption]. *Izvestiya ANSSSR. Seriya khimicheskaya*, 1961, no. 10, pp. 1884–1886 (in Russian).
9. Haiduk Yu. S., Savitsky A.A. [Influence of precious metals on gas sensing properties of tungsten oxide, prepared by the sol-gel method]. *Izvestiya NANB. Seriya khimicheskaya*, 2015, no. 4, pp. 11–16 (in Russian).
10. Espinosa E.H., Ionescu R., Chambon B., Bedis G., Sotter E., Bittencourt C., Felten A., Pireaux J.-J., Correig X., Llobet E. Hybrid metal oxide and multiwall carbon nanotube films for low temperature gas sensing. *Sens. Actuators B: Chem.*, 2007, vol. 127, pp. 137–142.
11. Peng S., Cho K. Ab initio study of doped carbon nanotube sensors. *Nano Letters*, 2003, vol. 3, no. 4, pp. 513–517.
12. Kong J., Chapline M.G., Dai H. Functionalized carbon nanotubes for molecular hydrogen sensors. *Advanced Materials*, 2001, vol. 13, no. 18, pp. 1384–1386.
13. Sumanasekera G.U., Adu C.K.W., Fang S., Eklund P.C. Effects of gas adsorption and collisions on electrical transport in single-walled carbon nanotubes. *Physical Review Letters*, 2000, vol. 85, no. 5, pp. 1096–1099.

УДК 535 621.375

Моделирование лазерного излучателя на основе Nd:YAG с пассивным охлаждением для измерения расстояний

Орехов К.А.

ОАО «Пеленг»,
ул. Макаенка, 23, 220023, г. Минск, Беларусь

Поступила 28.12.2015
Принята к печати 28.03.2016

Существующие на данный момент лазерные излучатели для измерения расстояний, работающие без охлаждения, обладают рядом недостатков: низкая энергия выходного излучения, что ограничивает дальность измерения; высокая расходимость на выходе резонатора, что требует установки массивной формирующей оптики и значительно увеличивает габаритные размеры; нестабильность параметров излучения при длительной работе из-за нагрева лазерного кристалла. В данной работе рассматривается теоретическая модель лазерного излучателя для передающего блока лазерного дальномера на основе цилиндрического активного элемента Nd:YAG с поперечной диодной накачкой, позволяющей решить вышеуказанные проблемы. Моделирование системы проведено методами матричной оптики и на основе балансных уравнений. В основу излучателя положена плоско-вогнутая схема резонатора с внутренней рассеивающей линзой, предназначенной для согласования размера моды TEM_{00} с размерами активной среды и перестройки резонатора на границу устойчивости, что позволяет получить расходимость на выходе резонатора на уровне дифракционной для лазерного стержня диаметром до 5 мм при длине резонатора 300 мм. Перестройка резонатора и согласование размера моды осуществляется продольной подвижкой линзы относительно «глухого» зеркала. Рассмотрены модели односторонней, двусторонней и трехсторонней схем накачки, проведен их сравнительный анализ с точки зрения равномерности распределения поглощенной энергии внутри лазерного кристалла, а также эффективности. Разработана модель трехсторонней накачки с системой клиновидных отражателей с золотым покрытием, обеспечивающая эффективность накачки на уровне 54 % при равномерном распределении энергии накачки по сечению активного элемента. На основе моделирования в среде ANSYS предложена схема реализации терморегулирования активного элемента при работе в вакууме введением теплопроводящего клея между боковой гранью активного элемента и корпусом квантрона, что позволяет при цикле в 8 мин снизить нагрев активного элемента на 35 °С. Энергия излучения в импульсе при накачке 1,2 Дж составляет около 0,3 Дж при длительности импульса 4 нс и частоте 2 Гц.

Ключевые слова: перестраиваемый резонатор, поперечная диодная накачка, пассивное охлаждение активного элемента.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-50-57

Адрес для переписки:
Орехов К.А.
ОАО «Пеленг»,
ул. Макаенка, 23, 220023, г. Минск, Беларусь
e-mail: ice987@mail.ru

Address for correspondence:
Orehov K.A.
Peleng JSC,
Makayonka str., 23, 220023, Minsk, Belarus
e-mail: ice987@mail.ru

Для цитирования:
Орехов К.А.
Моделирование лазерного излучателя на основе Nd:YAG с пассивным охлаждением для измерения расстояний. Приборы и методы измерений. 2016. – Т. 7, № 1. – С. 50–57
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-50-57

For citation:
Orehov K.A.
[Simulation of laser transmitter based on Nd:YAG with passive cooling for rangefinding].
Pribory i metody izmerenj [Devices and Methods of Measurements]. 2016, vol. 7, no. 1, pp. 50–57 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-50-57

Введение

В настоящее время все больше внимания уделяется совершенствованию лазерных дальнометрических систем различного назначения. Основным компонентом таких систем является источник зондирующего импульса, который во многом определяет как точность измерения, так и возможность использования системы в определенных внешних условиях. В качестве подобного излучателя в работе [1] был выбран Nd:YAG лазер с диодной накачкой и энергией импульса 40 мДж. Частота следования импульсов составляла 10 Гц. Выходной лазерный импульс имел длительность 7,5 нс. Накачка производилась матрицей GaAlAs лазерных диодов с длиной волны излучения 808 нм. КПД данного излучателя составлял 3 %. Ожидаемая наработка – 600 млн лазерных импульсов. Расходимость на выходе из лазера контролировалась телескопом, с помощью которого достигалась расходимость 0,3 мрад в сечении пучка, содержащем 90 % энергии импульса. В работе [2] в качестве источника зондирующего излучения используется Nd:YAG лазер с выходной энергией импульса 5 мДж и длительностью 15 нс. Накачка производится матрицей из 20 GaAlAs лазерных диодов с длиной волны излучения 808 нм. Резонатор был образован двумя оборачивающими призмами БР-180 с поляризационным выводом излучения. Расходимость в 0,3 мрад достигалась с помощью телескопа, построенного по схеме Галилея с кратностью 9,3х. В работе [3] в качестве излучателя использовался лазер на кристалле Nd:YAG с модуляцией добротности и диодной накачкой с длительностью импульса 10 нс и энергией 15 мДж при частоте их следования 242 Гц. Активный элемент формы *slab* помещен в неустойчивый резонатор длиной 36 см с выходным зеркалом, имеющим гауссов профиль отражения.

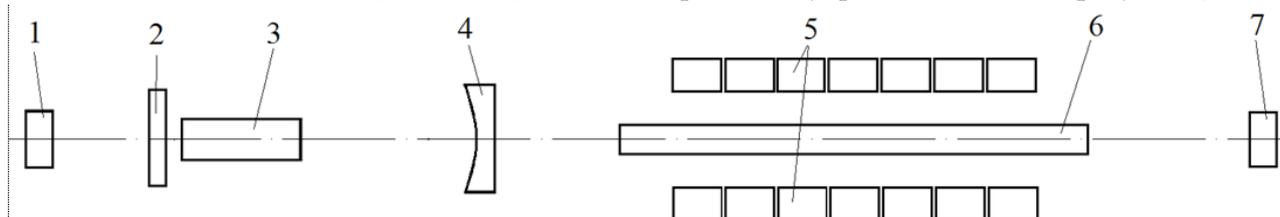


Рисунок 1 – Схема резонатора: 1 – «глухое» зеркало; 2 – четвертьволновая пластинка; 3 – электрооптический затвор; 4 – рассеивающая линза; 5 – линейки диодных лазеров; 6 – активный элемент; 7 – выходное зеркало

Figure 1 – Cavity scheme: 1 – rear mirror; 2 – quarter-wave plate; 3 – electrooptical q-switch; 4 – plano-concave lens; 5 – lines of laser diodes; 6 – laser rod; 7 – output coupler

Лазер охлаждался кондуктивно при температуре окружающей среды 25 °С. Излучатель производил импульс с расходимостью 1 мрад по уровню $1/e^2$, $M^2 = 1,2$. Оптическая эффективность составляла 14 %. Однако недостатком вышеуказанных схем является низкая энергия лазерного излучения, что ограничивает дальность измерения, а также высокая расходимость на выходе резонатора, что требует применения массивного формирующего телескопа и, соответственно, значительно увеличивает общие габариты системы. Целью данной работы было создание модели высокоэффективного лазерного излучателя высокой мощности с расходимостью на уровне дифракционной, способного работать в условиях вакуума без применения принудительного охлаждения.

Описание и расчет модели лазерного излучателя

Выбор схемы излучателя обусловлен рядом налагаемых ограничений: дальность измерения не менее 200 км, длительность зондирующего импульса не более 10 нс, отсутствие принудительного жидкостного охлаждения активного элемента и охлаждения за счет конвекции, ресурс работы – несколько лет, габаритные ограничения. Энергия импульса излучения, необходимая для последующей регистрации отраженного сигнала с учетом потерь в атмосфере, должна составлять не менее 0,15 Дж.

Подходящим для реализации схемы является кристалл Nd:YAG, обладающий высокой теплопроводностью 13 Вт/(м·К), а также длиной волны излучения, попадающей в окно прозрачности атмосферы.

Исходя из рассмотрения всех выше перечисленных факторов, для разработки выбрана схема, приведенная на рисунке 1.

Для расчета параметров пучка в резонаторе применена упрощенная модель (рисунок 2).

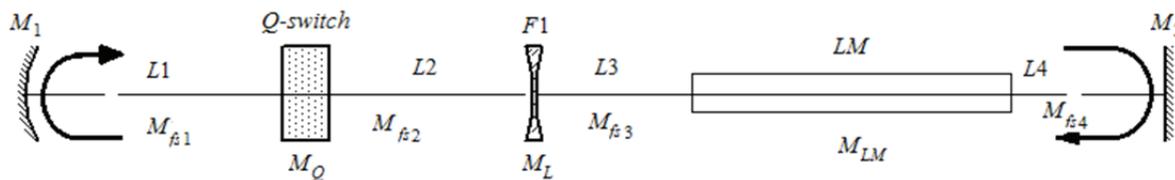


Рисунок 2 – Модель для расчета параметров пучка: M_1 – «глухое» зеркало; Q -switch – электрооптический затвор; FL – вогнутая линза; LM – активный элемент; M_2 – выходное зеркало; $L1, L2, L3, L4$ – расстояния между компонентами; $M_{fs1}, M_Q, M_{fs2}, M_L, M_{fs3}, M_{LM}, M_{fs4}$ – матрицы, описывающие соответствующие компоненты

Figure 2 – Model for beam calculation: M_1 – rear mirror, Q -switch – electrooptical Q-switch; FL – concave lens; LM – laser medium; M_2 – output coupler; $L1, L2, L3, L4$ – distances between the optical components; $M_{fs1}, M_Q, M_{fs2}, M_L, M_{fs3}, M_{LM}, M_{fs4}$ – matrixes describing the respective components

Модель описывается матрицей [4]:

$$M = M_{fs4} M_{LM} M_{fs3} M_L M_{fs2} M_Q M_{fs1} M_1 M_{fs1} \times \\ \times M_Q M_{fs2} M_L M_{fs3} M_{LM} M_{fs4} M_2,$$

где $M_{fs} = \begin{pmatrix} 1 & L_i \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$ – матрицы свободного про-

странства между оптическими элементами (толщина четвертьволновой пластинки учитывается в M_{fs1});

$$M_Q = \begin{pmatrix} 1 & \frac{L_Q}{n_Q} \\ 0 & 1 \end{pmatrix} - \text{матрица электрооптического затвора};$$

$$M_L = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ -\frac{1}{f} & 1 \end{pmatrix} - \text{матрица линзы};$$

$$M_1 = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ -\frac{2}{R_1} & 1 \end{pmatrix}, M_2 = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ -\frac{2}{R_2} & 1 \end{pmatrix} - \text{матрицы зеркал};$$

$$M_{LM} = \begin{pmatrix} 1 & \frac{L}{n} \\ 0 & 1 \end{pmatrix} - \text{матрица активного элемента}$$

(в данной ситуации допускается рассмотрение активного элемента как участка среды с показателем преломления n , так как на частоте генерации менее 5 Гц влияние термолинзы можно не учитывать).

При анализе схемы матричным методом был произведен расчет зависимостей размера перетяжки ω моды TEM_{00} в зависимости от разностей фокусного расстояния линзы f и радиуса кривизны глухого зеркала R (рисунок 3). Кроме того, разность $(R-f)$ прямо пропорциональна перемещению внутрирезонаторной линзы вдоль оптической оси и, таким образом, определяет фокусное расстояние эквивалентного телескопа, образованного сферическим зеркалом и отрицательной линзой. Перемещение внутрирезонаторной линзы также

позволяет компенсировать неточность изготовления оптических элементов.

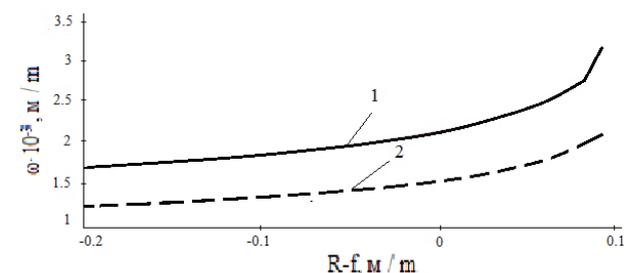


Рисунок 3 – Зависимость радиуса моды внутри резонатора от разности радиуса кривизны «глухого» зеркала и фокусного расстояния внутрирезонаторной линзы: 1 – $R = 10$ м; 2 – $R = 5$ м

Figure 3 – Dependence of mode radius inside the cavity on the difference between the radius of curvature of rear mirror and the focal length of the intracavity lens: 1 – $R = 10$ m; 2 – $R = 5$ m

В качестве «глухого» зеркала рассмотрены зеркала с коэффициентом отражения 99,95 %, радиусами $R = 10$ м и $R = 5$ м. Каждому зеркалу подобраны рассеивающие линзы с фокусным расстоянием $f = -10$ м и $f = -5$ м, соответственно. «Глухое» зеркало с рассеивающей линзой образует своеобразную перестраиваемую телескопическую систему, позволяющую согласовать моду резонатора с размерами активного элемента, регулировать расходимость излучения, выделить рабочий участок активного элемента с наиболее равномерной накачкой без введения дополнительных диафрагм.

Следующим шагом стала необходимость обеспечения нужного уровня накачки активного элемента с минимальными потерями на транспортировку и равномерности ее распределения в сечении активного элемента. Ввиду ограниченности габаритов был проведен анализ возможности использования односторонней, двусторонней и трехсторонней схем накачки с использованием отражателей и без них [5, 6]. Соответствующие схемы, а также графики распределения плотно-

сти энергии накачки по сечению активного элемента приведены на рисунке 4.

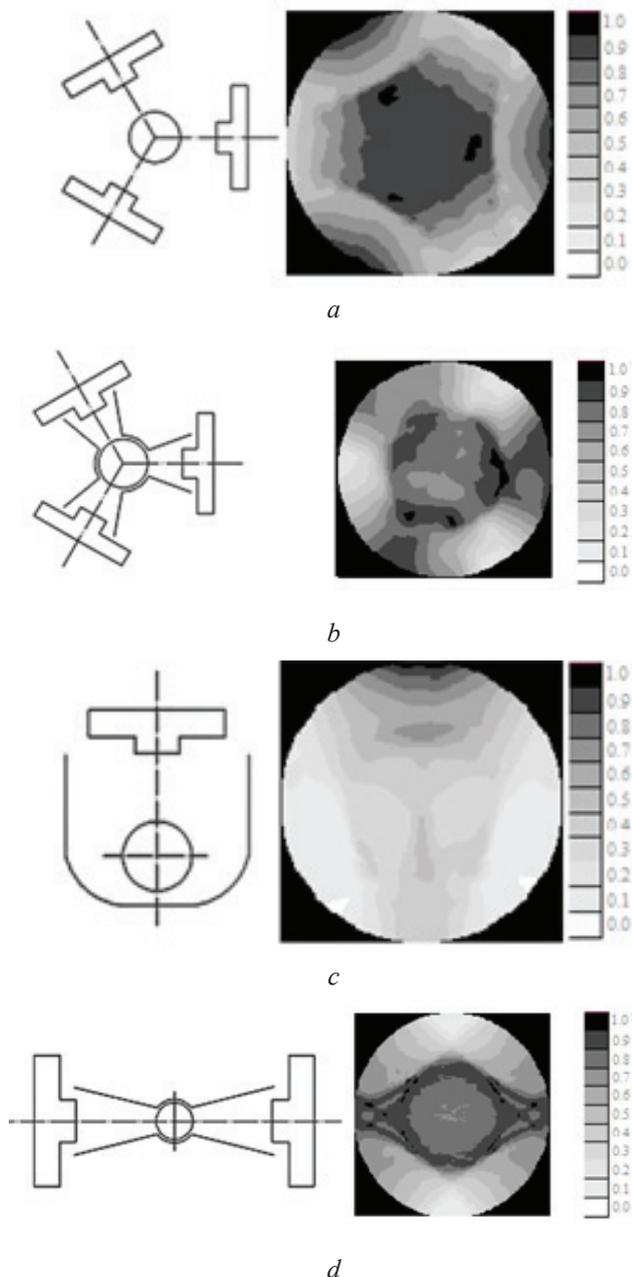


Рисунок 4 – Распределение плотности энергии накачки по сечению активного элемента при использовании типа накачки: *a* – трехсторонняя без отражателя; *b* – трехсторонняя с отражателем; *c* – односторонняя с отражателем; *d* – двухсторонняя с отражателем

Figure 4 – Distribution of pump energy density over the cross section of the laser rod under pump scheme: *a* – from three sides without reflector; *b* – from three sides with reflector; *c* – from one side with reflector; *d* – from two sides with reflector

В схеме без отражателя рассеяние на боковой поверхности активного элемента вносит значи-

мые потери энергии накачки. В случае односторонней и двусторонней накачки наблюдается значительная неоднородность распределения плотности энергии в активном элементе, что в итоге значительно ухудшает качество выходного пучка. Наиболее оптимальной с точки зрения равномерности распределения энергии и эффективности накачки оказалась схема трехсторонней накачки с системой концентраторов, имеющих золотое покрытие. Структура из трех концентраторов объединена цилиндрическими отражающими поверхностями, направляющими рассеянное по поверхностью активного элемента излучение в его центральную часть [7]. При растворе угла отражателя 15° (угол между отражающими поверхностями) нормированный коэффициент потерь при транспортировке в зависимости от угла выхода излучения диода имеет вид, представленный на рисунке 5. Расчет проведен с учетом линейной поляризации излучения накачки.

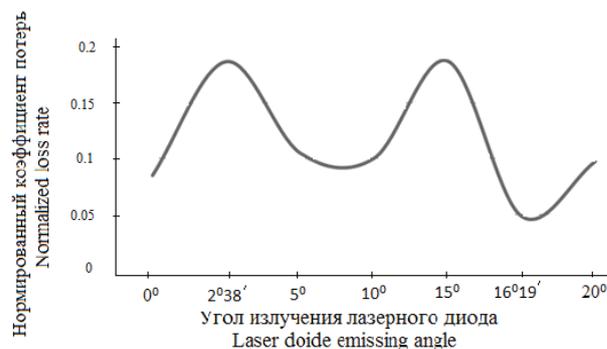


Рисунок 5 – Распределение потерь при транспортировке в отражателе в зависимости от угла выхода излучения линейки лазерных диодов

Figure 5 – Pump energy losses distribution in the reflector depending on radiation field of laser diodes array

Использование других типов покрытий (не золото) вызывает уменьшение КПД при транспортировке излучения накачки к активному элементу: у алюминия в спектре отражения на длине волны накачки наблюдается провал, медь и серебро окисляются, что требует нанесения дополнительного защитного покрытия. Коэффициент отражения защитных покрытий составляет 76–77 % [8]. Использование диэлектрических покрытий на металле в вакууме требует дополнительных исследований ввиду возможного отслоения в процессе длительной эксплуатации.

С учетом потерь энергии накачки при транспортировке (15 %), частичного отражения от боковой поверхности активного элемента, поглоще-

ния в активном элементе на длине волны накачки $1 - e^{-ad}$, квантового дефекта $-\lambda_p/\lambda$ и квантовой эффективности $-0,9$ [9] дифференциальный КПД накачки составляет $\eta_p = 54\%$

Расчет энергетических характеристик для режима модуляции добротности произведен на основании скоростных уравнений [10]:

$$\begin{cases} \frac{d(\Delta N)}{dt} = W_p(N - \Delta N) - BQ\Delta N - \frac{\Delta N}{\tau} \\ \frac{dQ}{dt} = \left(V_e B \Delta N - \frac{1}{\tau_c} \right) Q \end{cases},$$

где ΔN – инверсия населенности верхнего лазерного уровня;
скорость накачки определяется как:

$$W_p = \frac{P_{abs}}{V_a h \nu_p N};$$

$P_{abs} = P_p \eta_p$ – мощность, поглощенная активным элементом; P_p – мощность накачки, η_p – КПД накачки; V_a – объем активного элемента; V_e – объем моды в активном элементе; ν_p – разница частот верхнего лазерного и основного уровней; N – концентрация ионов Nd^{3+} ; B – скорость вынужденного излучения на один фотон в моде; τ – время жизни верхнего лазерного уровня; Q – плотность фотонов в резонаторе; τ_c – время жизни фотона в резонаторе.

На рисунке 6 приведены расчетные графики зависимости выходной энергии излучателя от энергии накачки при длительности импульса накачки 150 мкс в режиме модуляции добротности при расходимости излучения на уровне дифракционной.

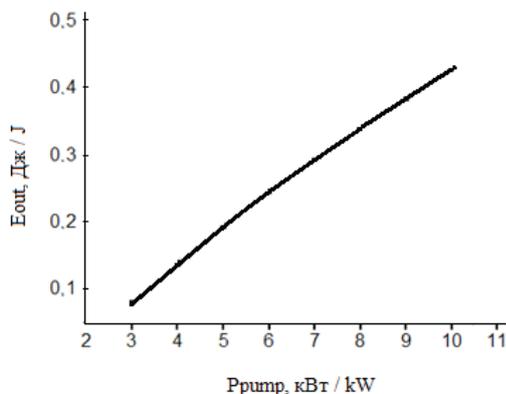


Рисунок 6 – Зависимость выходной энергии излучателя от мощности накачки

Figure 6 – Dependence of the output energy on the pump power

При длительности накачки 150 мкс, ее мощности 8,5 кВт и частоте следования импульсов 2 Гц расчет показал, что мощность, выделяемая в виде теплового излучения, составляет 0,6 Вт. На полном рабочем цикле в 8 мин это приводит к нагреву центральной части активного элемента до 70 °С. При условии контакта поверхности активного элемента с корпусом квантрона лишь через резиновые уплотнительные кольца вблизи торцов активного элемента, возникающая термолинза приводит к срыву генерации. Данная проблема была решена введением теплопроводящего клея между боковой поверхностью активного элемента в его центральной части и корпусом квантрона.

Моделирование теплопереноса в системе ANSYS [11] показало, что при введении теплопроводящего клея нагрев активного элемента за полный рабочий цикл не превышает 15 °С, что решает задачу терморегулирования системы.

Заключение

Разработана модель высокоомощного и эффективного лазерного излучателя с боковой диодной накачкой, характеризующегося расходимостью излучения на уровне дифракционной, и перестраиваемым телескопическим резонатором на границе устойчивости; при энергии накачки 1,2 Дж энергия излучения в импульсе длительностью 4 нс составляет около 0,3 Дж. Разработана модель системы концентраторов, обеспечивающих равномерное распределение энергии накачки внутри активного элемента, с потерями при транспортировке не более 15 %. Предложена схема терморегулирования активного элемента без использования средств принудительного охлаждения.

Сравнительный анализ показывает преимущества полученной модели над другими системами со значительными габаритными ограничениями, где необходимо получение высокой энергии и пространственного качества импульса излучения. Высокая эффективность системы накачки позволяет снизить энергопотребление и увеличить КПД излучателя.

В совокупности высокая энергия и низкая расходимость импульса излучения, метод термостабилизации, полученные в данной модели, позволят значительно увеличить дальность и точность измерения расстояний, увеличить цикл

непрерывной работы лазера без ухудшения характеристик и снизить требования к габаритам формирующих оптических систем.

Список использованных источников

1. Zuber, M.T. The Mars Observer Laser Altimeter Investigation / M.T. Zuber // Journal of geophysical research. – 1992. – Vol. 97, no. E5. – P. 7781–7797.

2. Cole, T.D. NEAR laser rangefinder: A tool for the mapping and topologic study of asteroid 433 Eros / T.D. Cole // Johns Hopkins apl technical digest. – 1998. – Vol. 19. – P. 142–157.

3. Coyle, D.B. NASA Goddard Space Flight Center. Design and performance of the vegetation canopy Lidar (VCL) laser transmitter / D.B. Coyle, R.B. Kay, S.J. Lindauer // Aerospace Conference Proceedings. – 2002. – IEEE, vol. 3. – P. 1457–1464.

4. Hodgson, N. Laser Resonators and Beam Propagation, Fundamentals, Advanced Concepts and Applications, Second Edition / N. Hodgson, H. Weber // Springer. – 2005. – 793 p.

5. Grechin, S.G. Diode-side-pumped laser heads for solid-state lasers / S.G. Grechin, P.P. Nikolaev // Quantum electron. – 2009. – Vol. 39, no. 1. – P. 1–17.

6. Jonghoon, Yi. Diode-pumped Nd:YAG Rod Laser with Single-side Pumping Geometry / Yi Jonghoon, Youngjung Kim and Kangin Lee // Journal of the Korean Physical Society. – 2010. – Vol. 57, no. 2. – P. 355–358.

7. Jirong, Yu. Advanced 2-micron Solid State Laser Developments / Yu. Jirong, U.N. Singh, M.J. Kavaya // NASA Langley Research Center, MS 468, Hampton, VA, ESTO Conference, 28–29 June 2005.

8. Marvin J. Weber. Handbook of optical materials / Marvin J. Weber // CRC Press LLC. – 2003.

9. Koechner, W. Solid-state lasers: A Graduate Text / W. Koechner // Springer. – 2003. – 409 p.

10. Svelto, O. Principles of Lasers, Fifth edition / O. Svelto, D.C. Hanna // Springer Science+Business Media, LLC. – 2010. – 620 p.

11. Website of ANSYS, Inc. Available at: <http://www.ansys.com/> (accessed 1.12.2015).

Simulation of laser transmitter based on Nd: YAG with passive cooling for rangefinding

Orehov K.A.

*Peleng JSC,
Makayonka str., 23, 220023, Minsk, Belarus*

Received 28.12.2015

Accepted for publication 28.03.2016

Abstract. Laser emitters used in rangefinders without cooling have several limitations: low energy, high beam divergence at the cavity exit that leads to large output telescope design that significantly increases rangefinder's size, long time beam parameters instability due to laser crystal heating. In the article laser emitter for a transmitting unit of rangefinder based on cylindrical laser medium Nd:YAG with transverse diode pumping abled to solve all the abovementioned problems is considered. Matrix optics and balance equations were used for system modeling. The emitter is based on plano-concave scheme cavity with internal concave lens aimed for matching the size of TEM₀₀ mode with the size of laser medium and cavity tuning to stability threshold which allows to achieve divergence of the output pulse at diffraction level for 5 mm diameter medium and 300 mm cavity length. Cavity reconfiguration and mode size compliance is conducted by the longitudinal movement of lens relative to the rear mirror. Three-, two- and one-sided pump schemes are compared in terms of rod energy absorption uniformity and their effectiveness. The three-sided pump scheme model with a system of gold coated reflectors was designed that provides 54 % efficiency of pump when the pump energy is distributed uniformly along the cross-section of the laser medium. Based on the modeling in ANSYS the scheme of laser medium thermal control in vacuum conditions was suggested that implies introduction heat-conducting glue between the side edge of a laser medium and quantron body that allows to low the active medium heating in the 8 min cycle by 35 °C. Beam pulse energy under pump of 1.2 Joule equals to about 0.3 Joule with the 4 ns pulse time and 2 Hz in frequency.

Keywords: variable cavity, transverse diode pumping, passive cooling of active element.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-50-57

Адрес для переписки:

Орехов К.А.
ОАО «Пеленг»,
ул. Макаенка, 23, 220023, г. Минск, Беларусь
e-mail: ice987@mail.ru

Address for correspondence:

Orehov K.A.
Peleng JSC,
Makayonka str., 23, 220023, Minsk, Belarus
e-mail: ice987@mail.ru

Для цитирования:

Орехов К.А.
Моделирование лазерного излучателя на основе Nd:YAG с пассивным охлаждением для измерения расстояний. Приборы и методы измерений. 2016. – Т. 7, № 1. – С. 50–57
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-50-57

For citation:

Orehov K.A.
[Simulation of laser transmitter based on Nd:YAG with passive cooling for rangefinding].
Pribory i metody izmerenj [Devices and Methods of Measurements]. 2016, vol. 7, no. 1, pp. 50–57 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-50-57

References

1. Zuber M.T. The Mars Observer Laser Altimeter Investigation. *Journal of geophysical research*, 1992, vol. 97, no. E5, pp. 7781–7797.
2. Cole T.D. NEAR laser rangefinder: A tool for the mapping and topologic study of asteroid 433 Eros, *Johns Hopkins apl technical digest*, 1998, vol. 19, pp. 142–157.
3. Coyle D.B., Kay R.B., Lindauer S.J. NASA Goddard Space Flight Center. Design and performance of the vegetation canopy Lidar (VCL) laser transmitter. *Aerospace Conference Proceedings*, 2002. IEEE, vol. 3, pp. 1457–1464.
4. Hodgson N., Weber H. Laser Resonators and Beam Propagation, Fundamentals, Advanced Concepts and Applications, Second Edition, *Springer*, 2005, 793 p.
5. Grechin S.G., Nikolaev P.P. Diode-side-pumped laser heads for solid-state lasers, *Quantum electron*, 2009, vol. 39, no. 1, pp. 1–17.
6. Jonghoon Yi, Youngjung Kim and Kangin Lee. Diode-pumped Nd:YAG Rod Laser with Single-side Pumping Geometry. *Journal of the Korean Physical Society*, 2010, vol. 57, no. 2, pp. 355–358.
7. Jirong Yu., Singh U.N., Kavaya M.J. Advanced 2-micron Solid State Laser Developments, *NASA Langley Research Center, MS 468, Hampton, VA, ESTO Conference*, 28–29 June 2005.
8. Marvin J. Weber. Handbook of optical materials, *CRC Press LLC*, 2003.
9. Walter Koechner. Solid-state lasers: A Graduate Text, *Springer*, 2003, 409 p.
10. Svelto O., Hanna D.C. Principles of Lasers, Fifth edition, *Springer Science+Business Media, LLC*, 2010, 620 p.
11. Website of ANSYS, Inc. Available at: <http://www.ansys.com/> (accessed 1.12.2015)

УДК 681.785.55

Использование призмного телескопирования светового пучка для повышения спектрального разрешения и угловой дисперсии спектрометра

Гулис И.М., Купреев А.Г.

Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь

Поступила 29.01.2016

Принята к печати 14.03.2016

Повышение угловой дисперсии и «щелевой» разрешающей способности дисперсионных спектрометров на основе дифракционной решетки за счет изменения ее параметров ограничено допустимым порядком дифракции и периодом; решения на основе модифицированных решеток (эшелле, голографических, иммерсионных) приемлемы в ограниченной области параметров и сложны в производстве, поэтому мало пригодны для использования в массовых приборах. В предлагаемом методе уменьшение «щелевого» предела разрешения обеспечивается одномерным расширением светового пучка в плоскости дисперсии посредством прохождения через наклонную призму перед падением на решетку. Увеличение угловой дисперсии обеспечивается сужением диспергированных пучков после решетки при прохождении через вторую наклонную призму. Показано, что «щелевой» предел разрешения в такой системе улучшается (уменьшается) приблизительно в число раз, равное угловому увеличению первой призмы (величина меньше единицы); угловая дисперсия увеличивается в число раз, равное угловому увеличению второй призмы. Проанализировано влияние френелевского отражения от граней призм, которое растет с увеличением их наклона относительно пучка, поэтому целесообразное с точки зрения повышения светопропускания системы увеличение разрешающей способности составляет 1,4–1,6 раза (при использовании просветления может достигать 2 и более раз). От аналогов метод отличается технологичностью реализации, поскольку используются простые оптические элементы – плоская отражательная дифракционная решетка и оптические клинья. Благодаря этому он может применяться для улучшения аналитических характеристик широкого класса дисперсионных спектрометров, в первую очередь малогабаритных.

Ключевые слова: дисперсионный спектрометр, дифракционная решетка, предел разрешения, угловая дисперсия.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-58-66

Адрес для переписки:

Гулис И.М.
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: gulis@bsu.by

Address for correspondence:

Gulis I.M.
Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus
e-mail: gulis@bsu.by

Для цитирования:

Гулис И.М., Купреев А.Г.
Использование призмного телескопирования светового пучка для повышения спектрального разрешения и угловой дисперсии спектрометра.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 58–66.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-58-66

For citation:

Gulis I.M., Kupreyeu A.G.
[One-dimensional light beam widening using prisms for increase of spectrometer spectral resolution and angular dispersion].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 58–66 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-58-66

Введение

Реальный предел разрешения дисперсионного спектрометра определяется теоретическим пределом разрешения, обусловленным волновой природой света и свойствами диспергирующего элемента, полушириной абберационного кружка рассеяния, шириной изображения входной щели («щелевой» предел разрешения), оптико-электронными характеристиками системы регистрации (в частности, размером пикселя фотодетектора), дефектами изготовления и юстировки оптических элементов. Важной характеристикой оптической системы является геометрический фактор – произведение площади входного отверстия и числовой апертуры системы, от которого зависит световой поток через прибор, а следовательно, возможность регистрации низкоинтенсивных спектральных компонент [1]. Увеличение геометрического фактора за счет повышения числовой апертуры приводит к росту внеосевых аббераций оптической системы, прежде всего комы и астигматизма [2]. Фактором этого роста является не только увеличение апертурного угла, но и вызванный увеличением диаметра оптических элементов рост углов падения световых пучков на объективы, что особенно актуально для малогабаритных светосильных спектрометров с зеркальными объективами, поскольку при возрастании аббераций существенно ухудшается их спектральное разрешение. Для компенсации аббераций в таких системах, как правило, используются дополнительные корректирующие элементы [3, 4] или асферические объективы [5], что усложняет оптическую систему и удорожает ее изготовление, особенно при необходимости коррекции аббераций нескольких типов. Более простым способом увеличения геометрического фактора является расширение входной апертуры (щели), однако при этом увеличивается размер изображения щели на детекторе – растет «щелевой» предел разрешения $\delta\lambda_{slit}$:

$$\delta\lambda_{slit} = \frac{d\lambda}{d\beta} \frac{w}{f} r, \quad (1)$$

где $d\lambda/d\beta$ – обратная угловая дисперсия; w – ширина щели; r – анаморфное увеличение системы; f – фокусное расстояние объектива (будем рассматривать коллиматорный и камерный объективы с одинаковым фокусным расстоянием) [1]. Из (1) следует, что для уменьшения $\delta\lambda_{slit}$ при не-

изменной ширине щели и фокусном расстоянии (т.е. при сохранении геометрического фактора системы) необходимо увеличить дисперсию или уменьшить анаморфное увеличение.

В дальнейшем ограничимся рассмотрением диспергирующих систем на основе дифракционной решетки. Исходя из соотношений для угловой дисперсии [6] и анаморфного увеличения решетки, можно заключить, что уменьшить $\delta\lambda_{slit}$ можно за счет уменьшения периода решетки, увеличения порядка дифракции или угла падения светового пучка. К примеру, в решетках эшелле высокая угловая дисперсия достигается за счет большого угла падения пучка на решетку и дифракции в высоких порядках, однако такие решетки отличаются крайне малой областью свободной дисперсии и существенно сложнее в изготовлении, чем обычные [6]. Другие типы решеток с высокой угловой дисперсией (голографические [7], иммерсионные и гризмы [8, 9]) тоже сложны в производстве, ориентированы на работу в ограниченной области параметров (порядков дифракции, углов падения и дифракции световых пучков). Для массовых малогабаритных спектрометров широкого спектрального диапазона актуальны более универсальные решения на основе плоских отражательных дифракционных решеток. Дисперсия и предел разрешения в случае одиночной решетки тоже ограничены, поскольку уменьшение периода понижает длинноволновую границу ее рабочего спектрального диапазона, увеличение порядка дифракции сокращает область свободной дисперсии [6]. Суммирование дисперсии нескольких дифракционных решеток улучшает диспергирующие характеристики оптической системы, однако при этом возрастают ее сложность, габариты и потери света.

Проведенный анализ возможностей увеличения дисперсии и «щелевого» разрешения спектрометров на основе дифракционной решетки указывает на необходимость разработки метода, использующего обычную плоскую решетку, что позволит применять его в массово изготавливаемых приборах, прежде всего малогабаритных.

Описание и обоснование предлагаемого метода

Для повышения «щелевого» спектрального разрешения и угловой дисперсии в оптической системе спектрометра нами предлагается увели-

чивать сечение светового пучка перед падением на дифракционную решетку и уменьшать его после дифракции посредством прохождения через дополнительные призмы. Призмы размещаются перед дифракционной решеткой и после нее (рисунком 1), наклонены в плоскости дисперсии системы таким образом, что после первой призмы пучок расширяется в направлении дисперсии и падает на дифракционную решетку, диспергированные пучки направляются на вторую призму, после нее пучки сужаются в направлении дисперсии.

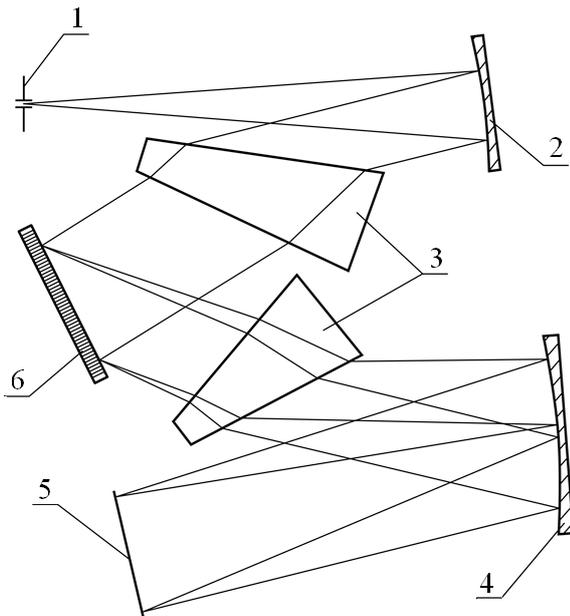


Рисунок 1 – Оптическая система дисперсионного спектрометра с призмным расширением пучка: 1 – входная щель; 2 – коллиматорный объектив; 3 – призмы; 4 – камерный объектив; 5 – детектор; 6 – дифракционная решетка

Figure 1 – Optical system of dispersive spectrometer with prism beam expanding: 1 – entrance slit; 2 – collimating lens; 3 – prisms; 4 – imaging lens; 5 – detector array; 6 – diffraction grating

Увеличение угловой дисперсии предлагалось в трехпризмной системе Малышева [10], в которой центральная призма работает в условиях минимального отклонения, а крайние обеспечивают изменение углового увеличения. Целесообразность широкого использования такой системы ставится под сомнение, поскольку при равенстве длин путей в призмах и ширины выходящего из системы пучка она эквивалентна системе из трех симметричных призм [10]. Однако система на основе дифракционной решетки обладает существенным отличием, так как боль-

шая дисперсия решетки позволяет получать за счет телескопирования большой прирост общей дисперсии системы. В то же время угловая дисперсия призм на 1–2 порядка меньше дисперсии решетки, поэтому их вкладом в общую дисперсию системы можно пренебречь. Использование призм с малым преломляющим углом позволяет сократить размеры системы. Дополнительным преимуществом призмного телескопирования является расширение светового пучка только в направлении дисперсии, благодаря чему вертикальный размер спектрометра не увеличивается. Отметим, что призмные расширители используются в резонаторах перестраиваемых лазеров для уменьшения расходимости светового пучка и сужения полосы пропускания дисперсионного резонатора (первоначально для расширения пучка применялись телескопы, однако из-за сложности юстировки и высокой стоимости их стали заменять призмами).

Для системы, содержащей дифракционную решетку и две призмы, используя [11], можно получить выражение для угловой дисперсии:

$$\left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{total} = \gamma_{p2}\gamma_g \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{p1} + \gamma_{p2} \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_g + \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{p2}, \quad (2)$$

где $\gamma_g, \gamma_{p1}, \gamma_{p2}$ – угловое увеличение решетки, первой и второй призмы соответственно;

$\left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_g, \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{p1}, \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{p2}$ – угловые дисперсии.

Таким образом, угловая дисперсия системы зависит от дисперсий составляющих ее элементов и от их угловых увеличений. Например, если призмы одинаковы и установлены под одним углом к падающему пучку (для второй призмы это возможно для одной из длин волн) со сложением дисперсии, то с учетом известной формулы угловой дисперсии призмы выражение (2) можно записать как:

$$\left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{total} = \gamma_{p2} \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_g + \frac{dn}{d\lambda} \left(\frac{t}{D_{p2}} + \gamma_{p2}\gamma_g \frac{t}{D_{p1}} \right), \quad (3)$$

где $\frac{dn}{d\lambda}$ – дисперсия материала призмы;

t – разность оптических путей крайних лучей в призме; D_{p1}, D_{p2} – ширина сечения пучка на выходе из первой и второй призмы соответственно. Если обозначить ширину сечения пучка после

дифракционной решетки D_g , тогда угловое увеличение решетки и второй призмы соответственно:

$$\gamma_g = \frac{D_{p1}}{D_g} \quad \text{и} \quad \gamma_{p2} = \frac{D_g}{D_{p2}},$$

и тогда (3) принимает вид:

$$\left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{total} = \gamma_{p2} \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_g + 2 \frac{t}{D_{p2}} \frac{dn}{d\lambda}.$$

При использовании тонких призм с малым углом при вершине (оптических клиньев) их дисперсией по сравнению с дисперсией решетки можно пренебречь, поэтому (3) преобразуется в:

$$\left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_{total} \approx \gamma_{p2} \left(\frac{d\beta}{d\lambda}\right)_g. \quad (4)$$

Таким образом, угловая дисперсия дифракционной решетки в случае призмного расширения пучка повышается в число раз, приближенно равное угловому увеличению (кратности сужения пучка) после второй призмы. Соотношение (4) справедливо и для угловой дисперсии системы с вычитанием дисперсии призм.

Анаморфное увеличение в системе с одинаковыми коллиматорным и камерным объективами равно произведению угловых увеличений призм и решетки:

$$r = \gamma_{p1} \gamma_g \gamma_{p2}.$$

Поэтому щелевой предел разрешения в такой системе с учетом (1) и (4) равен:

$$\delta\lambda_{slit} = \frac{1}{(d\beta/d\lambda)_{total}} \frac{w}{f} r \approx \frac{1}{(d\beta/d\lambda)_g} \times \quad (5)$$

$$\times \frac{w}{f} \gamma_{p1} \gamma_g = \gamma_{p1} \delta\lambda_{slit0}$$

и будет в γ_{p1} раз больше, чем в системе без призмного расширения ($\delta\lambda_{slit0}$) при прочих равных условиях. Следует отметить, что монохроматические aberrации призм существенно проявляются в неколлимированных пучках [1], поэтому в данном случае ими можно пренебречь.

При разработке схемного решения, использующего предложенный метод, необходимо учитывать, что стандартные дифракционные решетки обычно имеют квадратную форму. Для исключения потерь света при недостаточной длине решетки по сравнению с длиной сечения пучка

следует снабдить спектрометр решеткой, расширенной в направлении дисперсии.

Определение области применения метода

При больших углах падения увеличиваются потери света из-за френелевского отражения, поэтому использование призм обосновано в случаях, когда эти потери меньше, чем потери из-за сокращения геометрического фактора при сужении входной щели до ширины, эквивалентной достигнутому с использованием призм пределу разрешения. Обозначив пропускание призм в системе с масштабированием предела разрешения в γ_{p1} раз как T_{p1} и T_{p2} , а световой поток, падающий на входную щель, как I_0 , условие целесообразности использования призм можно записать как:

$$I_0 (1 - T_{p1} T_{p2}) < I_0 (1 - \gamma_{p1}),$$

откуда:

$$T_{p1} T_{p2} > \gamma_{p1}. \quad (6)$$

Поскольку пропускание и угловое увеличение в общем случае сложно зависят от угла падения на призму и угла при ее вершине, для конкретных систем предпочтительна численная оценка этого соотношения. В то же время получить общее представление о ходе зависимости возможно из следующих оценок.

Выражение для углового увеличения тонкой призмы можно вывести на основе формулы:

$$\gamma_p = \frac{D_{in}}{D_{out}}.$$

где D_{in} и D_{out} – диаметр сечения пучка, входящего в призму и выходящего из нее. Обозначив угол падения пучка на грань призмы как α , угол преломления как β , угол при вершине призмы как ω , показатель преломления призмы как n , можно показать, что:

$$\gamma_p \approx \frac{\cos \alpha}{\sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha}} \sqrt{\frac{n^2 - (\sin \alpha \pm \sin \omega \sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha})^2}{1 - (\sin \alpha \pm \sin \omega \sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha})^2}}. \quad (7)$$

В данной формуле угол падения считается положительным, если кратчайший поворот луча до нормали к поверхности осуществляется по часовой стрелке. Знак «+» перед углом при вершине призмы ставится, если поворот от первой

грани призмы (входной) до второй (выходной) осуществляется по часовой стрелке.

Тогда при малом ω с учетом $\sin\beta = \sin\alpha / n$:

$$\gamma_p = \frac{n \cos \alpha}{\sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha}} \frac{\cos(\beta \pm \omega)}{\sqrt{1 - n^2 \sin^2(\beta \pm \omega)}}.$$

При учете в (7) угла ω со знаком « \leftarrow » увеличение γ_p носит монотонно убывающий характер, превышая 1 лишь в малой области вблизи $\alpha = 0^\circ$. При дальнейшем росте α $\gamma_p < 1$, т.е. призма расширяет световой пучок, увеличивая щелевое разрешение системы согласно (5) – так работает призма перед решеткой на рисунке 1. К примеру, для призмы из стекла ВК7 ($n \approx 1,52$) с $\omega = 12^\circ$ при $\alpha \approx 60^\circ$ угловое увеличение $\gamma_p \approx 0,68$, что соответствует увеличению разрешающей способности приблизительно в 1,5 раза (пропускание призмы при этом $T_p \approx 0,85$). При еще больших α угловое увеличение может достигать 0,5 и менее (что соответствует увеличению разрешающей способности в 2 и более раз), однако при этом падает пропускание.

При учете в (7) угла ω со знаком « \rightarrow » увеличение $\gamma_p > 1$, т.е. призма сужает световой пучок, увеличивая угловую дисперсию системы согласно (4) – в таком режиме работает призма после решетки на рисунке 1. Зависимость γ_p от α носит монотонно возрастающий характер и стремится к бесконечности (скользящий выход из призмы) при:

$$\sin(\beta + \omega) = \frac{1}{n}.$$

Скользящий угол соответствует полному внутреннему отражению пучка и не имеет в нашем рассмотрении практического смысла. При расчете спектрального прибора целесообразно использовать меньшие углы падения на призму, к примеру, для призмы из стекла ВК7 ($n \approx 1,52$) с $\omega = 12^\circ$ при $\alpha = 40^\circ$ угловое увеличение $\gamma_p \approx 1,7$ и пропускание призмы $T_p \approx 0,82$.

Просветление рабочих граней призмы уменьшает отражение, позволяя увеличить угол падения пучка на призму, а значит – угловое увеличение и разрешение. Существуют и разрабатываются покрытия для обеспечения просветления в широком диапазоне углов падения [12], вопрос об их применимости в данных условиях и о теоретически достигаемых характеристиках системы актуален для дальнейшего исследования.

Из соотношений (4) и (5) следует, что угловое увеличение первой призмы определяет щелевой

предел разрешения системы, угловое увеличение второй призмы – угловую дисперсию системы.

Таким образом, в системе, где первая призма расширяет пучок ($\gamma_{p1} < 1$), а вторая сужает ($\gamma_{p2} > 1$), по сравнению с референтной предел разрешения будет меньше в γ_{p1} раз, а угловая дисперсия выше в γ_{p2} раз. Аналогичные выводы применимы к системам с одной призмой. Для уменьшения щелевого предела разрешения следует использовать систему с обеими призмами либо только с первой (расширяющей пучок перед дифракционной решеткой), если нет необходимости повышать угловую дисперсию.

Для демонстрации работоспособности предложенного подхода было проведено численное моделирование в пакете оптического дизайна ZEMAX®. В расчетной оптической системе использована дифракционная решетка 2400 штрихов/мм, материал призм ВК7. Фокусное расстояние сферических объективов 105 мм, рабочий спектральный диапазон 490–510 нм, параметры кружка рассеяния измеряются для пучка с $\lambda = 500$ нм (для него же обеспечивается симметричное прохождение через призмы). Угол падения на дифракционную решетку ($18,0 \pm 0,05$)°, на первую призму 63° , на вторую призму ($36,9 \pm 0,03$)°, угол призм при вершине 12° . Система аналогична приведенной на рисунке 1: призмы установлены с вычитанием дисперсии, дисперсия первой призмы имеет обратный знак дисперсии решетки и второй призмы. При указанных параметрах оценка согласно (4) дает линейную дисперсию в референтной системе 0,56 мм/нм, в системе с двумя призмами 0,82 мм/нм, в системе с одной призмой перед решеткой 0,55 мм/нм, после решетки – 0,83 мм/нм. Оценка щелевого предела разрешения согласно (1) для ширины входной щели 10 мкм дает результат в референтной системе 0,038 нм, в системе с двумя призмами 0,025 нм (улучшение в 1,5 раза), с призмой перед решеткой 0,025 нм, после решетки – 0,038 нм. Коэффициент пропускания двух призм приблизительно равен 0,73, угловое увеличение первой призмы 0,65, поэтому, согласно (6), использование призм целесообразно.

Результаты расчета угловой дисперсии при численном моделировании в случае минимальной абберационной составляющей – достигается благодаря $NA = 0,01$ – отличаются от рассчитанных по (4) не более чем на 4 %. Сравнение величины предела разрешения, полученной при расчете по (5) и численном моделировании системы

с двумя призмами, приведено на рисунке 2. Хорошее соответствие с теоретическими расчетами при $NA = 0,01$ свидетельствует о пренебрежимо малом абберационном вкладе в таких условиях. При $NA = 0,1$ и большой (> 40 мкм) ширине щели экспериментальные результаты практически не отличаются от теоретических (отклонение результатов для референтной системы при ширине щели больше 80 мкм можно объяснить неопределенностью оценки дисперсии из-за искаженной формы кружка рассеяния при высоких абберациях). Отметим, что при малой ширине щели предел разрешения для референтной системы за счет аббераций существенно превышает теоретически рассчитанный. Дополнительный абберационный вклад имеет место и для системы с призмами, однако из рисунка 2 следует, что общее сокращение предела разрешения за счет использования призм при малых щелях оказывается большим (практически двухкратным) в сравнении с таковым для больших щелей (1,5 раза).

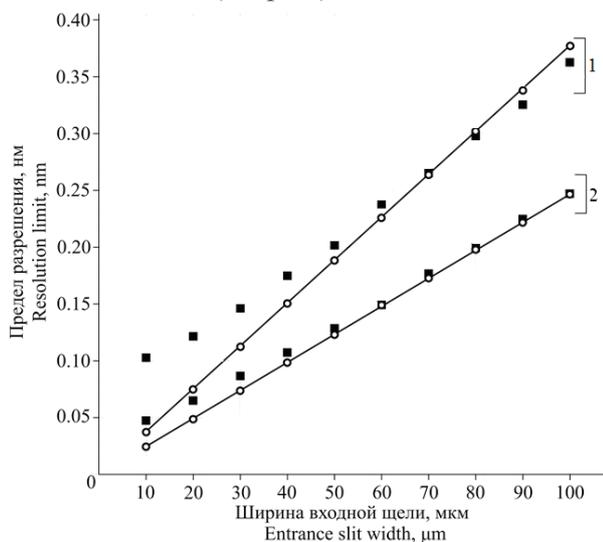


Рисунок 2 – Щелевой предел разрешения спектрометра с призмным расширением пучка при разной числовой апертуре: 1 – референтная система; 2 – система с призмным расширителем пучка. Линии – результаты расчета по (5); круги – результаты численного моделирования при числовой апертуре 0,01, квадраты – при числовой апертуре 0,1

Figure 2 – Slit resolution limit of a spectrometer with prism beam extending at different numerical apertures: 1 – in a reference system; 2 – in a system with prism beam extender. Lines – results of estimation by (5); circles – results of computational simulation at numerical aperture 0,01, squares – results of computational simulation at numerical aperture 0,1

Это объясняется превалирующим вкладом в случае малых щелей абберационной составляющей, которая в системе с призмами снижается вследствие сужения диспергированных пучков после второй призмы и тем самым уменьшения площади их сечения на камерном объективе.

Заключение

Предложен метод повышения угловой дисперсии и «щелевой» разрешающей способности дисперсионного спектрометра на основе использования призмы для одномерного расширения светового пучка в плоскости перед дифракционной решеткой и сужения дифрагированных пучков после нее. Собственная дисперсия призм при этом не вносит существенного вклада в указанные характеристики системы, поэтому для телескопирования могут использоваться тонкие призмы (оптические клинья), так что увеличение габаритов прибора из-за этого незначительно. В то же время система с уменьшением предела разрешения в M раз эквивалентна аналогичной по светосиле системе с в M раз большим фокусным расстоянием, а значит с приблизительно в M^3 раз большим объемом и массой.

От имеющихся аналогов метод отличается простотой и технологичностью реализации благодаря использованию простых оптических элементов – плоской отражательной дифракционной решетки и оптических клиньев. Благодаря этому он может применяться для улучшения аналитических характеристик дисперсионных спектрометров массового производства, в первую очередь в малогабаритных светосильных приборах.

Список использованных источников

1. *Schroeder, D.J.* Astronomical optics / D.J. Schroeder. – 2nd edition. – San Diego : Academic Press, 1999. – 478 p.
2. *Welford, W.T.* Aberrations of optical systems / W.T. Welford. – Bristol : Adam Hilger, 1991. – 284 p.
3. *Lee, K.S.* Broadband astigmatism-corrected Czerny–Turner spectrometer / K.S. Lee, K.P. Thompson, J.P. Rolland // Opt. Express. – 2010. – Vol. 18, no. 22. – P. 23378–23384.
4. *Mitchell, T.A.* Variable aberration correction using axially translating phase plates / T.A. Mitchell, J.M. Sasian // Proc. SPIE. – 1999. – Vol. 3705. – P. 209–220.
5. New family of reflective spectrometers / A. Romoli [et al.] // Opt. Eng. – 2011. – Vol. 50, no. 1. – P. 013001-1–013001-8.

6. Loewen, E.G. Diffraction gratings and applications / E.G. Loewen, E. Popov. – New York : Marcel Dekker, 1997. – 601 p.

7. Volume-phase holographic gratings and their potential for astronomical applications / S.C. Barden [et al.] // Proc. SPIE. – 1998. – Vol. 3355. – P. 866–876.

8. Marciante, J.R. High-efficiency, high-dispersion diffraction gratings based on total internal reflection / J.R. Marciante, D.H. Raguin // Optics Letters. – 2004. – Vol. 29, no. 6. – P. 542–544.

9. Development of high-dispersion grisms and immersion gratings for spectrographs of the Subaru Telescope / N. Ebizuka [et al.] // Proc. SPIE. – 1998. – Vol. 3355. – P. 409–416.

10. Тарасов, К.И. Спектральные приборы / К.И. Тарасов. – 2-е изд. – Л. : Машиностроение, 1977. – 368 с.

11. Duarte, F.J. Tunable Laser Optics / F.J. Duarte. – 2nd edition. – Boca Raton : CRC Press, 2015. – 354 p.

12. Anti-reflective coatings: A critical, in-depth review / H.K. Raut [et al.] // Energy and Environmental Science. – 2011. – Vol. 4, no. 10. – P. 3779–3804.

One-dimensional light beam widening using prisms for increase of spectrometer spectral resolution and angular dispersion

Gulis I.M., Kupreyeu A.G.

Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus

Received 29.01.2016

Accepted for publication 14.03.2016

Abstract. The increase of angular dispersion and slit resolution limit of grating spectrometers by means of variation of grating parameters is limited by its period and allowable order of diffraction. The special solutions (echelle, holographic, immersion gratings) are acceptable in a limited parameter range and are technologically complex in fabrication, thus hardly applicable to instruments of mass production. We propose to decrease slit resolution limit by one-dimensional beam widening in dispersion plane by means of passing it through oblique prism before incidence onto diffraction grating. The increase of angular dispersion can be achieved by narrowing of dispersed beams after grating while passing through other oblique prism. We prove that slit resolution limit in such a system changes approximately as multiplied by angular magnification of the first prism (that is less than 1 times). Also angular dispersion changed approximately as multiplied by angular magnification of the second prism. The Fresnel reflection from the faces of prisms is analyzed. Accounting for that factor gives the increase of resolution about 1,4–1,6 times without loss of light (and can be 2 and more times while using anti-reflective coating). The proposed method is different from the similar ones first of all by its simplicity because it uses simple optical elements – plane reflective grating and thin prisms. It can be applied to amend the analytical characteristics of dispersive spectrometers, first of all the small-sized ones.

Keywords: dispersive spectrometer, grating, resolution limit, angular dispersion.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-58-66

Адрес для переписки:

Гулис И.М.
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: gulis@bsu.by

Address for correspondence:

Gulis I.M.
Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus
e-mail: gulis@bsu.by

Для цитирования:

Гулис И.М., Купреев А.Г.
Использование призмённого телескопирования светового пучка для повышения спектрального разрешения и угловой дисперсии спектрометра.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 58–66.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-58-66

For citation:

Gulis I.M., Kupreyeu A.G.
[One-dimensional light beam widening using prisms for increase of spectrometer spectral resolution and angular dispersion].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 58–66 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-58-66

References

1. Schroeder D.J. *Astronomical optics*, 2nd edition. San Diego, Academic Press, 1999, 478 p.
2. Welford W.T. *Aberrations of optical systems*. Bristol, Adam Hilger, 1991, 284 p.
3. Lee K.S., Thompson K.P., Rolland J.P. Broadband astigmatism-corrected Czerny–Turner spectrometer. *Opt. Express*, 2010, vol. 18, no. 22, pp. 23378–23384.
4. Mitchell T.A., Sasian J.M. Variable aberration correction using axially translating phase plates. *Proc. SPIE*, 1999, vol. 3705, pp. 209–220.
5. Romoli A., Simonetti F., Gambicorti L., Marchi A. New family of reflective spectrometers. *Opt. Eng.*, 2011, vol. 50, no. 1, pp. 013001-1–013001-8.
6. Loewen E.G., Popov E. *Diffraction gratings and applications*. New York, Marcel Dekker, 1997, 601 p.
7. Barden S.C., Arns J.A., Colburn W.S. Volume-phase holographic gratings and their potential for astronomical applications. *Proc. SPIE*, 1998, vol. 3355, pp. 866–876.
8. Marciante J.R., Raguin D.H. High-efficiency, high-dispersion diffraction gratings based on total internal reflection. *Opt. Letters*, 2004, vol. 29, no. 6, pp. 542–544.
9. Ebizuka N., Iye M., Sasaki T., Wakaki M. Development of high-dispersion grisms and immersion gratings for spectrographs of the Subaru Telescope. *Proc. SPIE*, 1998, vol. 3355, pp. 409–416.
10. Tarasov K.I. *Spectralnye pribory* [Spectral instruments], 2nd edition. Leningrad, Mashinostroyeniye Publ., 1977, 368 p.
11. Duarte F.J. *Tunable Laser Optics*, 2nd edition. Boca Raton, CRC Press, 2015, 354 p.
12. Raut H.K., Ganesh V.A., Nair A.S., Ramakrishna S. Anti-reflective coatings: A critical, in-depth review. *Energy and Environmental Science*, 2011, vol. 4, no. 10, pp. 3779–3804.

УДК 535.2:616-71

Обработка изображений при эллипсоидальной фотометрии

Безуглый М.А., Безуглая Н.В., Самиляк А.Б.

Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт»,
пр. Победы, 37, 03056, г. Киев, Украина

Поступила 29.01.2016

Принята к печати 22.03.2016

Эллипсоидальная фотометрия с использованием прибора с зарядовой связью (ПЗС фотометрия) как новый вид оптической диагностики рассеивающих сред в отраженном и/или прошедшем свете требует разработки специфических принципов анализа полученных данных. Поэтому целью работы являлось обоснование принципов эллипсоидальной ПЗС фотометрии при реализации нового метода обработки данных о пространственном распределении рассеянного оптического излучения. Методика фотометрического анализа включает этапы определения области интереса изображения – части изображения, которая содержит необходимую информацию для последующей обработки, а также размеров, конфигурации и освещенности в соответствующих его зонах с учетом критериев оптимизации по форме и чувствительности выборки. Разработаны схемы зонного анализа фотометрических изображений для сред с радиально симметричным и направленным рассеянием. Рекомендовано использование метода сравнения с эталоном для исследования технических поверхностей и мутных сред с целью определения их шероховатости и оптических характеристик соответственно. При анализе биологических сред возможно прогнозировать пространственное распределение яркости изображений путем статистического моделирования распространения оптического излучения в системе «биологическая среда + эллипсоидальный рефлектор». Это было подтверждено путем сравнения результатов численного (методом Монте-Карло) и реального эксперимента для разнотолщинных образцов мышечной свиной ткани в условиях *in vitro*. Параметры оптического излучения, используемые в качестве входящих данных для моделирования, соответствовали длине волны лазерного излучения 632,8 нм с гауссовым профилем распределения мощности 2 мВт. В качестве ПЗС приемника была использована монокромная камера DMK-21Au04.AS, а эллипсоидальные рефлекторы с эксцентриситетом 0,66 имели рабочее отверстие 33,75 мм. Полученные результаты зонного распределения освещенности по полю реальных и экспериментальных фотометрических изображений при биометрии показали корреляцию с коэффициентами полного пропускания, поглощения и диффузного рассеяния. Таким образом, установленная взаимосвязь может стать неотъемлемой частью усовершенствованных инверсных методов определения оптических параметров биологических сред.

Ключевые слова: эллипсоидальная фотометрия, эллипсоидальный рефлектор, обработка изображений, зонный анализ.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-67-76

Адрес для переписки:

Безуглый М.А.
Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт»,
пр. Победы, 37, 03056, г. Киев, Украина
e-mail: mikhail_bezuglyy@ukr.net

Address for correspondence:

Bezuglyi M.A.
National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic Institute»,
Peremohy Ave., 37, 03056, Kiev, Ukraine
e-mail: mikhail_bezuglyy@ukr.net

Для цитирования:

Безуглый М.А., Безуглая Н.В., Самиляк А.Б.
Обработка изображений при эллипсоидальной фотометрии.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 67–76.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-67-76

For citation:

Bezuglyi M.A., Bezuglaya N.V., Samilyak A.B.
[Image processing at ellipsoidal photometry].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 67–76 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-67-76

Введение

Фотометрия в своем приборном исполнении использует всю номенклатуру оптических систем, преобразующие свойства которых в достаточной мере описаны и изучены. Причем независимо от типа фотометра энергетические либо визуализирующие особенности оптических систем являются основой проведения исследований с требуемой точностью. Фотометры с эллипсоидальными рефлекторами как новый класс информационно-измерительных средств для оптической диагностики диффузных образцов и рассеивающих сред востребованы при определении шероховатости поверхностей, а также при исследовании оптических свойств биологических тканей и светорассеивающих материалов. Типология объекта исследований определяет применение эллипсоидальной рефлектометрии, фотометрии на пропускание, а также фотометрии и на отражение, и на пропускание. Очевидно, что при этом главным фактором определения вида эллипсоидальной фотометрии являются прогнозируемые способности исследуемого объекта к пропусканию (рассеянию вперед) и/или отражению (рассеянию назад) излучения оптического диапазона.

Типовые схемы фотометров с эллипсоидальными рефлекторами (ЭР), проанализированные в [1], позволяют выделить конструктивные особенности их технического исполнения с упором на основной элемент – отражатель с внутренней зеркальной поверхностью в виде усеченного по фокальным плоскостям эллипсоида вращения. Следует отметить, что при использовании ЭР в схемах светоинтегрирующих фотометров требуется усечение рефлектора хотя бы по одной фокальной плоскости и размещение приемной площадки фотодатчика во второй фокальной плоскости. При этом применение в фотометрах с ЭР координатных приемников излучения, при расположении опытного образца в первой фокальной плоскости, позволяет регистрировать пространственное распределение рассеянного образцом излучения.

Отработанный алгоритм координатной фотометрии, используемый преимущественно в астрономии [2, 3] с применением матричных ПЗС (прибор с зарядовой связью) приемников, предопределил выбор последних при построении информационно-измерительных систем эллипсоидальной фотометрии. Уровень яркости отдельных зон изо-

бражения, полученного при регистрации светового потока ПЗС приемником, ответственен за влияние компонент, характеризующих топографию поверхности, свойства границы раздела и рассеивающие свойства в квазиоднородном слое. Топография в большей степени важна при исследовании шероховатых поверхностей в рамках эллипсоидальной рефлектометрии, когда проникновение оптического излучения в образец незначительно и объекту свойственно диффузное отражение. Тогда определение шероховатости производится путем сравнения с распределением отраженного излучения от эталона в соответствии с [4].

Свойства границы раздела играют существенную роль при исследовании биологических образцов в условиях *in vitro*, а также при изучении свойств диэлектрических и лакокрасочных покрытий и других светорассеивающих материалов. При этом для простоты эксперимента и оптимизации процесса моделирования распространения оптического излучения в таких материалах на практике добиваются плоскостности границ раздела, а их свойства учитываются коэффициентами френелевского отражения. Рассеивающие свойства являются определяющими при оптической биометрии сред и в основном представляются тремя оптическими параметрами: коэффициентами поглощения и рассеяния, а также фактором анизотропии рассеяния [5]. Данные параметры можно получить, решив инверсную задачу оптики светорассеяния в биологической среде, основываясь на экспериментально установленных величинах коэффициентов диффузного, коллимированного, а также полного (как сумма диффузного и коллимированного) отражения/пропускания. Причем, как свидетельствуют авторы работ [5, 6], необходимо и достаточно для конкретной математической интерпретации определить только три из шести указанных величин. При использовании фотометров с эллипсоидальными рефлекторами преимущественно имеют дело с регистрацией полного пропускания, диффузного пропускания и отражения, а также коллимированного пропускания. Некоторые типы фотометров [1] имеют конструкцию, обеспечивающую возможность регистрации, помимо указанных, еще и коллимированного отражения, что подтверждает тот факт, что данный класс фотометров позволяет получить более чем необходимую информацию для определения оптических параметров биологической среды (БС).

Несмотря на повышенную информативность и удельный вес оптического излучения, зарегистрированного фотометром с ЭР, как интегральный, так и дифференциальный анализ обозначенных выше компонент пространственного распределения, наблюдаемого на фотометрическом изображении, практически затруднен. Это объясняется использованием принципов приборного разделения при регистрации диффузного и коллимированного отражения/пропускания посредством применения соответствующих диафрагм [7]. При этом материалы, описывающие особенности анализа изображений, получаемых при эллипсоидальной фотометрии, в доступных авторам данной статьи литературных источниках отсутствуют. Потому целью работы являлось обоснование принципов эллипсоидальной ПЗС фотометрии при реализации нового метода обработки данных о пространственном распределении рассеянного оптического излучения.

Методы и средства

В начале изложения аналитического базиса эллипсоидальной ПЗС фотометрии отметим, что вариантами ядра фотометрической головки в разработанном классе фотометров являются ЭР с ортогональным усечением и усечением под углом, содержащие один из фокусов эллипсоида. В качестве базовой схемы для изготовления макета фотометра выбрано техническое решение с ЭР с ортогонально (по отношению к большой полуоси эллипсоида вращения) усеченными фокальными плоскостями [8], экспериментальная апробация элементов которого была проведена как для технических, так и биомедицинских целей [1].

Спектральный диапазон работы фотометров с ЭР зависит только от параметров лазерного источника и отражающих свойств внутренней зеркальной поверхности эллипсоида вращения. На данный момент авторами преимущественно используется характеристическая длина волны 632,8 нм при номинальной мощности 2 мВт гелий-неонового лазера (ЛГН-208А). Это объясняется, во-первых, применительно к биологическим объектам – «диагностическим окном», а во-вторых, чувствительностью монохромной матрицы ПЗС камеры (DMK-21Au04.AS). При работе с некоторыми техническими образцами (стальными, чугунными и алюминиевыми поверхностями) при исследовании шероховатости

во избежание засветки матрицы лазерный поток ослаблялся путем введения в ход лучей поляризаторов Малюса. Этот же прием использовался и при исследовании биологических образцов малой толщины. Для учета возможных флуктуаций падающего потока последний был разделен на два канала, при этом сигнал с опорного канала контролировался оптическим ваттметром ОМЗ-98. При исследованиях использовались эллипсоиды вращения с эксцентриситетом 0,66, фокальным параметром $p = 16,875$ мм и коэффициентом зеркального отражения 0,8. В результате были зарегистрированы пространственные распределения лучистости на поверхности исследуемого образца, типичные примеры которых показаны на рисунке 1.

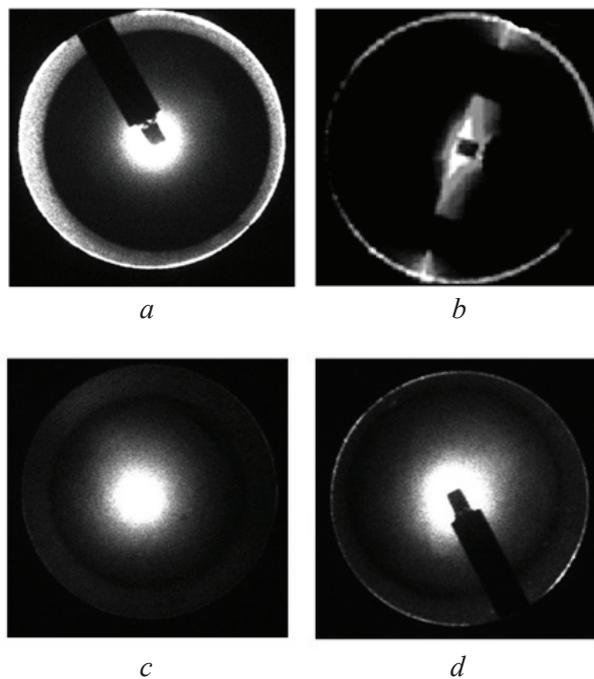


Рисунок 1 – Фотометрические изображения при эллипсоидальной фотометрии: молочного стекла толщиной 3 мм в отраженном свете (а); стальной поверхности с шероховатостью Ra 0,28, полученной плоским шлифованием (b); мышечной свиной ткани толщиной $1,3 \pm 0,01$ мм в прошедшем (c) и отраженном свете (d)

Figure 1 – Photometric images at ellipsoidal photometry of: milk glass 3 mm thickness in the reflected light (a); the steel surface with a roughness Ra 0,28, obtained by flat polishing (b); muscle tissue porcine thickness $1,3 \pm 0,01$ mm in transmitted (c) and reflected light (d)

На основании многочисленных экспериментальных данных, полученных при исследовании рассеяния объектами различной природы мето-

дами зеркальных эллипсоидов вращения [8] как в отраженном, так и в прошедшем свете, авторы вводят обозначение типов фотометрических изображений с радиально симметричным (рисунки 1а; 1с; 1д) и направленным (рисунок 1б) распределением рассеянного излучения. При оптической биометрии сред возможно получение изображений обоих типов: первого – свойственного для большинства биологических тканей [8] и второго – наблюдаемого преимущественно при исследовании волокнистых тканей с продольным размещением волокон [9].

Не останавливаясь на основах ПЗС-фотометрии (видеофотометрии) [2, 3] и некоторых принципах оптимизации параметров измеряемого сигнала [10], применяемых для получения абсолютных и относительных световых величин в методе зеркальных эллипсоидов вращения [8], обозначим принципы зонного анализа полученных фотометрических изображений.

Представленные типы распределений лучистости с позиций программного разделения диффузных и коллимированных потоков целесообразно анализировать по схемам, приведенным на рисунке 2.

Первым и важнейшим этапом при фотометрическом анализе является определение области интереса – части изображения, которая содержит необходимую информацию для последующей обработки. Конфигурация измерительной установки и конструкция эллипсоидальной головки являются аксиально симметричными и потому область изображения ограничивается рабочим отверстием ЭР, радиус которого равен фокальному параметру эллипсоида вращения. При этом чувствительная площадка ПЗС камеры является прямоугольником и программные средства регистрации изображений позволяют формировать кадры прямоугольной формы. Это стало первым фактором, повлиявшим на выбор области интереса в виде квадрата, в который вписан круг диаметром $2r$. Второй особенностью оказалась необходимость учета шумовой компоненты, которая проявилась в виде отдельных ярких пикселей (групп пикселей) вне области диаметра рабочего отверстия эллипсоида вращения. Причиной их появления является то, что при проецировании на приемную поверхность ПЗС матрицы различных по структуре распределений яркости со второй фокальной плоскости эллипсоида в апертуру объектива камеры могут попадать потоки третьего порядка малости, дифрагированные поверхно-

стью системы формирования падающего излучения (на рисунке 1 система видна в виде двух затемненных прямоугольников) и краями рабочего отверстия ЭР. Преимущественно это свойственно изображениям, полученным при эллипсоидальной рефлектометрии.

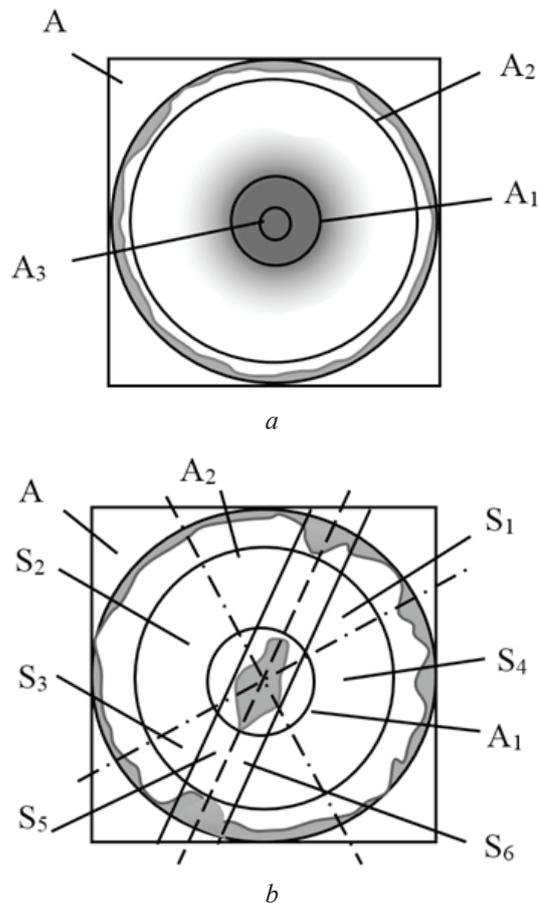


Рисунок 2 – Схема обработки фотометрических изображений при эллипсоидальной фотометрии с радиально симметричным (а) и направленным (б) характером распределения яркости: *A* – зона интереса (квадрат); *A*₁, *A*₂ – малый и большой внутренние круги; *A*₃ – круг коллимированного потока; *S*₁, *S*₂, *S*₃, *S*₄ – секторы; *S*₅, *S*₆ – полосы, параллельные оси направления рассеяния

Figure 2 – Schemes of processing the photometric images at ellipsoidal photometry with radially symmetric (a) and direction (b) distribution of brightness: *A* – zone of interest (square); *A*₁, *A*₂ – small and large internal circles; *A*₃ – circle of collimated flux; *S*₁, *S*₂, *S*₃, *S*₄ – sectors; *S*₅, *S*₆ – bands, paralleled the axis of scattering direction

Процедура выявления области интереса сводится к следующему. Сначала осуществляем пиксельный построчный анализ фотометрического изображения и выявляем границы яркой области по координатам. Далее проверяем условие со-

ответствия целевой функции формы, в качестве которой выступает соотношение сторон квадрата, обрамляющего яркую область. Если целевая функция не соответствует установленным пределам, необходимо понизить порог чувствительности, в качестве которого выбрана величина отношения яркостей текущего и максимально яркого пикселей, и повторить построчный анализ. Манипулирование целевой функцией формы и порогом чувствительности позволяет успешно определять область интереса у большинства изображений. При этом не исключены варианты невозможности ее определения, что связано с достижением порогом чувствительности обусловленного минимума.

Определенная на предыдущем этапе область интереса используется при подсчете уровня яркости отдельных зон изображения. Все фотометрические изображения имеют общее разделение на круговые зоны (рисунок 2): внутренние малый и большой круги площадью A_1 и A_2 соответственно, внутреннее кольцо площадью $(A_1 - A_3)$, среднее кольцо площадью $(A_2 - A_1)$ и внешнее кольцо площадью $(\pi r^2 - A_2)$, ограниченное большим внутренним кругом и кругом, вписанным в область интереса. Радиусы кругов с учетом порога чувствительности выбираем таким образом, чтобы малый круг и внешнее кольцо имели наибольшую яркость при наименьшей площади. Для определения яркости в изображении, которое отвечает коллимированному потоку, необходимо в пределах круга A_1 выбрать круг A_3 , радиус которого равен радиусу падающего лазерного пучка.

В случае направленного характера рассеяния (рисунок 2b) область интереса целесообразно разбить на квадраты малого размера, количество которых задается параметром сегментации. Для каждого такого квадрата рассчитываем суммарную яркость пикселей, которые ему принадлежат, и выбираем три самых «ярких» квадрата. Условием зеркальной симметрии (направленности) является возможность соединения выявленных квадратов прямой. Это достаточно простое решение оказалось вполне надежным при распознавании направленных фотометрических изображений и быстрым с позиций реализации программного кода. При практической реализации приемлемыми параметрами сегментации был диапазон чисел 6–8, что позволяло формировать 36–64 квадратные зоны в пределах области интереса. Когда зеркальная симметрия выявлена, строим ось зеркальной симметрии и разбиваем изображение на

четыре сектора S_1, S_2, S_3, S_4 равной площади, два из которых (S_1 и S_3) «совпадают» с направленно-стью рассеяния. Дополнительно строим полосы S_5 и S_6 , параллельные оси зеркальной симметрии и формирующие общую полосу с максимумом яркости при минимальной ширине. Роль порога чувствительности в этом случае играет параметр, задающий минимальную разницу количества ярких точек на каждой, смещенной от оси симметрии, границе полосы S_5 и S_6 в сравнении с предыдущей.

Обозначенные особенности легли в основу построения алгоритмов работы специализированного программного обеспечения, предназначенного для индивидуальной и пакетной обработки и анализа изображений при эллипсоидальной ПЗС фотометрии.

Результаты и обсуждение

Заметим, что при эллипсоидальной ПЗС фотометрии технических объектов необходимо и достаточно пользоваться схемами зонного анализа (рисунок 2) для сравнения полученного пространственного распределения с эталонным для исследуемого материала. Потому последующий механизм технического фотометрического анализа сводится к получению широкой базы фотометрических изображений для объектов с различной шероховатостью (эллипсоидальная рефлектометрия) и различной степенью оптической мутности (фотометрия на пропускание, а также на пропускание и отражение).

В случае эллипсоидальной биометрии, когда диапазон изменения оптических параметров одних и тех же биологических сред и тканей достаточно широк, могут наблюдаться пространственные распределения яркости, однозначная трактовка которых является сомнительной. Поэтому для определения особенностей влияния оптических параметров БС на распределение яркости в фотометрических изображениях, полученных при фотометрии на пропускание и отражение, был проведен модельный и реальный эксперимент на разнотолщинных образцах свиной мышечной ткани. Способ приготовления экспериментальных образцов в поперечном срезе направления волокон исследуемой биологической ткани аналогичен [9]. Коэффициент поглощения, коэффициент пропускания, а также фактор анизотропии рассеяния при этом составляют $\mu_a = 1,68 \text{ см}^{-1}$, $\mu_s = 54,4 \text{ см}^{-1}$ и $g = 0,97$ соответственно и хорошо

согласуются с результатами других исследований [7, 11]. Численный эксперимент был осуществлен посредством метода Монте-Карло [9, 12] моделирования распространения оптического излучения в системе «биологическая ткань + эллипсоидальный рефлектор» [8] при гауссовом профиле падающего пучка диаметром 1,4 мм, что эквивалентно диаметру реального источника. Выбор метода Монте-Карло обоснован возможностью отслеживания движения отдельных фотонов при распространении света в исследуемой системе, что не присуще другим методам оптики рассеивающих сред [5]. Результаты были усреднены по итогам 10 запусков 20 млн фотонов для каждой толщины образца БС. Поскольку в реальном эксперименте образец ткани размещался на предметном стекле толщиной 1,8 мм, при моделировании учитывался этот слой стекла с показателем преломления 1,52. В результате были получены пространственные распределения в верхней фокальной плоскости верхнего эллипсоида и в нижней фокальной плоскости нижнего эллипсоида, что соответствует зарегистрированным изображениям фотометрии на отражение и пропускание.

С учетом того, что коллимированное пропускание является биометрически значимым при определении альбеда на образцах ничтожно малой толщины, когда число актов рассеяния составляет 1–2, диапазон моделируемых толщин при данном фотометрическом анализе начинался от 5 мкм и достигал 20 мм, что соответствует пороговому коэффициенту полного пропускания образца 0,1 %.

Зависимость коэффициентов полного пропускания, поглощения и диффузного отражения разнотолщинных образцов мышечной ткани свиньи (рисунок 3) типична для оптики биологических сред [5–7] и подтверждает правильность программной реализации метода Монте-Карло в применении эллипсоидальной фотометрии.

На рисунке 4 показана зависимость изменения освещенности среднего E_{mt} (E_{mr}) и внешнего E_{et} (E_{er}) колец фотометрических изображений в пропущенном (отраженном) свете от толщины исследуемого образца при пороге чувствительности 0,95. Относительное отклонение освещенности в круге A_1 для каждой моделируемой толщины не превышало $\pm 0,63$ % и в последствии было учтено при корректировке освещенности в среднем кольце. При определении уровня освещенности внешнего кольца наблюдалось постоянство его площади ($\pi r^2 - A_2$) как в случае модельных изо-

бражений на отражение, так и в случае изображений на пропускание; потому в дальнейшем рассматривалась его освещенность (распределенная по кольцу яркость). При анализе распределения яркости по краю изображений реального эксперимента сохранялась пропорция в определении соответствующих площадей.

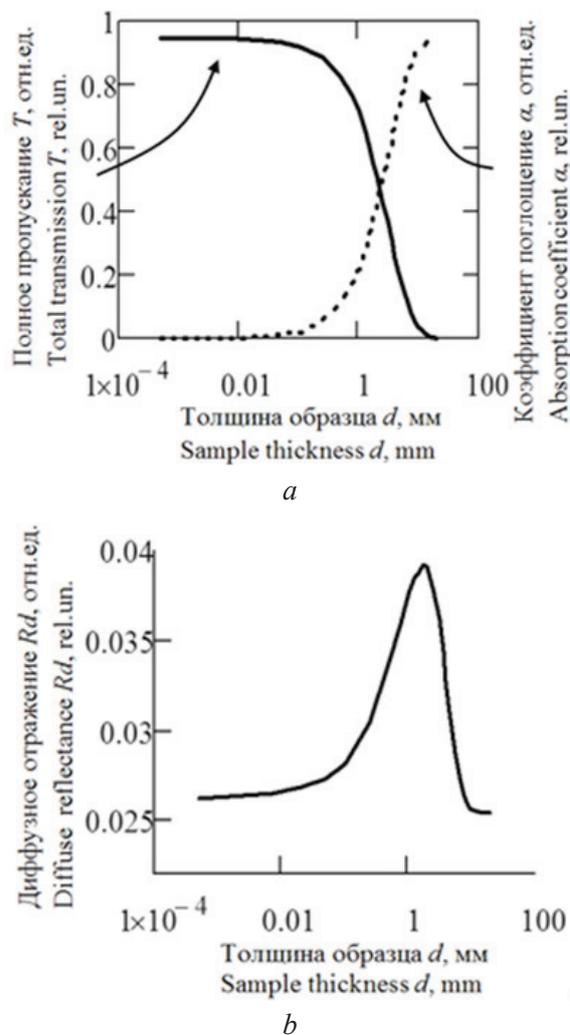


Рисунок 3 – Зависимость оптических характеристик свиной мышечной ткани: полного пропускания T и коэффициента поглощения α (a), диффузного отражения R_d (b) от толщины образца d

Figure 3 – Dependence of optical characteristics of porcine muscle tissue: total transmittance T and absorption coefficient α (a), diffuse reflectance R_d (b) on sample thickness d

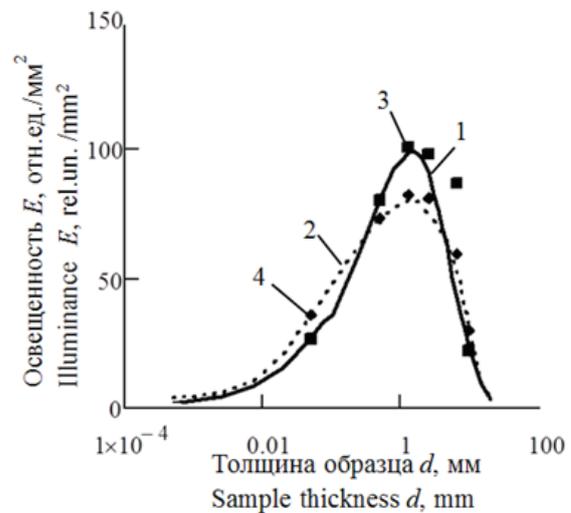
На рисунке 4 также обозначены соответствующие величины освещенностей среднего E_{mtexp} (E_{mrexp}) и внешнего E_{etexp} (E_{erexp}) колец для образцов реального эксперимента. И модельный, и реальный эксперименты на пропускание (рисунок 4a) и на отражение (рисунок

4b) имеют характерные максимумы, после которых освещенность среднего и внешнего колец фотометрических изображений спадает до нуля в случае полного пропускания и выходит на постоянный уровень в случае диффузного отражения. Сравнивая рисунки 3 и 4, можно заметить полную корреляцию полученных распределений в фотометрических изображениях с характером нарастания коэффициента поглощения и спада-ния коэффициента пропускания, а также с видом изменения коэффициента диффузного отражения. Данная закономерность прослеживается также в размерах пятна рассеяния, заключенного в круге A_1 , и позволяет выделить диапазон толщин БС с наиболее «ярким» распределением в фотометрических изображениях и на пропускание, и на отражение, который для мышечной ткани свиньи с обозначенными выше оптическими параметрами находится в пределах 0,75–2,5 мм. Исследование образцов таких толщин с точки зрения приготовления срезов достаточно прост и не требует специфичного инструментария для их получения. В то же время для образцов других биологических тканей со своим набором оптических параметров, практический интерес к изучению которых высок в рамках оптической биопсии, может быть получен набор характеристических зависимостей освещенностей среднего и внешнего колец путем численного эксперимента методом прямого Монте-Карло и определен диапазон оптимальных толщин фотометрии в рамках методов зеркальных эллипсоидов вращения.

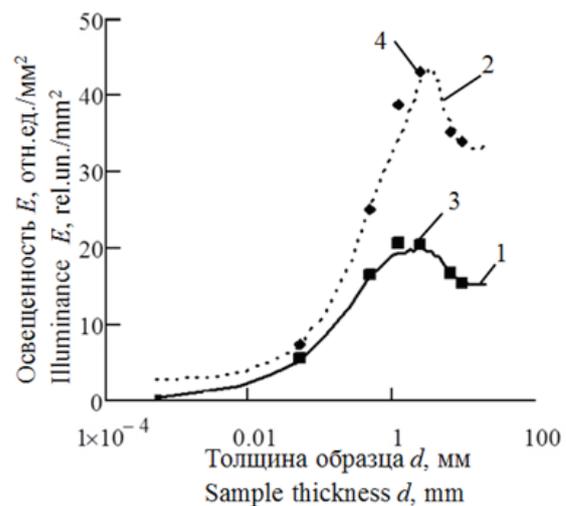
Как видно из рисунка 4, результаты численного и реального экспериментов достаточно хорошо согласованы. А их неполное соответствие может объясниться неточностью определения толщины реальных БС вследствие некоторого отклонения от плоскостности верхней, непокрытой стеклом, поверхности образца. В то же время использование покровного стекла, как показала практика, приводит к появлению интерференционной картины в проходящем свете и требует либо выравнивания толщин слоев, что приводит к неизменному сдавливанию образца БС и, как следствие, неверности определения оптических коэффициентов, либо использования более сложных методик обработки полученных изображений.

Видимую дискретность модельных кривых (рисунк 4) авторы связывают с достаточно большим шагом при определении радиусов внутрен-

них кругов при выбранном пороге чувствительности.



a



b

Рисунок 4 – Зависимость освещенности среднего E_{mt} (E_{mr}) (1) и внешнего E_{et} (E_{er}) (2) колец для модельного, а также E_{mexp} (E_{mrexp}) (3) и E_{etexp} (E_{erexp}) (4) соответственно для реального экспериментов в пропущенном (a) и отраженном (b) свете от толщины образца d

Figure 4 – Illuminance of middle E_{mt} (E_{mr}) (1) and external E_{et} (E_{er}) (2) rings for model as well as E_{mexp} (E_{mrexp}) (3) and E_{etexp} (E_{erexp}) (4) resp. for real experiment in transmitted (a) and reflected (b) light, depended on sample thickness d

Очевидно, что полученные результаты свидетельствуют о необходимости оптимизации процесса выбора соответствующих зон фотометрии, которая не только позволит «сгладить» характеристическую зависимость, но и впоследствии повысит точность анализа изображений.

Заключение

Разработаны принципы эллипсоидальной ПЗС фотометрии, использование которых позволило реализовать метод обработки фотометрических изображений, характеризующих пространственное распределение рассеяния различными техническими и биологическими объектами.

Данный метод позволяет оптимизировать алгоритм определения освещенности различных областей изображения и автоматизировать исследовательский процесс для массива распределений лучистости в фокальных плоскостях эллипсоида вращения, полученных как при модельном, так и реальном эксперименте.

Результаты зонного распределения освещенности по полю фотометрических изображений при биометрии взаимосвязаны с коэффициентами полного пропускания, поглощения и диффузного рассеяния и могут стать неотъемлемой частью усовершенствованных инверсных методов определения оптических параметров биологической среды. Бесспорно, требует детальной проработки вопрос получения характеристических кривых для различных биологических сред в более широком спектральном диапазоне, что раскрывает широкое поле практического применения эллипсоидальной ПЗС фотометрии.

Список использованных источников

1. *Bezuglyi, M.A.* Ellipsoidal reflectors in biomedical diagnostic / M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya // Proc. SPIE. – 2013. – P. 9032.
2. *Romanishin, W.* An Introduction to Astronomical Photometry Using CCDs / W. Romanishin. – University of Oklahoma, 2006. – 175 p.

3. *Warner, B.D.* A Practical Guide to Lightcurve Photometry and Analysis / B.D. Warner. – New York : Springer-Verlag, 2006. – 298 p.

4. *Топорец, А.С.* Оптика шероховатой поверхности. / А.С. Топорец. – Л. : Машиностроение, 1988. – 191 с.

5. *Тучин, В.В.* Исследование биотканей методом светорассеяния / В.В. Тучин // Успехи физических наук. – 1997. – Т. 167. – С. 517–539.

6. *Bashkatov, A.N.* Optical Properties of Skin and Subcutaneous Tissues: a review / A.N. Bashkatov, E.A. Genina, V.V. Tuchin. // Journal of Innovative Optical Health Sciences. – 2011. – No. 1. – P. 9–38.

7. *Bashkatov A.N.*, Tissue Optical Properties. Chapter 5 in Handbook of Biomedical Optics / A.N. Bashkatov, E.A. Genina, V.V. Tuchin // Handbook of Biomedical Optics. / David A. Boas, Constantinos Pitris and Nimmi Ramanujam (editors), Taylor & Francis Group, LLC, CRC Press Inc. – 2011. – P. 67–100.

8. *Bezuglyi, M.A.* Optical biometry of biological tissues by ellipsoidal reflectors / M.A. Bezuglyi, N.V. Pavlovets // Proc. OSA-SPIE. – 2013. – P. 87–98.

9. *Безуглая, Н.В.* Особенности анизотропии светорассеяния волокнистыми биологическими тканями / Н.В. Безуглая, М.О. Безуглый, Г.С. Тымчик // Вестник НТУУ «КПИ». Серия «Приборостроение». – 2015. – № 2(50). – С. 169–175.

10. *Кривошлыков, А.Ю.* Цифровая коррекция искаженного видеосигнала ПЗС-приемника / А.Ю. Кривошлыков, С.П. Сахно, В.О. Смирнов, Г.С. Тымчик // Вестник НТУУ «КПИ». Серия «Приборостроение». – 1986. – № 16. – С. 59–62.

11. *Cheong, W.F.* A review of optical properties of biological tissues / W.F. Cheong, S.A. Prahl, A.J. Welch // Journal of quantum electronics. – 1990. – No. 12. – P. 2166–2239.

12. *Meglinski, I.V.* Modeling the reflectance spectra of the optical radiation for random inhomogeneous multi-layered highly scattering and absorbing media by the Monte Carlo technique / I.V. Meglinski // Quantum Electron. – 2011. – No. 31. – P. 1101–1107.

Image processing at ellipsoidal photometry

Bezuglyi M.A., Bezuglaya N.V., Samilyak A.B.

National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic Institute»,
Peremohy Ave., 37, 03056, Kiev, Ukraine

Received 29.01.2016

Accepted for publication 22.03.2016

Abstract. Ellipsoidal photometry using Charge-Coupled Device (CCD photometry), as a new kind of optical diagnostics of scattering media in reflected and/or transmitted light, requires the development of specific principles of data analysis. The object of this work was substantiation the principles of ellipsoidal CCD photometry at implementation of a new data processing method of spatial distribution of scattered optical flux. Procedure of photometric analysis include the steps of determining the image significance, as well as the size, configuration and illuminance in its respective areas with regard to the criteria to optimize the shape and sensitivity of the zone. Zone analysis schemes of photometric images for media with a radially symmetric and directed scattering are developed. Recommended to use the method of comparison with etalon for studies the technical surfaces and turbid media to determine their roughness and optical characteristics, respectively. During the analysis of biological media, there is a possible of prognosis the spatial distribution of the brightness of the image by means of statistical modeling of optical radiation in the system «biological medium + ellipsoidal reflector». That confirmed by comparing results of the numerical (direct Monte Carlo simulation) and the real experiment for samples different thickness of muscle porcine tissue *in vitro*. Parameters of the optical radiation, which used as input data for the simulation, correspond to a laser wavelength of 632.8 nm with a Gaussian distribution profile of power of 2 mW. As a CCD detector was used monochrome camera DMK-21Au04.AS, and ellipsoidal reflector with an eccentricity of 0.66 and working aperture of 33.75 mm. Obtained results of zone distribution of illumination across the field in real experimental photometric images during biometrics showed correlation with the total transmission, absorption and diffuse scattering coefficients. This interdependence may be important part of improvement inverse methods of determination the optical parameters of biological media.

Keywords: ellipsoidal photometry, ellipsoidal reflector, image processing, zone analysis.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-67-76

Адрес для переписки:

Безуглый М.А.
Национальный технический университет Украины «Киевский
политехнический институт»,
пр. Победы, 37, 03056, г. Киев, Украина
e-mail: mikhail_bezuglyy@ukr.net

Address for correspondence:

Bezuglyi M.A.
National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic
Institute»,
Peremohy Ave., 37, 03056, Kiev, Ukraine
e-mail: mikhail_bezuglyy@ukr.net

Для цитирования:

Безуглый М.А., Безуглая Н.В., Самияк А.Б.
Обработка изображений при эллипсоидальной фотометрии.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 67–76.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-67-76

For citation:

Bezuglyi M.A., Bezuglaya N.V., Samilyak A.B.
[Image processing at ellipsoidal photometry].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 67–76 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-67-76

References

1. Bezuglyi M.A., Bezuglaya N.V. Ellipsoidal reflectors in biomedical diagnostic. *Proc. SPIE*, 2013, p. 9032.
2. Romanishin W. An Introduction to Astronomical Photometry Using CCDs. University of Oklahoma, 2006, 175 p.
3. Warner B.D. A Practical Guide to Lightcurve Photometry and Analysis. New York: Springer-Verlag, 2006, 298 p.
4. Toporets A.S. *Optikha sherohovatoj poverhnosti* [Optics of rough surface]. Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1988, 191 p. (in Russian).
5. Tuchin V.V. Light scattering study of tissues. *Physics-Uspokhi*, 1997, vol. 40(5), pp. 495–515.
6. Bashkatov A.N., Genina E.A., Tuchin V.V. Optical Properties of Skin and Subcutaneous Tissues: a review. *Journal of Innovative Optical Health Sciences*, 2011, no. 1, pp. 9–38.
7. Bashkatov A.N., Genina E.A., Tuchin V.V. Tissue Optical Properties / Chapter 5 in Handbook of Biomedical Optics, David A. Boas, Constantinos Pitris, and Nimmi Ramanujam (editors), *Taylor & Francis Group, LLC, CRC Press Inc.*, 2011, pp. 67–100.
8. Bezuglyi M.A., Pavlovets N.V. Optical biometry of biological tissues by ellipsoidal reflectors. *Proc. OSA-SPIE*, 2013, pp. 8798.
9. Bezuglaya N.V., Bezuglyi M.A., Tymchik G.S., Vonsevich K.P. *Vliyaniye osevoj anizotropii rasseyaniya biologicheskikh sred na tochnost' opredeleniya koefficientov metodom Monte-Karlo* [The influence of the axial anisotropy of the scattering by biological media on the accuracy of determination the optical coefficients by Monte Carlo method]. *Research Bulletin of NTUU «KPI»*, 2015, no. 1, pp. 85–91 (in Ukrainian).
10. Kryvoshlykov A.Yu., Sahno S.P., Smirnov V.A., Tymchik G.S. *Cifrovaya korrekciya iskazhionnogo videosignala PZS-priyomnika* [Digital correction of distorted video CCD detector] *Bulletin «KPI». Series Instrument Making*, 1986, no.16, pp. 59–62 (in Russian).
11. Cheong W.F., Prahl S.A., Welch A.J. A review of optical properties of biological tissues. *Journal of quantum electronics*, 1990, no. 12, pp. 2166–2239.
12. Meglinski I.V. Modeling the reflectance spectra of the optical radiation for random inhomogeneous multilayered highly scattering and absorbing media by the Monte Carlo technique. *Quantum Electron*, 2011, no. 31, pp. 1101–1107.

УДК 531.7, 534.1.08

Склерометрический метод измерения микротвердости пленок фоторезиста на кремнии

Бринкевич Д.И.¹, Просолович В.С.¹, Янковский Ю.Н.¹, Вабищевич С.А.²,
Вабищевич Н.В.², Гайшун В.Е.³

¹Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь

²Полоцкий государственный университет,
ул. Блохина, 29, 211440, г. Новополоцк, Беларусь

³Гомельский государственный университет им. Франциска Скорины,
ул. Советская, 104, 246019, Гомель, Беларусь

Поступила 01.12.2015

Принята к печати 28.01.2016

В последние годы интенсивно разрабатываются новые виды резистов для нано- и субмикронной литографии современной электроники. В качестве перспективных материалов для резистов рассматриваются различные полимерные композиции на основе термически и механически стойких полимеров. Целью настоящей работы являлось изучение возможности применения методов микроиндентирования и склерометрии для исследования микротвердости пленок полимерного резиста, нанесенного на пластины монокристаллического кремния различных марок. В качестве примера использовались пленки позитивного диазохинон-новолачного фоторезиста толщиной 1,0–5,0 мкм, которые наносились на пластины кремния различных марок методом центрифугирования. Проведен сравнительный анализ методов индентирования и склерометрии для измерения микротвердости структур фоторезист-кремний. Показано, что метод царапания ребром четырехгранной алмазной пирамиды (метод склерометрии) пригоден для измерения микротвердости фоторезистивных пленок толщиной от 1,0 мкм, в то же время метод индентирования нельзя использовать для измерений тонких ($h = 1,0–2,5$ мкм) пленок фоторезиста. Установлено, что при использовании нагрузки $P = 1–2$ г более точные, независимые от величины нагрузки, значения микротвердости дает метод склерометрии. Метод микроиндентирования дает заниженные на 20–40 % значения микротвердости, зависящие к тому же от величины нагрузки. Увеличение нагрузки до 10 и более грамм приводит к нивелированию указанных различий – значения микротвердости, полученные обоими методами, совпадают. Облучение фоторезистивных пленок также приводит, вследствие изменения структуры пленок, к сближению значений прочностных характеристик, полученных методом склерометрии и методом индентирования.

Ключевые слова: фоторезист, кремний, склерометрия, индентирование, микротвердость.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-77-84

Адрес для переписки:

Просолович В.С.
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: prosolovich@bsu.by

Address for correspondence:

Prosolovich V.S.
Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus
e-mail: prosolovich@bsu.by

Для цитирования:

Бринкевич Д.И., Просолович В.С., Янковский Ю.Н.,
Вабищевич С.А., Вабищевич Н.В., Гайшун В.Е.
Склерометрический метод измерения микротвердости пленок
фоторезиста на кремнии.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 77–84.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-77-84

For citation:

Brinkevich D.I., Prosolovich V.S., Yankovski Yu.N.,
Vabishchevich S.A., Vabishchevich N.V., Gaishun V. E.
[Measurement of microhardness of photoresist films on silicon by the
scratching method].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 77–84 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-77-84

Введение

В последние годы интенсивно разрабатываются новые виды резистов для нано- и субмикронной литографии современной электроники [1, 2]. В качестве перспективных материалов для резистов рассматриваются различные полимерные композиции на основе полиметилметакрилата [3, 4], политетрафторэтилена [5], полиимида [6, 7], полиэтилентерефталата [8] и других термически и механически стойких полимеров. Особенно важную роль играют диазохинон-новолачные (ДХН) резисты [9, 10]. Определение микротвердости фоторезистивных пленок на кремниевых подложках является весьма актуальным, поскольку непосредственно характеризует такие важные свойства фоторезистов, как адгезия к подложке и стойкость к истиранию при кратковременном контактном взаимодействии тел в процессе литографии. Для измерения микротвердости тонких металлических и наноструктурных пленок и покрытий широко используется метод индентирования [11–13], однако возможность применения указанного метода для пленок полимера до настоящего времени не исследовалась. В то же время для определения микротвердости используется также метод склерометрии, однако работы, описывающие результаты применения указанного метода для исследования тонких полимерных пленок, в доступных авторам данной работы литературных источниках отсутствуют. Целью настоящей работы являлось изучение возможности применения методов микроиндентирования и склерометрии для исследования прочностных свойств пленок позитивного полимерного диазохинон-новолачного резиста, нанесенного на пластины монокристаллического кремния различных марок.

Методика эксперимента

Пленки позитивного фоторезиста ФП9120, представляющего собой композит из светочувствительного О-нафтохинондиазида и фенолформальдегидной смолы, толщиной от 1,0 до 5,0 мкм наносились на поверхность пластин (диаметр 100 мм) кремния различных марок (таблица 1) методом центрифугирования. Толщина h пленки фоторезиста определялась скоростью вращения и составляла: 1,0 мкм при скорости вращения $\nu = 8300$ об/мин; 1,8 мкм – при

$\nu = 2900$ об/мин; 2,5 мкм – при $\nu = 1200$ об/мин. Пленки толщиной $h = 5,0$ мкм формировались в две стадии с $\nu = 1800$ об/мин на обеих стадиях. Толщина пленок фоторезиста контролировалась с помощью микроинтерферометра МИИ-4 по пяти фиксированным точкам, расположенным на двух взаимно перпендикулярных диаметрах на каждой пластине, при этом отклонения от среднего значения по пластине для всех исследованных образцов (независимо от ориентации и вида и уровня легирования пластины) не превышали 2 %, что близко к погрешности измерений.

Таблица 1 / Table 1

Характеристики пластин кремния Specifications of silicon wafers

Пластины кремния Silicon wafers	Ориентация Orientation	Удельное сопротивление, Ом·см Specific resistance, Ohm·sm	Легированная примесь Dopant impurity
КДБ 10/KDB 10	(111)	10	B
КДБ 0,005/ KDB 0,005	(111)	0,005	B
КЭС 0,01/KES 0.01	(111)	0,01	Sb
КДБ 12/ KDB 10	(100)	12	B
КДБ 4,5/ KDB 4.5	(100)	4,5	B
КЭФ 4,5/KEF 4.5	(100)	4,5	P

Исследование прочностных свойств структур фоторезист-кремний проводилось при комнатной температуре на приборе ПМТ-3 методом склерометрии – царапанием ребром четырехгранной алмазной пирамиды с квадратным основанием в оправе типа НПМ и углом при вершине $\alpha = 136^\circ$ согласно ГОСТу 9377-81. Нагрузка (P) на индентор варьировалась в пределах 1–20 г. Скорость движения индентора варьировалась в диапазоне 40–120 мкм/с. Наносилось не менее 7 канавок при каждой нагрузке и скорости движения индентора, а затем измерялась их ширина. Значения склерометрической микротвердости H_{\square}^{skl} вычислялись в соответствии с ГОСТом 21318-75 по средней ширине канавок согласно формуле:

$$H_{\square}^{skl} = \frac{3,708}{b^2},$$

где b – средняя ширина канавки.

Для сравнения на этом же приборе ПМТ-3 и этой же пирамидой проводились измерения микротвердости методом микроиндентирования по восстановленному отпечатку с использованием стандартной методики согласно ГОСТу 9450-76.

При каждом измерении на поверхность образца наносилось не менее 50 отпечатков и проводилась обработка результатов измерений с использованием методов математической статистики по методике, изложенной в [14]. Величина микротвердости H^i рассчитывалась по средней величине диагонали отпечатка d согласно формуле:

$$H^i = \frac{1,854}{d^2}.$$

Имплантация ионами бора B^+ (энергия $E = 100$ кэВ) и фосфора P^+ (энергия 60 кэВ) в интервале доз $5 \cdot 10^{15} - 1 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$ в режиме постоянного ионного тока (плотность ионного тока $j = 4$ мкА/см 2) проводилась при комнатной температуре в остаточном вакууме не хуже 10^{-5} Па на ионно-лучевом ускорителе «Везувий-6». Облучение γ -квантами ^{60}Co осуществлялось при комнатной температуре и атмосферном давлении на установке МРХ- γ -25М. Мощность поглощенной дозы составляла $0,36 \pm 0,008$ Гр/с. Интервал поглощенных доз 6–200 кГр.

На рисунках 1 и 2 представлены типичные микрофотографии царапин поверхности пленки фоторезиста. Царапины имеют ровные края и пригодны для измерения ширины.

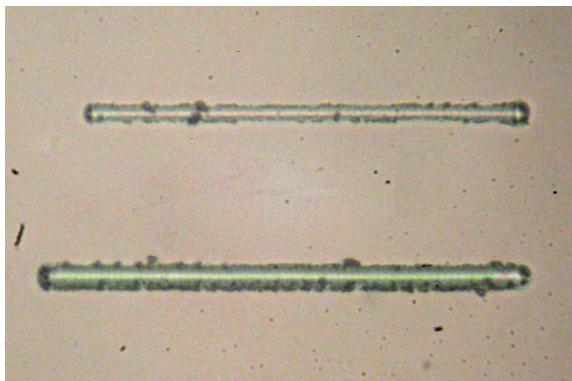


Рисунок 1 – Микрофотография царапин поверхности пленки фоторезиста толщиной 1,8 мкм при нагрузках 1 г (верхняя полоса) и 2 г (нижняя полоса; средняя ширина канавки $b \approx 12$ мкм)

Figure 1 – Micrograph scratches the surface of the film of photoresist with a thickness 1,8 μ m with loads of 1 g (the upper band) and 2 g (the lower band; average groove width $b \approx 12$ μ m)

Экспериментальные результаты и их обсуждение

У края царапины наблюдаются трещины в пленке фоторезиста, величина которых возрастает

при увеличении нагрузки. При условии, что глубина проникновения индентора меньше толщины пленки фоторезиста, значения склерометрической микротвердости для одного и того же образца совпадали или были близки друг к другу. Для пленок толщиной 5 мкм это условие соответствует нагрузкам до 5 г включительно (см. таблицу 2). Таким образом, материал подложки не оказывает влияния на результат измерений и согласно ГОСТу 21318-75 царапание алмазными наконечниками при указанных нагрузках пригоден для измерения склерометрической микротвердости пленок фоторезиста. Выбор величины нагрузки определяется толщиной пленки $h_{пл}$. Так, например, для $h_{пл} = 1,8$ мкм величина нагрузки не должна превышать 1 г, а для $h_{пл} = 5$ мкм допустимы нагрузки в диапазоне 1–5 г. Выбор нагрузки в каждом конкретном случае обусловлен тем, что индентор не должен достигать границы раздела фоторезист-кремний. Рекомендуется использовать минимальные нагрузки, дающие царапины с шириной, пригодной для корректных измерений. В нашем случае достаточна нагрузка 1 г для всех исследуемых пленок.

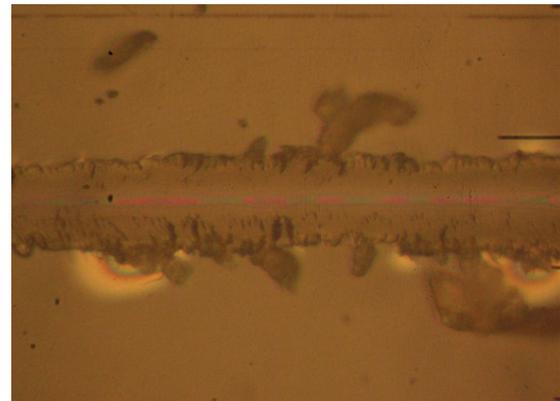


Рисунок 2 – Микрофотография царапины поверхности пленки фоторезиста толщиной 1,8 мкм при нагрузке 5 г. Индентор проникает в кремниевую подложку

Figure 2 – Micrograph scratches the surface of the film of photoresist with a thickness 1,8 μ m at a load of 5 g. The indenter penetrates into the silicon substrate

При увеличении нагрузки до 5 г и выше индентор проникает в кремниевую подложку. У границ царапины возникает большое количество трещин и, вероятно, локальные отслаивания пленки от подложки (рисунок 2). При этом значения склерометрической микротвердости снижаются до значений, соответствующих переходному слою вблизи границы раздела фоторезист-монокристаллический кремний (табли-

ца 2). Измерения, представленные в таблице 2, выполнялись при скорости движения индентора 50 мкм/с. Увеличение скорости движения индентора в 2 раза приводило к уменьшению в 1,2 раза ширины царапины и, соответственно, к увеличению измеренной микротвердости в 1,44 раза. Увеличение скорости движения индентора приводит к завышению значений микротвердости по сравнению с истинными значениями. Указанный эффект может быть обусловлен приподниманием индентора при высокой скорости движения. Таким образом, скорость движения индентора не должна превышать 50 мкм/с.

Таблица 2 / Table 2

Склерометрические исследования пленок ФП 9120 на пластинах кремния / Scratching study of diazoquinone-novolak films on silicon wafers

Пластины кремния Silicon wafers	Толщина пленки, мкм Film thickness μm	Нагрузка, г Load, g	b , мкм μm	h , мкм μm	H^{skl} , ГПа GPa
КДБ 12 (100)/ KDB 12 (100)	1,8	1	7,05	1,01	0,73
		2	13,20	1,89	0,42
		5	21,90	3,13	0,38
	2,5	1	7,40	1,07	0,63
		2	12,75	1,82	0,45
		5	20,40	2,91	0,44
5,0	1	7,40	1,07	0,63	
	2	11,25	1,61	0,56	
	5	18,00	2,57	0,57	
КЭС 0,01 (111)/ KES 0,01 (111)	1,8	1	7,35	1,05	0,67
		2	11,10	1,59	0,59
		5	21,00	3,00	0,41
КЭФ 4,5 (100)/ KEF 4,5 (100)	1,8	1	7,20	1,03	0,70
		2	12,45	1,78	0,47
		5	21,60	3,09	0,39

Механизм образования канавок на испытуемой поверхности при царапании ребром состоит, как отмечено в ГОСТе 21318-75, в пластическом деформировании материала преимущественно сдвигом в сторону и смещением его в направлении от оси к краям канавки. Это может приводить к формированию навалов у края царапины при испытании твердых металлов и сплавов. В наших экспериментах с полимерными фоторезистивными пленками таких навалов у границ канавки не обнаружено.

Проведенные исследования прочностных свойств структур фоторезист-кремний методом микроиндентирования показали, что при данном методе измерений полученное значение микротвердости H^f на 20–40 % меньше значения микротвердости, полученного методом склерометрии. Причем значение H^f зависит от приложенной нагрузки – оно возрастает при увеличении нагрузки даже при минимальных значениях P (1–2 г), когда влияние подложки при измерениях методом склерометрии не сказывается. Вероятнее всего, это обусловлено влиянием полей упругих напряжений вблизи поверхности фоторезистивной пленки. Данные упругие напряжения возникают при сушке нанесенных на кремний фоторезистивных пленок. Они растягивают отпечаток, сформировавшийся при индентировании, что приводит к увеличению его диагонали и, соответственно, к заниженным значениям микротвердости при измерении методом индентирования с использованием малых нагрузок. Схематически этот механизм представлен на рисунке 3.

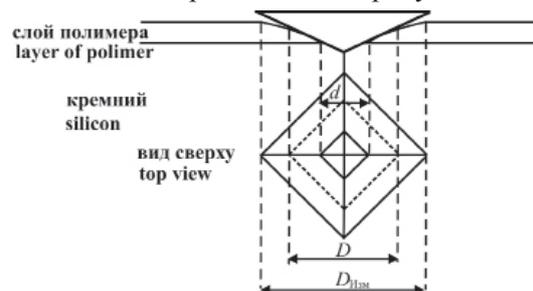


Рисунок 3 – Схема проникновения индентора в структуру полимер-кремний
Figure 3 – Scheme of penetration of the indenter into the structure of the polymer-silicon

Следует учесть, что при проникновении индентора в кремний на фотографии наблюдались 2 отпечатка: на границе воздух-полимер (с размерами диагонали $D_{изм}$) и на границе полимер-кремний (размер диагонали d). С учетом того, что глубина проникновения индентора (h) и его диагональ (d) для использовавшейся в работе четырехгранной алмазной пирамиды с квадратным основанием связаны соотношением $d = 7h$, исходя из подобия треугольников на рисунке 3, можно оценить величину диагонали индентора D на границе раздела воздух-полимер. Величина диагонали индентора D на границе раздела воздух-полимер была меньше измеренной диагонали отпечатка $D_{изм}$ на 10–20 %, что и приводило к заниженным значениям микротвердости, измеренной

методом индентирования. Различия между $D_{изм}$ и истинной величиной D возрастают при снижении нагрузки.

Кроме того, на стабильность и точность измерений микротвердости методом индентирования при малых нагрузках, как указано в ГОСТе 9377-81, может также оказывать влияние перемычка (линия стыка противоположных граней), возникающая при вершине четырехгранной пирамиды в процессе ее изготовления. При индентировании перемычка оказывает дополнительное нестабильное сопротивление вдавлению, которое выявляется в основном при сравнительно малой глубине отпечатка h (одного порядка с размером перемычки).

В соответствии с вышесказанным, можно сделать вывод, что метод индентирования имеет ограниченные возможности при исследовании тонких фоторезистивных пленок вследствие влияния полей упругих напряжений вблизи поверхности пленки, которые растягивают отпечаток, что приводит к увеличению его диагонали и, соответственно, к заниженным значениям микротвердости при измерении этим методом.

Исследования прочностных свойств пленок фоторезиста, имплантированных ионами бора и фосфора, а также облученных γ -квантами ^{60}Co , показали, что радиационное воздействие приводило к увеличению как значения склерометрической микротвердости H_{\square}^{skl} , так и значения микротвердости H^* , полученного методом индентирования, и исчезновению различий между ними. При этом возрастала дисперсия микротвердости при измерениях при малых нагрузках, появлялись растрескивания вокруг отпечатков и склерометрических полос. Это свидетельствует о существенном возрастании неоднородности фоторезистивной пленки и развитии в ней полей упругих напряжений после ионной имплантации. Увеличение дозы имплантации привело к уменьшению зоны разрушения вокруг склерометрических полос, ареолы (предположительно, навалы) пропадают, возникают трещины в пределах отпечатка индентора и склерометрических полос.

Заключение

На основании полученных экспериментальных результатов можно сделать вывод, что метод склерометрии пригоден для измерения микро-

твердости фоторезистивных пленок толщиной от 1,0 мкм и выше, в то же время метод индентирования нельзя использовать для измерений тонких ($h = 1,0\text{--}2,5$ мкм) пленок фоторезиста.

Метод склерометрии дает более точные и стабильные значения микротвердости при малых нагрузках вплоть до 1–2 г. Метод микроиндентирования при указанных нагрузках дает заниженные значения микротвердости, что обусловлено влиянием полей упругих напряжений вблизи поверхности фоторезистивной пленки, которые возникают при сушке пленки. Увеличение нагрузки до 10 и более грамм приводит к нивелированию указанных различий – значения микротвердости, полученные методом индентирования, согласуются со значениями, характерными для метода склерометрии. Облучение фоторезистивных пленок приводит к релаксации упругих напряжений вблизи поверхности полимера и, как следствие, к совпадению значений микротвердости, измеренных методами склерометрии и индентирования.

Список использованных источников

1. Моро, У. Микролитография. Принципы, методы, материалы. В 2-х ч. Ч. 2 / У. Моро – М.: Мир, 1990. – 632 с.
2. Булгакова, С.А. Химически усиленные резисты для литографии высокого разрешения / С.А. Булгакова [и др.] // Микроэлектроника. – 2013. – Т. 42, № 3. – С. 206–217.
3. Рау, Э.И. Комплексные исследования эффектов зарядки полимерного резиста (ПММА) при электронной литографии / Э.И. Рау [и др.] // Микроэлектроника. – 2013. – Т. 42, № 2. – С. 116–126.
4. Генцелев, А.Н. Исследование влияния синхротронного излучения на термофизические параметры рентгенорезиста ПММА / А.Н. Генцелев [и др.] // Поверхность. – 2012. – № 1. – С. 14–20.
5. Назьмов, В.П. Абляция политетрафторэтилена под воздействием синхротронного излучения при формировании микроструктур с высоким аспектным отношением / В.П. Назьмов [и др.] // Поверхность. – 2001. – № 3. – С. 10–14.
6. Guoping Mao, Somasiri N.L.D., Stacey N.A. Photoimageable, aqueous acid soluble polyimide polymers: US patent 6559245, publication 06 05.2003 / 3M Innovative Properties Company.
7. Ngo, D.D. Photoimageable polyimide coating: US patent 5599655, publication 04.02.1997 / Amoco Corporation.
8. Митрофанов, А.В. Исследование поверхности пленок из полиэтилентерефталата, модифицированных вакуумно-ультрафиолетовым облучением на воздухе / А.В. Митрофанов [и др.] // Поверхность. – 2009. – № 7. – С. 30–38.

9. *Weaver S.T., Wells R.* Photoimageable nozzle members and methods relating thereto: US patent 8173031, publication 8.05.2012/Lexmark International, Inc.

10. *Гранько, С.В.* Применение фоторезистивных масок для маскирования ионного пучка в технологии КМОП-интегральных схем / С.В. Гранько [и др.] // Вестник Нижегородского университета. Сер. «Физика». – 2001. – № 2. – С. 41–47.

11. *Шугуров, А.Р.* Особенности определения механических характеристик тонких пленок методом наноиндентирования / А.Р. Шугуров, А.В. Панин, К.В. Оскомов // Физика твердого тела. – 2008. – Т. 50, № 6. – С. 1007–1012.

12. *Андриевский, Р.А.* Наноиндентирование и деформационные характеристики наноструктурных боридонитридных пленок / Р.А. Андриевский [и др.] // Физика твердого тела. – 2000. – Т. 42, № 9. – С. 1624–1627.

13. *Штанский, Д.В.* Особенности структуры и физико-механических свойств наноструктурных тонких пленок / Д.В. Штанский [и др.] // Физика твердого тела. – 2003. – Т. 45, № 6. – С. 1122–1129.

14. *Бринкевич, Д.И.* Микромеханические свойства эпитаксиальных слоев GaP, легированных редкоземельным элементом диспрозием / Д.И. Бринкевич, Н.В. Вабищевич, В.С. Просолович / Неорганические материалы. – 2012. – Т. 48, № 8. – С. 878–883.

Measurement of microhardness of photoresist films on silicon by the scratching method

Brinkevich D.I.¹, Prosolovich V.S.¹, Yankovski Yu.N.¹, Vabishchevich S.A.²,
Vabishchevich N.V.², Gaishun V. E.³

¹Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus

²Polotsk State University,
Blohina str., 29, 211440, Novopolotsk, Belarus

³Francisk Skorina Gomel State University,
Sovetskaya st., 104, 246019, Gomel, Belarus

Received 01.12.2015

Accepted for publication 28.01.2016

Abstract. In recent years new types of resist for nano - and submicronic lithography are intensively developed. As perspective materials for resist various polymeric compositions on a basis thermally and mechanically resistant polymers are considered. The purpose of the real work was studying of possibility of application of a microindentation and scratching methods for research of strength properties of films of the polymeric resist applied on plates of single-crystal silicon. As an example films of positive diazoquinone-novolak photoresist 1,0–5,0 μm thick which were applied on plates of silicon of various brands with a centrifugation method were used. The comparative analysis of an microindentation and scratching methods for microhardness measurement of structures photoresist-silicon is carried out. It is shown that the scratching an edge of a tetrahedral diamond pyramid (a scratching method) is suitable for microhardness measurement of resistive films from 1,0 μm thick, at the same time the method of an microindentation can't be used for measurements thin ($h = 1,0\text{--}2,5 \mu\text{m}$) photoresist films. When using the load $P = 1\text{--}2 \text{ g}$, more accurate values of microhardness gives the scratching method. Value of the microhardness determined by a scratching method is 20–40 % more than value of the microhardness received by a microindentation method. The increase in loading to 10 g leads to leveling of the specified distinctions – the values of a microhardness received by both methods coincide. Radiation of resistive films changed the structure of resist films. It is results to correlation of microhardness values given on measurement as by a scratching method, and by an indentation method.

Keywords: photoresist, silicon, scratching, indentation, microhardness.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-77-84

Адрес для переписки:

Просолович В.С.
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: prosolovich@bsu.by

Address for correspondence:

Prosolovich V.S.
Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus
e-mail: prosolovich@bsu.by

Для цитирования:

Бринкевич Д.И., Просолович В.С., Янковский Ю.Н.,
Вабищевич С.А., Вабищевич Н.В., Гайшун В.Е.
Склерометрический метод измерения микротвердости пленок
фоторезиста на кремнии.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 77–84.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-77-84

For citation:

Brinkevich D.I., Prosolovich V.S., Yankovski Yu.N.,
Vabishchevich S.A., Vabishchevich N.V., Gaishun V. E.
[Measurement of microhardness of photoresist films on silicon by the
scratching method].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 77–84 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-77-84

References

1. Moreau W.M. Semiconductor lithography. Principles, practices and materials. N.Y., London, Plenum Press, 1988, 952 pp.
2. Bulgakova S.A., Jons M.M., Pestov A.E., Toropov M.N., Chkhalo N.I., Gusev S.A., Skorokhodov E.V., Salashchenko N.N. Chemically amplified resists for high-resolution lithography. *Russian Microelectronics*, 2013, vol. 42, no. 3, pp. 165–175.
3. Rau E.I., Evstaf'eva E.N., Zaitsev S.I., Knyazev M.A., Svintsov A.A., Tatarintsev A.A. Complex investigations of effects of charging a polymer resist (PMMA) during electron lithography. *Russian Microelectronics*. 2013. vol. 42, no. 2, pp. 89–98.
4. Gentshev A.N., Gol'denberg B.G., Petrova E.V., Pindyurin V.F., Kozlov A.S. A Study of the Effect of Synchrotron Radiation Exposure on the Thermophysical Parameters of the PMMA X-Ray Resist. *Journal of Surface Investigation*, 2012, vol. 6, no. 1, pp. 12–18.
5. Naz'mov V.P., Mezentseva L.A., Pindyurin V.F., Istomin V.E., [Abljatsija politetraforetilena pod vozdeistviem sinhrotronnogo izlucheniya pri formirovanii mikrostruktur s vysokim aspektnym otnosheniem]. *Poverkhnost*, 2001, no. 3, pp. 10–14 (in Russian).
6. Guoping Mao, Somasiri N.L.D., Stacey N.A. Photoimageable, aqueous acid soluble polyimide polymers: US patent 6559245, publication 06 05.2003 / 3M Innovative Properties Company.
7. Ngo D.D. Photoimageable polyimide coating: US patent 5599655, publication 04.02.1997 / Amoco Corporation.
8. Mitrofanov A. V., Karban O. V., Sugonyako A., Lubomska M. Investigation of the Surface of Poly(ethylene terephthalate) Films Modified by Vacuum Ultraviolet Irradiation in Air. *Journal of Surface Investigation*, 2009, vol. 3, no. 4, pp. 519–527.
9. Weaver S.T., Wells R. Photoimageable nozzle members and methods relating thereto: US patent 8173031, publication 8.05.2012/ Lexmark International, Inc.
10. Gran'ko S.V., Volk S.A., Leont'ev A.V., Komarov F.F., Kamyshan A.S. Application of photoresistive masks to mask the ion beam in the CMOS technology of integrated circuits. *Vestn. Nizhegorodsk. Univ., Ser. «Fizika»*, 2001, no. 2, pp. 41–47 (in Russian).
11. Shugurov A.R., Panin A.V., Oskomov K.V. Specific features of the determination of the mechanical characteristics of thin films by the nanoindentation technique. *Physics of the Solid State*, 2008, vol. 50, no. 6, pp. 1050–1055.
12. Andrievskii R.A., Kalinnikov G.V., Hellgren N., Sandstrom P., Shtanskii D.V. Nanoindentation and strain characteristics of nanostructured boride/nitride films. *Physics of the Solid State*, 2000, vol. 42, no. 9, pp. 1671–1674.
13. Shtanskii D.V., Kulinich S.A., Levashov E.A., Moore J.J. Structure and physical-mechanical properties of nanostructured thin films. *Physics of the Solid State*, 2003, vol. 45, no. 6, pp. 1177–1184.
14. Brinkevich D. I., Vabishchevich N.V., Prosllovich V.S. Micromechanical Properties of GaP<Dy> Epilayers. *Inorganic Materials*, 2012, vol. 48, no. 8, pp. 768–772.

УДК [621.384.64:539.1.089.6]: 615.849.1

Методика определения ошибки в опорном значении дозы при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя. Часть 2. Зависимость от характеристик коллиматора, указателя расстояния источник-поверхность, радиационного поля, лазерных центраторов, терапевтического стола

Титович Е.В.¹, Тарутин И.Г.¹, Киселев М.Г.²

¹РНПЦ онкологии и медицинской радиологии им. Н.Н. Александрова,
223040, агрогородок Лесной, Минский район, Беларусь

²Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, г. Минск, Беларусь

Received 24.12.2015

Accepted for publication 10.03.2016

Для обеспечения радиационной безопасности пациентов, получающих лучевую терапию, требуется обеспечить постоянство характеристик медицинских линейных ускорителей электронов, которые влияют на точность подведения дозы. С этой целью осуществляются процедуры их контроля качества, в число которых входит калибровка радиационного выхода линейного ускорителя, ошибка в установлении опорного значения дозы которого не должна превышать 2 %. Целью работы являлась разработка методики определения ошибки (отклонение измеренного значения величины от ее действительного значения) при установлении этой величины в зависимости от характеристик коллиматора, указателя расстояния источник-поверхность, лазерных центраторов, радиационного поля и терапевтического стола. Для решения поставленных задач проведены измерения дозовых распределений линейного ускорителя «Трилоджи» № 3567, на основании которых получены зависимости отклонения в опорном значении дозы от характеристик этих устройств. Установлено, что наибольшее влияние на величину отклонения в дозе оказывает ошибка в показаниях оптического указателя расстояния источник-поверхность и в положении лазерных центраторов по вертикальной оси (до 3,64 % для энергии 6 МэВ). Отклонения, обусловленные неточностями в установке размеров опорного поля, отличались для двух энергий фотонов и достигали 2,54 % для 6 МэВ и 1,33 % для 18 МэВ. Ошибки, обусловленные остальными характеристиками, не превышали 1 %. Таким образом, имеется возможность выразить результаты периодического контроля качества перечисленных устройств ускорителя в единицах дозы и использовать их при проведении комплексной оценки возможности его клинического использования для облучения онкологических пациентов.

Ключевые слова: калибровка радиационного выхода линейного ускорителя, коллиматор, лазерные центраторы, радиационное поле, терапевтический стол.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-85-94

Адрес для переписки:

Титович Е.В.

РНПЦ онкологии и медицинской радиологии им. Н.Н. Александрова,
223040, агрогородок Лесной, Минский район, Беларусь
e-mail: e.v.titovich@gmail.com

Address for correspondence:

Tsitovich Y.V.

N.N. Alexandrov National Cancer Centre of Belarus,
223040, Lesnoy, Minsk District, Belarus
e-mail: e.v.titovich@gmail.com

Для цитирования:

Титович Е.В., Тарутин И.Г., Киселев М.Г.

Методика определения ошибки в опорном значении дозы при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя. Часть 2. Зависимость от характеристик коллиматора, указателя расстояния источник-поверхность, радиационного поля, лазерных центраторов, терапевтического стола.

Приборы и методы измерений.

2016. – Т. 7, № 1. – С. 85–94.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-85-94

For citation:

Tsitovich Y.V., Tarutin I.G., Kiselev M.G.

[Technique of estimation of error in the reference value of the dose during the linear accelerator radiation output calibration procedure. Part 2. Dependence on the characteristics of collimator, optical source-distance indicator, treatment field, lasers and treatment couch].

Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements]. 2016, vol. 7, no. 1, pp. 85–94 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-85-94

Введение

Для обеспечения радиационной безопасности пациентов, получающих лучевую терапию, требуется обеспечить постоянство характеристик медицинских линейных ускорителей электронов, которые влияют на точность подведения дозы.

В работе [1] предложена методика определения ошибки в полученном при калибровке радиационного выхода (РВ) медицинских линейных ускорителей (ЛУ) опорном значении дозы в зависимости от параметров штатива. С целью осуществления комплексной оценки возможности клинического использования ЛУ для облучения пациентов на основании значения интегральной ошибки калибровки радиационного выхода ЛУ и результатов измерения значения дозы в точке калибровки (опорной точке измерительного детектора) необходимо провести анализ влияния технико-дозиметрических характеристик ЛУ на полученное значение РВ ускорителя [2–5].

Цель работы – разработка методики определения ошибки в полученном при калибровке радиационного выхода медицинских линейных ускорителей опорном значении дозы в зависимости от характеристик коллиматора, указателя расстояния источник-поверхность (РИП), лазерных центраторов, радиационного поля и терапевтического стола. В работах [6–9] показано, что эти устройства существенно влияют на ошибки при калибровке радиационного выхода ЛУ. При этом результаты периодического контроля качества (КК) этих устройств ЛУ, проводимого в соответствии с [10], должны быть выражены в единицах поглощенной дозы. Это позволит использовать единые дозовые критерии для оценки результатов КК любого медицинского ЛУ и исключить возможность превышения предельно допустимого отклонения дозы, доставляемой пациенту радиационными пучками, возникшего вследствие ошибки при определении РВ линейного ускорителя.

Методика эксперимента

На основании методов дозиметрических измерений, изложенных в инструкции¹, авторами с использованием трехмерного анализатора дозо-

¹ Титович, Е.В. Методы дозиметрического сопровождения высокотехнологичной лучевой терапии / Е.В. Титович, И.Г. Тарутин, Г.В. Гацкевич // Инструкция по применению № 092-0914 утверждена Минздравом 23.12.2014.

вого поля проведены дозиметрические измерения дозовых распределений ЛУ «Трилоджи» № 3567. В частности, измерены процентно-глубинные дозовые распределения (ПГД) для радиационных полей размерами 80 × 80 мм, 100 × 100 мм и 120 × 120 мм, коэффициенты радиационного выхода (КРВ) для квадратных радиационных полей со стороной от 80 до 120 мм с шагом 10 мм, а также профильные дозовые распределения (ПРД) на опорной глубине ($d = 100$ мм) для поля 400 × 400 мм. Для оценки величины случайных погрешностей было проведено 10 серий экспериментальных измерений каждой дозиметрической характеристики. Измерения проводились в 10 различных дней с независимой установкой фантома и параметров ЛУ. Установлено отсутствие случайных погрешностей при определении значений этих характеристик с точностью 0,1 % для исследуемого диапазона экспериментальных данных.

Количество мониторинговых единиц (МЕ), необходимое для доставки известного значения поглощенной дозы на глубину максимума ионизации (ME_{cal}), определялось согласно [1]. С использованием национального протокола контроля качества ЛУ [10] авторами определены характеристики рассматриваемых в настоящей статье устройств, отклонение значений которых от опорного может привести к возникновению ошибки при калибровке радиационного выхода ЛУ и, таким образом, повлиять на точность доставки дозы онкологическим пациентам: точность установки нулевого положения коллиматора; девиация изоцентра вращения коллиматора; точность светового указателя РИП; точность установки размеров поля облучения; точность установки положения лазерных центраторов; точность перемещений деки терапевтического стола.

Все расчеты проводились для наиболее используемых при облучении онкологических пациентов (более 99 % случаев) режимов тормозного излучения (фотонов с номинальными энергиями 6 и 18 МэВ) линейного ускорителя *Trilogy* № 3567 в условиях гомогенности среды и симметричности радиационных полей.

Результаты исследований

Точность установки нулевого положения и девиация изоцентра вращения коллиматора ускорителя

В ходе исследований установлено, что поворот коллиматора практически не влияет на точку

входа радиационного пучка в фантом и на положение опорной точки измерительного детектора в фантоме при калибровке РВ линейного ускорителя, поскольку, согласно методике, измерение значения поглощенной дозы проводится в точке пересечения осей симметрии радиационного пучка. Таким образом, отклонения в опорном значении дозы исключены. Коэффициент K_{cracl} , учитывающий влияние ошибки в установке нулевого положения коллиматора ускорителя на значение радиационного выхода линейного ускорителя, определяется по формуле:

$$K_{cracl} = \frac{ME_{cal}}{ME_{cracla}} = 1, \quad (1)$$

где ME_{cal} – значение радиационного выхода ЛУ в стандартных условиях (без отклонений характеристик ЛУ); ME_{cracla} – значение радиационного выхода ЛУ при повороте коллиматора на угол α .

Девиация изоцентра вращения коллиматора ускорителя будет оказывать влияние на положение опорной точки измерительного детектора относительно осей радиационного пучка и, вследствие изменения коэффициента $BOO_d(r)$ – отношение дозы в точке вне оси симметрии на глубине d и расстоянии от оси r к дозе симметричного поля на глубине d на оси, вызывать ошибки в определении опорного значения дозы в точке калибровки. Величина девиации изоцентра вращения коллиматора по сагиттальной (x) и латеральной (y) осям определяется в соответствии с [10]. Смещение изоцентра вращения коллиматора от точки пересечения осей симметрии радиационного пучка (r_{ciso}) определено из выражения:

$$r_{ciso} = \sqrt{x_{ciso}^2 + y_{ciso}^2}, \quad (2)$$

где x_{ciso} и y_{ciso} – смещение положения опорной точки детектора от точки пересечения осей симметрии радиационного пучка в случае девиации изоцентра вращения коллиматора.

На основании экспериментально измеренных авторами профильных дозовых распределений для значений r_{ciso} , полученных с использованием формулы (2), путем интерполяции получены значения коэффициента $BOO_d(r_{ciso})_{cisoxy}$, характеризующего отношение дозы в точке вне оси на опорной глубине и расстоянии от пересечения осей радиационного пучка r_{ciso} к дозе симметричного поля на той же глубине в точке пересечения осей симметрии радиационного пучка. Значения коэф-

фициента $BOO_d(r_{ciso})_{cisoxy}$ определены для величин отклонения положения опорной точки измерительного детектора от точки пересечения осей симметрии радиационного пучка из диапазона от 0 до 10 мм для каждой из рассматриваемых осей радиационного пучка ЛУ.

Из выражения (3) определен $K_{cisoxyca}$, учитывающий влияние на значение ME_{cal} смещения изоцентра вращения коллиматора по сагиттальной (x) и латеральной (y) осям:

$$K_{cisoxyca} = \frac{ME_{cal}}{ME_{craclxy}} = BOO_d(r_{ciso})_{cisoxy}, \quad (3)$$

где $ME_{craclxy}$ – значение РВ ускорителя при смещении изоцентра вращения коллиматора на величины x и y по сагиттальной и латеральной осям соответственно. Выявлено, что $BOO_d(r_{ciso})_{cisoxy}$ и $K_{cisoxyca}$ для рассматриваемых случаев изменяются от 1 до 1,008 для 6 МэВ и от 1 до 1,009 для 18 МэВ.

Результаты исследований зависимости ошибки опорного значения дозы от смещения изоцентра вращения коллиматора представлены на рисунке 1.

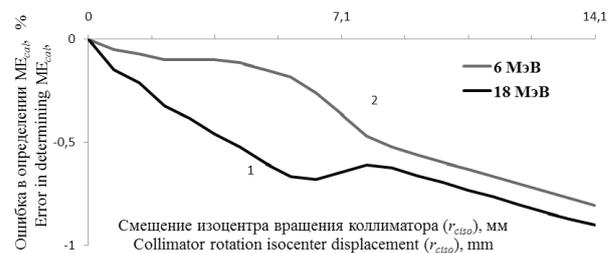


Рисунок 1 – Зависимость ошибки в определении опорного значения дозы от смещения изоцентра вращения коллиматора в плоскости падения радиационного пучка фотонов с энергиями 18 МэВ (1) и 6 МэВ (2), мм

Figure 1 – The dependence of the error in the dose reference value on the linear accelerator’s collimator rotation isocenter displacement in the plane of incidence of the radiation beam for photons with energies of 18 MeV (1) and 6 MeV (2), mm

Таким образом, ошибка в определении ME_{cal} имеет сложную зависимость от величины отклонения положения опорной точки измерительного детектора от точки пересечения сагиттальной и латеральной осей радиационного пучка, вызванного смещением изоцентра вращения коллиматора, и отличается для двух энергий фотонов. Основной вклад в нее вносит коэффициент $BOO_d(r_{ciso})_{cisoxy}$. Максимальное значение ошибки составило $-0,9\%$ для энергии 18 МэВ.

Точность показаний светового указателя расстояния источник – поверхность

Ошибка в показаниях светового указателя РИП вызовет изменение РИП при калибровке радиационного выхода ЛУ без смещения опорной точки измерительного детектора от изоцентра радиационного пучка в плоскости, перпендикулярной направлению его падения. Таким образом, отклонение в показаниях светового указателя РИП приведет к ошибке при определении опорного значения дозы, так как изменится значение коэффициентов K_{SSD} (коэффициент, учитывающий изменение плотности потока фотонного пучка с изменением РИП), F (фактор изменения величины поглощенной дозы на глубине d при изменении РИП) и k_Q (коэффициент качества радиационного пучка, характеризующий проникающую способность излучения фотонов) [1]. С использованием полученных с помощью интерполяции значений k_Q из таблицы [11] для ионизационной камеры (ИК) PTW 31010 с учетом отклонений в показаниях оптического указателя РИП (k_{Opd}) на основании методологии, изложенной в [1], определены изменения величины D_{ref} вычислены значения K_{SSD} для случаев ошибки в определении РИП, вызванной отклонениями в показаниях светового указателя (K_{SSDopd}) и определено влияние изменения значения коэффициента K_{SSDopd} на РВ ускорителя. При проведении калибровки РВ, вследствие девиации показаний указателя РИП происходит изменение РИП дозиметрической системы, что приводит к изменению формы ПГД. Величина влияния этого процесса на дозу (F_{opd}) определена из выражения:

$$F_{opd} = \left(\frac{SSD_{opd} + d_m}{SSD + d_m} \right)^2 \times \left(\frac{SSD + d}{SSD_{opd} + d} \right)^2, \quad (4)$$

где F_{opd} – фактор изменения величины поглощенной дозы на глубине d при изменении РИП, вызванном неверными показаниями светового указателя; SSD_{opd} – значение РИП при его установке с использованием светового указателя при наличии ошибки в его показаниях; d_m – глубина максимума ионизации; SSD – значение РИП при его установке с использованием светового указателя в отсутствии ошибки в его показаниях; d – глубина на точки измерения.

Выявлено, что изменение РИП дозиметрической системы в диапазоне расстояний от 980 мм до 1020 мм, вызванное ошибкой в показаниях

светового указателя в диапазоне от –20 мм до +20 мм, приведет к изменениям значений K_{SSDopd} от 1,0406 до 0,9617 и F_{opd} – от 1,0031 до 0,997 для фотонов 6 МэВ и 18 МэВ. Значениями k_{Opd} в этом случае изменяются от 1,0003 до 0,9997 для фотонов 6 МэВ и от 1,0009 до 0,9991 для фотонов 18 МэВ.

Из выражения (5) определен коэффициент K_{opdcal} , учитывающий влияние на значение ME_{cal} величины ошибки показаний светового указателя расстояния источник-поверхность (f):

$$K_{opdcal} = \frac{ME_{cal}}{ME_{opdcalf}} = \frac{K_{SSDopd} \times F_{opd}}{K_{Qopd}}, \quad (5)$$

где ME_{cal} – значение радиационного выхода линейного ускорителя в случае отсутствия ошибки в показаниях светового указателя расстояния источник-поверхность; $ME_{opdcalf}$ – значение радиационного выхода линейного ускорителя при наличии ошибки показаний светового указателя расстояния источник-поверхность (f).

Результаты исследований зависимости отклонения опорного значения дозы от ошибки показаний указателя РИП представлены на рисунке 2.

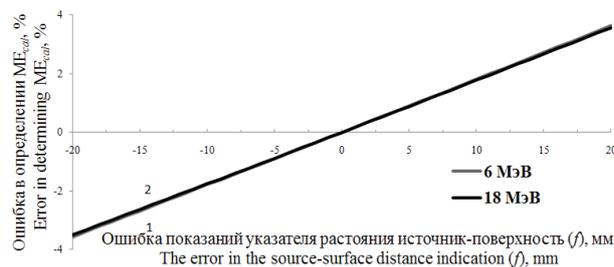


Рисунок 2 – Зависимость ошибки в определении опорного значения дозы линейного ускорителя от ошибки показаний светового указателя расстояния источник-поверхность для фотонов с энергиями 18 МэВ (1) и 6 МэВ (2)

Figure 2 – The dependence of the error in the determination of the dose reference value on the in the optical source-surface distance indication for photons with energies of 18 MeV (1) and 6 MeV (2)

Таким образом, установлено, что ошибка в определении ME_{cal} имеет выраженную линейную зависимость от величины отклонения показаний светового указателя РИП и практически не отличается для двух энергий фотонов. Основной вклад в нее вносит коэффициент K_{SSDopd} . Значение ошибки ME_{cal} изменялось от –3,57 % до 3,64 % для случаев ошибки в показаниях светового указателя РИП от –20 мм до 20 мм для 6 МэВ и

от –3,51 % до 3,58 % в для 18 МэВ. В случае если световой указатель РИП не был использован при установлении положения фантома дозиметрической системы и измерительного детектора при проведении калибровки радиационного выхода ЛУ, КРИП_{опд} принимается равными единице.

Точность установки размеров поля облучения по световому полю

При калибровке радиационного выхода ЛУ для установления размеров радиационного поля используется световой имитатор поля облучения. Ошибки в его показаниях приведут к отклонениям опорного значения дозы, вызванным изменением ПГД, k_Q и КРВ вследствие изменения размеров поля облучения. Для исследований опорного значения дозы ЛУ в зависимости от отклонений при установке размеров поля облучения прямоугольной формы использованы полуэмпирические методы расчета стороны квадратного поля, эквивалентного полю любой формы, приведенные в работе [5]. В ней показано, что для прямоугольных полей следует использовать приближение, соответствующее дозе для квадратного поля эквивалентной площади, которое осуществляется по принципу «Сохранение отношения S/P », где S – площадь; P – периметр. На основании вышеизложенного, сторона эквивалентного квадратного поля получена из выражения:

$$r_{sq} = \frac{2 \times A \times B}{A + B}, \quad (6)$$

где r_{sq} – сторона эквивалентного квадратного поля облучения; A – размер прямоугольного поля перпендикулярно терапевтического стола; B – размер прямоугольного поля облучения поля облучения вдоль терапевтического стола.

На основании измеренных значений КРВ по формуле (6) осуществлен расчет КРВ при независимом изменении каждой из сторон опорного поля облучения при калибровке РВ ускорителя в диапазоне значений 100 ± 20 мм с шагом 1 мм. С использованием измеренных экспериментально распределений ПГД путем интерполяции значений поглощенной дозы для всех точек кривой получены распределения ПГД, соответствующие эквивалентным квадратным полям облучения со стороной r_{sq} для каждого из размеров прямоугольных полей, для которых рассчитаны КРВ. На основании полученных кривых определены отношения ПГД на глубине 10 см для эквива-

лентного квадратного поля со стороной r_{sq} к таковому значению для поля со стороной 100 мм ($P(r_{sq}/100)$). С использованием этих распределений ПГД в соответствии с методикой определены значения $TPR_{20,10}$ для энергий фотонов 6 и 18 МэВ. На основании этих значений $TPR_{20,10}$ с использованием значений k_Q для ИК PTW 31010 из [11] путем интерполяции получены k_Q для измененных размеров стороны опорного поля при калибровке РВ (k_{Qfs}). На основании установленных значений k_{Qfs} с использованием методологии [1] определены изменения величины D_{ref} , возникающие при отклонениях в размерах опорного поля облучения. Выявлено, что при изменении размера стороны опорного поля облучения в диапазоне от 80 до 120 мм коэффициент радиационного выхода $OF(r_{sq}^{cal})$, представляющий собой отношение мощности дозы на опорной глубине для квадратного поля заданных размеров r_{sq} к мощности дозы в той же точке в поле 100×100 мм, изменяется от 0,983 до 1,011 для фотонов 6 МэВ и от 0,987 до 1,008 для 18 МэВ, ($P(r_{sq}/100)$) изменяется от 0,992 до 1,007 для фотонов 6 МэВ, а ($P(r_{sq}/100)$) для фотонов 18 МэВ и k_{Qfs} для обеих энергий можно пренебречь.

Из выражения (7) определен коэффициент K_{fscalA} , учитывающий влияние на значение ME_{cal} величины ошибки в установке поля облучения по стороне поля A :

$$K_{fscalA} = \frac{ME_{cal}}{ME_{fscalA}} = OF(r_{sq}^{cal}) \times P\left(\frac{r_{sq}}{100}\right), \quad (7)$$

где ME_{fscalA} – значение РВ ускорителя при наличии ошибки в установке размеров поля облучения (A); $P(r_{sq}/100)$ – отношение ПГД на глубине 10 см для эквивалентного квадратного поля со стороной r_{sq} к таковому значению для квадратного поля со стороной 100 мм. Результаты исследований представлены на рисунке 3.

K_{fscalB} , учитывающий влияние на ME_{cal} величины ошибки в установке поля облучения по стороне B (вдоль терапевтического стола), определяли аналогично K_{fscalA} . Таким образом, установлено, что ошибка в определении ME_{cal} имеет выраженную линейную зависимость от величины ошибки при установке размеров опорного поля при калибровке радиационного выхода ЛУ и отличается для двух энергий фотонов. Основной вклад в нее вносит коэффициент $OF(r_{sq}^{cal})$. Ошибка изменялась от –1,82 % при $A(B) = 120$ мм до

2,54 % при $A(B) = 80$ мм для 6 МэВ и от $-0,68$ % при $A(B) = 120$ мм до 1,33 % при $A(B) = 80$ мм для 18 МэВ.

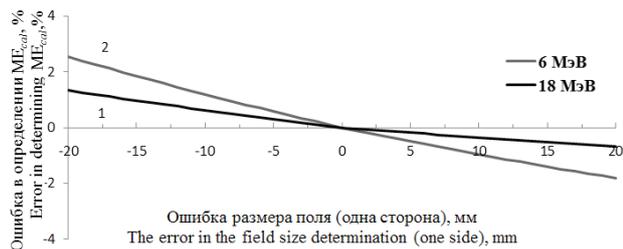


Рисунок 3 – Зависимость ошибки в определении опорного значения дозы от ошибки при установке размера опорного поля облучения для фотонов с энергиями 18 МэВ (1) и 6 МэВ (2)

Figure 3 – The dependence of the error in the determination of the dose reference value on the error in the reference field size determination for photons with energies of 18 MeV (1) and 6 MeV (2)

Точность установки положения лазерных центраторов

При калибровке радиационного выхода ЛУ лазерные центраторы применяются для настройки положения точки входа радиационного пучка в вещество фантома дозиметрической системы. В связи с этим отклонение положения любого из центраторов приведет к ошибке в определении опорного значения дозы. Отклонение в положении центраторов происходит по трем осям: x -латеральная; y -сагиттальная; z -вертикальная. Изменение положения центраторов по сагиттальной и латеральной осям вызовет отклонение положения детектора от изоцентра радиационного пучка без изменения РИП дозиметрической системы. Таким образом, методология определения коэффициентов $BOO_d(r_{lp})_{lasxy}$ аналогична таковой для определения $BOO_d(r_{giso})_{gisoxy}$, представленной в [1]. Суммарное отклонение от точки пересечения центральных осей радиационного пучка вследствие изменения положения лазерных центраторов (r_{lp}) определено по формуле (2). Из выражения (8) определен коэффициент $K_{lasxycal}$, учитывающий влияние на значение ME_{cal} смещения позиций лазерных центраторов по сагиттальной (x) и латеральной (y) осям:

$$K_{lasxycal} = \frac{ME_{cal}}{ME_{lasxy}} = BOO_d(r_{lp})_{lasxy}, \quad (8)$$

где ME_{lasxy} – значение РВ ускорителя при изменении положения лазерных центраторов на вели-

чины x и y по сагиттальной и латеральной осям соответственно.

Выявлено, что отношение значения коэффициентов $BOO_d(r_{lp})_{lasxy}$ и $K_{lasxycal}$ при изменении величины отклонения положения опорной точки измерительного детектора от точки пересечения сагиттальной и латеральной осей радиационного пучка от 0 до 10 мм изменяются от 1 до 1,008 для 6 МэВ и от 1 до 1,009 для 18 МэВ.

Методология определения k_{Qlasz} , F_{lasz} , $K_{SSDlasz}$ аналогична таковой для $K_{SSDgiso}$, k_{Qgiso} , F_{giso} из [1]. Таким образом, изменение положения центраторов по вертикальной оси в диапазоне расстояний от -20 мм до 20 мм приведет к изменению значений $K_{SSDlasz}$ от 1,0406 до 0,9617 и F_{lasz} – от 1,0031 до 0,997 для фотонов 6 и 18 МэВ. k_{Qlasz} в этом случае изменяется от 1,0003 до 0,9997 для фотонов 6 МэВ и от 1,0009 до 0,9991 для 18 МэВ. Из выражения (9) определен коэффициент $K_{laszcal}$, учитывающий влияние на ME_{cal} величины ошибки в положении центраторов по вертикальной оси (z_{lp}):

$$K_{laszcal} = \frac{ME_{cal}}{ME_{lasz}} = \frac{K_{SSDlasz} \times F_{lasz}}{k_{Qlasz}}, \quad (9)$$

где ME_{lasz} – значение РВ ускорителя при смещении положения центраторов на величину z_{lp} перпендикулярно плоскости падения радиационного пучка; $K_{SSDlasz}$ – коэффициент, учитывающий изменение плотности потока пучка фотонов с изменением РИП, вызванного смещением центраторов на z_{lp} ; F_{lasz} – фактор изменения дозы на глубине d при изменении РИП, вызванного смещением центраторов на z_{lp} ; k_{Qlasz} – коэффициент качества радиационного пучка, характеризующий проникающую способность фотонного излучения, вследствие изменения значений ПГД при изменении z_{lp} .

Результаты исследований представлены на рисунках 4 и 5.

Таким образом, ошибка в определении ME_{cal} имеет сложную зависимость от положения центраторов в плоскости падения радиационного пучка и отличается для двух энергий фотонов. Основной вклад в нее вносит коэффициент $BOO_d(r_{lp})_{lasxy}$. Максимальное значение ошибки составило $-0,9$ % для энергии 18 МэВ. Ошибка в ME_{cal} имеет выраженную линейную зависимость от положения центраторов перпендикулярно плоскости падения радиационного пучка и практически не отличается для двух энергий фотонов.

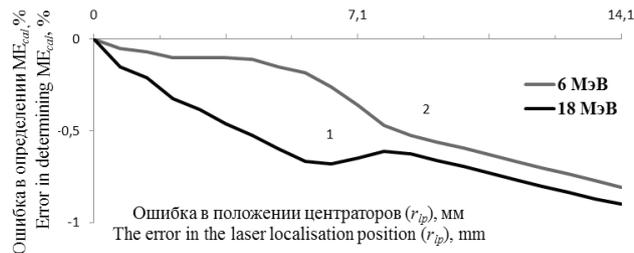


Рисунок 4 – Зависимость ошибки в определении опорного значения дозы линейного ускорителя от ошибки в положении центраторов в плоскости падения радиационного пучка фотонов с энергиями 18 МэВ (1) и 6 МэВ (2)

Figure 4 – The dependence of the error in the determination of the dose reference value on the lasers localization position error in the plane of incidence of the radiation beam for photons with energies of 18 MeV (1) and 6 MeV (2)

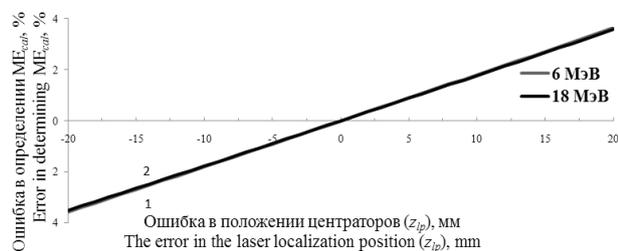


Рисунок 5 – Зависимость ошибки в опорном значении дозы линейного ускорителя от ошибки в положении центраторов в плоскости, перпендикулярной плоскости падения радиационного пучка фотонов с энергиями 18 МэВ (1) и 6 МэВ (2)

Figure 5 – The dependence of the error of the dose reference value on the laser localization position error in the plane perpendicular to the plane of incidence of the beam for photons with energies of 18 MeV (1) and 6 MeV (2)

Основной вклад в нее вносит коэффициент $K_{SSD\,lasz}$. Ее значение изменялось от $-3,57\%$ до $3,64\%$ в диапазоне отклонений положения центраторов по вертикальной оси от -20 мм до 20 мм для фотонов 6 МэВ и от $-3,51\%$ до $3,58\%$ для фотонов 18 МэВ. В случае, если лазерные центраторы не были использованы при установлении положения фантома дозиметрической системы и измерительного детектора при проведении калибровки радиационного выхода ЛУ, то $K_{laszcal}$ и $K_{lasxycal}$ принимаются равными единице.

Точность перемещений деки терапевтического стола

Во время проведения процедуры калибровки РВ ускорителя, согласно методике, изменение позиции терапевтического стола не происходит и

ошибки в определении опорного значения дозы исключены. Коэффициенты K_{txycal} и K_{tzcal} , учитывающие влияние на радиационных выход ЛУ смещения положения терапевтического стола на величины x_{it} , y_{it} и z_{it} по сагиттальной, латеральной и вертикальной осям соответственно, определены из формул:

$$K_{txycal} = \frac{ME_{cal}}{ME_{txcaly}} = 1, \quad (11)$$

где ME_{txcaly} – значение РВ ускорителя при изменении положения терапевтического стола на величины x_{it} и y_{it} ;

$$K_{tzcal} = \frac{ME_{cal}}{ME_{tzcalz}} = 1, \quad (12)$$

где ME_{tzcalz} – значение РВ ускорителя при изменении положения терапевтического стола на величину z_{it} .

Заключение

Разработаны оригинальные методики определения ошибки в полученном при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя опорном значении дозы, возникающей при отклонении характеристик коллиматора, ошибке в показаниях указателя расстояния источник-поверхность, отклонении в положении лазерных центраторов, изменении размеров радиационного поля и отклонении в положении терапевтического стола в процессе проведения процедуры калибровки.

С использованием разработанных методик и результатов проведенных экспериментальных измерений получены зависимости возникающей ошибки от установки нулевого положения коллиматора; девиации изоцентра вращения коллиматора по каждой из осей; показаний светового указателя расстояния источник-поверхность; размеров поля облучения по световому полю для каждой из его сторон; установки вертикального и горизонтального положения лазерных центраторов; перемещений деки терапевтического стола по каждой из осей.

На основании анализа полученных зависимостей показано, что на ошибку в дозе при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя оказывают влияние отклонения от опорного значения указанных ниже характеристик линей-

ного ускорителя, которые приведены в порядке убывания их влияния. В частности, установлено, что ошибка:

– имеет линейную зависимость от показаний оптического указателя расстояния источник-поверхность для случаев отклонений от –20 мм до 20 мм и от отклонений в положении центраторов по вертикальной оси в диапазоне расстояний от источника ионизирующего излучения до изоцентра вращения штатива от 980 мм до 1020 мм, практически не отличается для двух энергий фотонов и составляет от 3,57 % до 3,64 % для 6 МэВ и от –3,51 % до 3,58 % для 18 МэВ;

– линейно зависит от величины ошибки в установке размеров опорного поля при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя из диапазона –20 мм до 20 мм, отличается для двух энергий фотонов и составляет от –1,82% при стороне опорного радиационного поля 120 мм до 2,54 % при стороне опорного радиационного поля 80 мм для 6 МэВ и от –0,68 % при стороне опорного радиационного поля 120 мм до 1,33 % при стороне опорного радиационного поля 80 мм для 18 МэВ;

– имеет сложную зависимость от смещения положения опорной точки детектора от точки пересечения сагиттальной и латеральной осей радиационного пучка, вызванного смещением изоцентра вращения коллиматора либо ошибкой в положении центраторов в плоскости падения радиационного пучка из диапазона от 0 до 15 мм, отличается для двух энергий фотонов и достигает –0,9 % для энергии 18 МэВ;

– не зависит от поворота коллиматора и точности перемещений деки терапевтического стола.

Для проведения комплексной оценки возможности клинического использования линейного ускорителя для облучения пациентов необходимо проведение дальнейших исследований и разработка методик, позволяющих провести анализ влияния дозиметрических параметров его радиационных пучков на ошибку в дозе при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя и непосредственно при облучении пациентов.

Список использованных источников

1. Титович, Е.В. Методика определения ошибки в опорном значении дозы при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя. Часть 1. Зависимость от механических параметров штатива / Е.В. Титович, М.Г. Киселев // Приборы и методы измерений. – 2015. – Т. 6, № 2. – С. 230–238.
2. Determination of Absorbed Dose in a Patient Irradiated by Beams of X or Gamma rays in Radiotherapy Procedures, International Commission On Radiation Units And Measurements. – Washington, D.C: ICRU, 1976. – Rep. 24
3. Тарутин, И.Г. Радиационная защита при медицинском облучении / И.Г. Тарутин. – Минск : Вышэйшая школа, 2005. – 324 с.
4. Mijnheer, B.J. Reply to precision and accuracy in radiotherapy / B.J. Mijnheer // Radiotherapy and Oncology. – 1989. – Vol. 14, No. 2. – P. 163–167.
5. Khan, F.M. The Physics of Radiation Therapy / F.M. Khan // 4th ed. – Philadelphia : Lippincott Williams & Wilkins, 2010. – 531 p.
6. Klein, E.E. Task Group 142 report: quality assurance of medical accelerators / E.E. Klein, J. Hanley, J. Bayouth [et al.] // Medical physics. – 2009. – Vol. 36, No. 9. – P. 4197–212.
7. Swiss Society of Radiobiology and Medical Physics, Quality control of medical electron accelerators. – SSRMP, 2003, recommendation. – No. 11. – P. 1–31.
8. Steenhuijsen, J. EP-1388 Delivery accuracy of treatment plans for dose painting by numbers / J. Steenhuijsen [et al.] // Radiotherapy & Oncology. – 2012. – Vol. 103, Suppl. No. 1. – P. S527.
9. World Health Organization, Quality Assurance in Radiotherapy. – Geneva : WHO, 1988.
10. Тарутин, И.Г. Контроль качества медицинских ускорителей электронов / И.Г. Тарутин, А.Г. Страх, Г.В. Гацкевич // Контроль качества в лучевой терапии и лучевой диагностике : сб. / под ред. Г.В. Гацкевича, И.Г. Тарутина. – Минск : Полипринт, 2009. – С. 31–66.
11. Absorbed dose determination in external beam radiotherapy/ An international Code of Practice for Dosimetry Based on standards of Absorbed dose to Water // IAEA. Technical Report Series. – No. 398. – Vienna, 2000.

Technique of estimation of error in the reference value of the dose during the linear accelerator radiation output calibration procedure. Part 2. Dependence on the characteristics of collimator, optical source-distance indicator, treatment field, lasers and treatment couch

Tsitovich Y.V.¹, Tarutin I.G.¹, Kiselev M.G.²

¹N.N. Alexandrov National Cancer Centre of Belarus, 223040 Lesnoy, Minsk District, Belarus

²Belarusian National Technical University, Nezavisimosty Ave., 65, 220013, Minsk, Belarus

Received 24.12.2015

Accepted for publication 10.03.2016

Abstract. To ensure the safety of radiation oncology patients needed to provide consistent functional characteristics of the medical linear accelerators, which affect the accuracy of dose delivery. To this end, their quality control procedures, which include the calibration of radiation output of the linac, the error in determining the dose reference value during which must not exceed 2 %, is provided. The aim is to develop a methodology for determining the error (difference between a measured value of quantity and its true value) in determining this value, depending on the characteristics of the collimator, the source to surface distance pointer, lasers, radiation field and treatment table. To achieve the objectives have been carried out dosimetric measurements of Trilogy S/N 3567 linac dose distributions, on the basis of which dose errors depending on the accuracy setting the zero position of the collimator, the deviation of the collimator rotation isocenter, the source-surface distance pointer accuracy, field size accuracy, the accuracy of lasers and treatment table positioning were obtained. It was found that the greatest impact on the value of the error has the error in the optical SSD indication and the error in the lasers position in the plane perpendicular to the plane of incidence of the radiation beam (up to 3.64 % for the energy of 6 MV). Dose errors caused by error in the field size were different for two photon energies, and reached 2.54 % for 6 MeV and 1.33% for 18 MeV. Errors caused by the rest of the characteristic do not exceed 1 %. Thus, it is possible to express the results of periodic quality control of these devices integrated in linac in terms of dose and use them to conduct a comprehensive assessment of the possibility of clinical use of a linear accelerator for oncology patients irradiation on the basis of the calibration of radiation output in case of development of techniques that allow to analyze the influence dosimetric characteristics the radiation beam.

Keywords: linear accelerator radiation output calibration, linac's collimator, laser localization, field size, treatment table.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-85-94

Адрес для переписки:

Титович Е.В.

РНПЦ онкологии и медицинской радиологии им. Н.Н. Александрова,
223040, агрогородок Лесной, Минский район, Беларусь
e-mail: e.v.titovich@gmail.com

Address for correspondence:

Tsitovich Y.V.

N.N. Alexandrov National Cancer Centre of Belarus,
223040, Lesnoy, Minsk District, Belarus
e-mail: e.v.titovich@gmail.com

Для цитирования:

Титович Е.В., Тарутин И.Г., Киселев М.Г.

Методика определения ошибки в опорном значении дозы при калибровке радиационного выхода линейного ускорителя. Часть 2. Зависимость от характеристик коллиматора, указателя расстояния источник-поверхность, радиационного поля, лазерных центраторов, терапевтического стола.

Приборы и методы измерений.

2016. – Т. 7, № 1. – С. 85–94.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-85-94

For citation:

Tsitovich Y.V., Tarutin I.G., Kiselev M.G.

[Technique of estimation of error in the reference value of the dose during the linear accelerator radiation output calibration procedure. Part 2. Dependence on the characteristics of collimator, optical source-distance indicator, treatment field, lasers and treatment couch].

Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].

2016, vol. 7, no. 1, pp. 85–94 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-85-94

References

1. Tsitovich Y.V., Kiselev M.G. [Technique of estimate of error in the reference value of the dose during the linear accelerator radiation output calibration procedure. Part 1. Dependence on the mechanical parameters of linac's gantry]. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and Methods of Measurements], 2015, vol. 6, no. 2, pp. 230–238 (in Russian).
2. International Commission On Radiation Units And Measurements. Determination of Absorbed Dose in a Patient Irradiated by Beams of X or Gamma rays in Radiotherapy Procedures. *Washington, D.C.: ICRU*, 1976, rep. 24.
3. Tarutin I.G. *Radiacionnaya zaschita pri medicinskom obluchenii* [Radiation protection during medical irradiation]. Minsk, Vyshejschaya Shkola Publ., 2005, 324 p. (in Russian).
4. Mijnheer, B.J. Reply to precision and accuracy in radiotherapy. *Radiotherapy and Oncology*, 1989, vol. 14, no. 2, pp. 163–167.
5. Khan F.M. *The Physics of Radiation Therapy*. 4th ed. Philadelphia, Lippincott Williams & Wilkins, 2010, 531 p.
6. Klein J., Hanley J., Bayouth E.E. et al. Task Group 142 report: quality assurance of medical accelerators. *Medical physics*, 2009, vol. 36, no. 9, pp. 4197–212.
7. Swiss Society of Radiobiology and Medical Physics, Quality control of medical electron accelerators. SS-RMP, 2003, recommendation no. 11, pp. 1–31.
8. Steenhuijsen J. Delivery accuracy of treatment plans for dose painting by numbers. *Radiotherapy & Oncology*, 2012, vol. 103, suppl. no 1, pp. S527.
9. World Health Organization. Quality Assurance in Radiotherapy. Geneva, WHO, 1988.
10. Tarutin I.G., Gackevich G.V. *Kontrol' kachestva v luchevoj terapii i luchevoj diagnostike* [Quality control of radiation therapy and medical imaging]. Minsk, Polyprint Publ., 2009, pp. 31–66 (in Russian).
11. IAEA. Absorbed dose determination in external beam radiotherapy. An international Code of Practice for Dosimetry Based on Gantrydoses of Absorbed dose to Water. *Technical Report Series*, no. 398, Vienna, 2000.

УДК 006.86+536.626.2

Метрологические характеристики бомбовых калориметров в реальных условиях эксплуатации

Максимук Ю.В.¹, Антонова З.А.¹, Крук В.С.¹, Фесько В.В.¹, Куревич В.Н.¹,
Сыщенко А.Ф.², Васаренко И.В.²

¹НИИ физико-химических проблем Белорусского государственного университета,
ул. Ленинградская, 14, 220030, г. Минск, Беларусь

²Закрытое акцiонерное общество «БМЦ»,
пр. Независимости, 4-154, 220030, г. Минск, Беларусь

Поступила 17.07.2015

Принята к печати 12.04.2016

Наиболее распространенным средством измерения теплоты сгорания топлив являются бомбовые изопериметрические калориметры с водяной оболочкой. Для обеспечения достоверности результатов измерений важна стабильная работа калориметров в реальных условиях. Цель работы – анализ устойчивости параметров калориметров к изменениям окружающей среды. В работе рассмотрено влияние температуры в помещении и условий теплообмена на метрологические характеристики двух моделей калориметров с различными степенями тепловой защиты: В-08МА и БИК 100. Для калориметров В-08МА установлено увеличение энергетического эквивалента на 0,1 % при росте температуры в помещении на каждые 5 °С. Чтобы использовать значение энергетического эквивалента во всем интервале допустимых в лабораториях температур (14–28 °С), следует корректировать величину энергетического эквивалента на 2,8 Дж/°С на каждый 1°С изменения температуры в помещении. Корректировка энергетического эквивалента потребует, если величина поправки превысит пределы допускаемой погрешности его определения. Для калориметра БИК 100 не обнаружено зависимости энергетического эквивалента от температуры в помещении за счет реализации в конструкции термостатируемой крышки калориметра, высокой точности поддержания температуры оболочки и устойчивого теплообмена. Установлено, что среднее квадратичное отклонение константы охлаждения для всех калориметров прямо пропорционально среднеквадратичному отклонению энергетического эквивалента.

Ключевые слова: бомбовый калориметр, энергетический эквивалент, константа охлаждения, поправка на теплообмен.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-95-103

Адрес для переписки:

Максимук Ю.В.
НИИ физико-химических проблем Белорусского государственного университета,
ул. Ленинградская, 14, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: maksimuk@bsu.by

Address for correspondence:

Maksimuk Yu.V.
Research Institute for Physical Chemical Problems of the Belarusian State University
Leningradskaya St., 14, 220030, Minsk, Belarus
e-mail: maksimuk@bsu.by

Для цитирования:

Максимук Ю.В., Антонова З.А., Крук В.С., Фесько В.В.,
Куревич В.Н., Сыщенко А.Ф., Васаренко И.В.
Метрологические характеристики бомбовых калориметров в реальных условиях эксплуатации. Приборы и методы измерений. 2016. – Т. 7, № 1. – С. 95–103.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-95-103

For citation:

Maksimuk Yu.V., Antonava Z.A., Krouk V.S., Fes'ko V.V.,
Kursevich V.N., Syshchanka A.F., Vasarenko I.V.
[Metrological performances of bomb calorimeters at real conditions].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 95–103 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-95-103

Введение

Бомбовые калориметры сжигания предназначены для экспериментального определения теплоты сгорания топлив во всех агрегатных состояниях. Существуют различные типы калориметрического оборудования и варианты его классификации [1, 2]. Виды теплотехнических схем и конструкций бомбовых калориметров 1970–1980-х гг. представлены в [3], метрологические и потребительские характеристики калориметров 1990-х – в [4], 2000-х – [5, 6]. Изопериболический калориметр с водяной оболочкой – самый распространенный тип бомбовых калориметров. Это обусловлено тем, что точный учет теплообмена осуществить проще, чем полностью устранить его, а использование значительного количества воды (например, в *Leco AC-600* 16 дм³) способствует стабильному термостагированию оболочки.

Получение надежных значений энергетического эквивалента W (эффективной теплоемкости калориметрического сосуда) при калибровке калориметра связано, в первую очередь, с техническими возможностями прибора, которые целесообразно оценивать на основании воспроизводимости его метрологических характеристик в зависимости от условий проведения эксперимента и наблюдаемого теплообмена. С другой стороны (ГОСТ Р 8.789-2012), значения W калориметров необходимо проверять по стандартному образцу бензойной кислоты (ГСО 5504-90), что создает основу для получения достоверных результатов при измерениях теплоты сгорания топлив. Поэтому необходимым условием обеспечения достоверности результатов является рассмотрение процессов, влияющих на стабильность работы бомбовых калориметров.

Бомбовые калориметры в соответствии с требованиями стандартов должны работать в комнате, защищенной от воздействия прямых солнечных лучей, в которой отсутствуют установки, интенсивно излучающие тепло (холод) и создающие потоки воздуха. Температура в комнате (T_k) должна поддерживаться в интервале 20–25 °С (ГОСТ Р 8.789), 23–26 °С (*ASTM D 4809*), ± 3 °С от выбранной температуры (*ASTM D 5468*). В международных и европейских стандартах (*ISO 1928*, *EN 14918* и др.) рекомендуется соблюдать требования изготовителей калориметров, изложенные в инструкции по эксплуатации. Так, ЗАО ИНПК «Русские энергетические тех-

нологии» для модели АБК-1В указывает диапазон температуры в комнате 18–28 °С, *IKA Werde GmbH&Co.* (Германия) для всех «водяных» моделей – 20–25 °С, *Leco Corp.* (США) – 13–33 °С для АС 500 и 15–35 °С для АС 600, Алматинский завод «Эталон» для В-08 («НМ» и «К») – 18–25 °С. В идеальном случае T_k должна быть постоянной в течение опыта, дня, года и всего срока эксплуатации калориметра. На практике T_k не всегда соответствует требуемым диапазонам, а ее регулировка может создавать непредсказуемые тепловые потоки. В литературе не приводятся данные о том, насколько изменяются результаты измерений при выходе T_k за требуемые диапазоны.

Целью работы являлось установление зависимости влияния температуры в комнате и условий теплообмена на метрологические характеристики двух бомбовых изопериболических калориметров с различной степенью тепловой защиты в реальных условиях эксплуатации.

Методика эксперимента

Эксперименты проводили на четырех (*A, B, C, D*) бомбовых изопериболических калориметрах (таблица): трех В-08МА («Эталон», Казахстан) [3] и одном БИК 100 (ЗАО «БМЦ», Республика Беларусь) [6], применяемых в качестве средств измерений теплоты сгорания. W калориметров определяли по стандартным образцам бензойной кислоты (*BA*) двух марок с удельной энергией сгорания $Q_{BA} = 26434$ Дж·г⁻¹ для массы навески, приведенной к вакууму: марка К-1 с молярной долей основного компонента $99,995 \pm 0,001$ % и марка К-3 с $99,990 \pm 0,003$ % [7]. БК сжигали в виде спрессованных на воздухе таблеток в платиновых тиглях (*A, D*) или в тиглях из нержавеющей стали (*B, C, D*), помещаемых в калориметрическую бомбу, заполняемую кислородом до давления 3 МПа. Определение массы таблеток БК (m_{BA}) проводили на весах *Mettler Toledo AG245 (A)*, *Ohaus DV215 CD (B)*, *Ohaus AR2140 (C)*, *Sartorius CPA225D (D)*. Перед завинчиванием бомбы в нее добавляли 1 мл дистиллированной воды. В качестве запала использовали металлическую проволоку: платиновую диаметром 0,05 мм (*A, D*) или медную диаметром 0,1 мм (*B, C, D*). Поправка на сгорание медной проволоки (q_1) рассчитывалась на основании массы проволоки и ее удельной теплоты сгорания 2510 Дж·г⁻¹. Для платиновой проволоки эта поправка не учитыва-

лась. Поджиг проводили при одном и том же значении температуры $25,00 \pm 0,01$ °С. Измерение температуры воды в калориметрическом сосуде во всех калориметрах осуществлялось платиновыми термометрами сопротивления. Измеряемые значения сопротивления преобразовывались в значения температуры с разрешающей способностью $0,0001$ °С. В калориметре *D* такой же датчик установлен для измерения температуры оболочки ($T_{об}$). Продолжительность эксперимента составляла 20 мин (*B*, *C*), 25 мин (*D*), 35 мин (*A*), в том числе начальный период и конечный периоды – 5 мин (*B*, *C*, *D*) и 10 мин (*A*) соответственно, а главный период – 12,5 мин (*B*, *C*), 15 мин (*A*, *D*). После сжигания промывные воды калориметрической бомбы оттитровывали 0,1 н раствором КОН для определения поправки на образование азотной кислоты (q_2). Калибровочная серия состояла из шести опытов.

В калориметре *A* для отвода избыточного тепла в рубашку охлаждения оболочки калориметра подавали воду из термостата с температурой $24,5$ °С, в калориметрах *B* и *C* – из водопровода. Предназначение внешнего термостата – быстрое термостатирование оболочки, а также защита от

резких изменений давления и температуры воды в водопроводе. Калориметр *A* модернизирован по сравнению в заводскими *B* и *C* в соответствии с [8], главным образом с целью уменьшения температурной нестабильности оболочки $\delta T_{об}$. Калориметр *D* имел автономную систему охлаждения, для его работы не требовалось подключение к водопроводу или другим устройствам. Технические характеристики калориметров приведены в таблице.

Расчет энергетического эквивалента проводился по формуле:

$$W = \frac{Q_{BA} \cdot m_{BA} + q_1 + q_2}{\Delta T_h},$$

где $\Delta T_h = \Delta T + h$ – исправленный подъем температуры.

Поправка на теплообмен калориметра с окружающей средой h рассчитывалась с использованием классического метода Реньо–Пфаундлера, имеющего хорошую точность и наиболее распространенным [9]. Вклад h в величину энергетического эквивалента составляет, как правило, несколько процентов, но учет этой составляющей повышает точность расчета W приблизительно в 10 раз.

Таблица / Table

Условия калориметрических экспериментов и результаты калибровок калориметров
Conditions of calorimetric experiments and results of calibrations of calorimeters

Калориметр Calorimeter	В-08МА (А)	В-08МА (В)	В-08МА (С)	БИК 100 (D)		
$T_{об}$, °С	27,0	27,5	27,5	26,2		
$\delta T_{об}$, °С	$\pm 0,02$	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,005$		
$m_{воды}$, г	3052	3057	3077	1938		
$m_{сосуда}$, г	8000	8080	8000	5450		
$\delta m_{сосуда}$, г	$\pm 0,05$	$\pm 0,1$	$\pm 0,1$	$\pm 0,1$		
$V_{бомбы}$, см ³	320	321	316	260		
марка БК	К-1	К-3	К-3	К-1	К-1; К-3	
m_{BA} , г	$0,5 \div 0,6$	$1,00 \div 1,01$	$0,99 \div 1,01$	$0,50 \div 0,51$	$0,99 \div 1,01$	
δm_{BA} , мг	$\pm 0,01$	$\pm 0,1$	$\pm 0,1$	$\pm 0,01$	$\pm 0,01; \pm 0,1$	
ΔT_h , °С	$0,96 \div 1,12$	$1,76 \div 1,79$	$1,72 \div 1,78$	$1,29 \div 1,31$	$2,57 \div 2,62$	
h , °С	$-0,037$	$-0,031$	$-0,021$	$-0,038$	$+0,011$	$+0,064$
СКО (h), °С	0,014	0,004	0,004	0,011	0,001	0,005
$K \times 10^3$, 30 с ⁻¹	1,11	1,12	1,11	1,05	1,48	1,41
СКО (K), %	2,9	3,2	5,4	8,7	2,3	2,5
W , Дж·°С ⁻¹	14944	14997	15023	15116	10250	10240
СКО (W), %	0,07	0,05	0,06	0,09	0,03	0,03
T_k , °С	$14 \div 27$	$18 \div 23$	$18 \div 23$	$18 \div 28$	$22 \div 29$	$17 \div 29$

Результаты и их обсуждение

В качестве критериев для анализа стабильности работы калориметров использовали постоянство значений энергетического эквивалента и среднее квадратичное отклонение случайной составляющей погрешности определения энергетического эквивалента СКО (W). Это связано с тем, что погрешность определения W вносит основной вклад в погрешность определения теплоты сгорания топлив при проведении испытаний в тех же условиях, что и калибровки. Изменения W в зависимости от T_k и константы охлаждения калориметра (K) приведены на рисунке 1 и рисунке 2 соответственно.

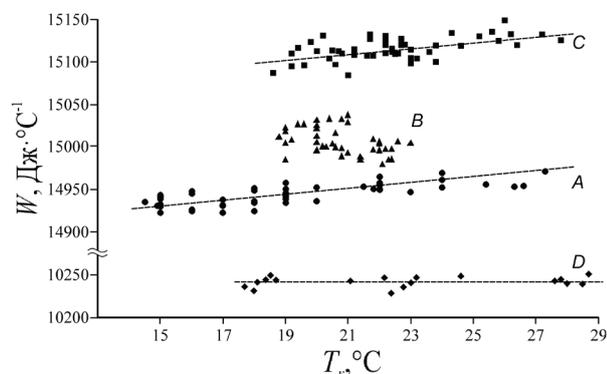


Рисунок 1 – Значения энергетических эквивалентов W калориметров A, B, C, D при температуре окружающей среды T_k

Figure 1 – Values of effective heat capacity (W) of calorimeters A, B, C, D at room temperature (T_k)

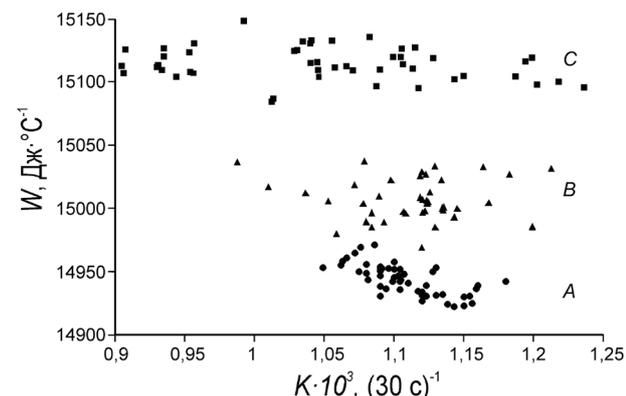


Рисунок 2 – Нестабильность константы охлаждения K калориметров $A(\bullet), B(\blacktriangle), C(\blacksquare)$

Figure 2 – Variation of cooling constant K for calorimeters $A(\bullet), B(\blacktriangle), C(\blacksquare)$

Величина W калориметров обусловлена главным образом количеством воды в калори-

метрическом сосуде ($m_{\text{воды}}$), поэтому значения W калориметров закономерно возрастают в ряду $D-A-B-C$ (таблица). Практика свидетельствует, что калориметры В-08МА обеспечивают примерное постоянство значений W в течение 10-летнего срока их эксплуатации при одинаковых заданных режимах их работы и при отсутствии механических изменений в сосуде, влияющих на тепловыделение. Использование различных тиглей, варьирование m_{BA} в пределах 30 %, незначительное (до 2 г) изменение $m_{\text{воды}}$ при сохранении неизменной общей массы сосуда $m_{\text{сосуда}}$ не приводит к заметному изменению значений W . Это означает, что вклад теплообмена h в величину W превышает вклад теплоемкости, вызванный этими изменениями.

Величина СКО(W) – результат совокупного влияния погрешностей определения $Q_{BA}, \Delta T_h, m_{BA}$. Для калориметра A по сравнению с B и C снижение почти в 2 раза величины ΔT_h за счет сжигания в 2 раза меньшей m_{BK} должно приводить к увеличению СКО(W), но оно компенсируется использованием более чистой БК марки К-1 с погрешностью определения удельной энергии сгорания бензойной кислоты ($\pm 0,6$ Дж/г) вместо К-3 с погрешностью Q_{BA} (± 5 Дж/г) и увеличением точности взвешивания БК (δm_{BA}) в 10 раз и калориметрического сосуда ($\delta m_{\text{сосуда}}$) в 2 раза (таблица). При испытаниях топлив взвешивание производится с дискретностью 0,1 мг и для калибровки используется БК марки К-3, поэтому данные калориметра A независимо от других параметров позволили рассмотреть влияние T_k на метрологические характеристики прибора.

В интервале от 19 до 24 °С значения W для калориметров В-08МА сохраняются постоянными в пределах 0,1 %. Расхождения значений W , полученных в калибровочных сериях при температурах, отличающихся между собой более чем на 5 °С, превышают 0,1 %:

для калориметра A :

$$W = 14938,6 \pm 5,6 \text{ Дж/}^\circ\text{С при } T_k = 15,0 \pm 0,4 \text{ }^\circ\text{С};$$

$$W = 14954,2 \pm 5,6 \text{ Дж/}^\circ\text{С при } T_k = 22,8 \pm 1,3 \text{ }^\circ\text{С};$$

для калориметра C :

$$W = 15102,7 \pm 8,6 \text{ Дж/}^\circ\text{С при } T_k = 20,0 \pm 1,0 \text{ }^\circ\text{С};$$

$$W = 15127,7 \pm 5,3 \text{ Дж/}^\circ\text{С при } T_k = 26,4 \pm 1,0 \text{ }^\circ\text{С}.$$

Увеличение W для калориметров В-08МА при повышении T_k в интервале 14–28 °С (рисунок 2) описывается линейной зависимостью:

$$W = (2,6 \pm 0,3) \cdot T_k + (14895 \pm 6) \text{ для калориметра } A;$$

$$W = (3,3 \pm 0,7) \cdot T_k + (15040 \pm 16) \text{ для калориметра } C.$$

Значения коэффициентов уравнений при T_k одинаковы в пределах погрешности их определения, что свидетельствует о возможности корректировки величины W для всех калориметров данной конструкции. Величина корректировки – средневзвешенное значение коэффициентов – $(2,8 \pm 0,5)$ на каждый 1°C изменения T_k . Корректировка W потребуется, если величина поправки превысит величину СКО (W). Появление зависимости энергетического эквивалента от температуры в комнате связано, на наш взгляд, с наличием внешнего теплообмена калориметра с окружающей средой, который для калориметров В-08МА осуществляется главным образом через крышку калориметра. С ростом T_k увеличивается вклад поправки на теплообмен калориметра с окружающей средой (h), увеличивается доля тепловых потерь и соответственно возрастает величина W . Естественно, чем меньше значение ΔT при сжигании меньших навесок БК, тем большее влияние оказывает теплообмен и соответственно T_k на величину W . Учет зависимости энергетического эквивалента от температуры в комнате обеспечит сохранение метрологических характеристик калориметров В-08МА во всем интервале используемых в лаборатории температур.

Кроме того, изменение T_k при проведении калибровочных серий на 4°C и более для калориметров А и С приводит к увеличению погрешности определения h и W от 20 до 50 %. В случае проведения эксперимента с «участием солнечных лучей» величина СКО (W) для калориметра А увеличивалась в 2 раза по сравнению с допустимыми значениями. Практика эксплуатации бомбовых изопериболических калориметров АС 500 и АС 600 (*Leco Corp.*) показывает, что влияние солнечного света, сквозняка, работы кондиционера, резкой смены температуры во время опыта может приводить к расхождению в значениях теплоты сгорания топлив до $200 \text{ Дж}\cdot\text{г}^{-1}$. Теплота сгорания – главный показатель качества котельного топлива, который служит основным критерием формирования его стоимости. С учетом больших объемов используемого топлива экономические потери, связанные с такими «неточностями» определения значений теплоты сгорания, могут быть значительными.

Для точных измерений в изопериболическом режиме и сохранения метрологических характеристик калориметров при эксплуатации в реальных условиях необходимо свести к минимуму возможные потери тепла и добиться того, чтобы

они воспроизводимо зависели от разности температур во всем интервале T_k . Это возможно осуществить за счет технических решений в конструкции калориметра, например, как это реализовано в БИК 100 (рисунок 3).

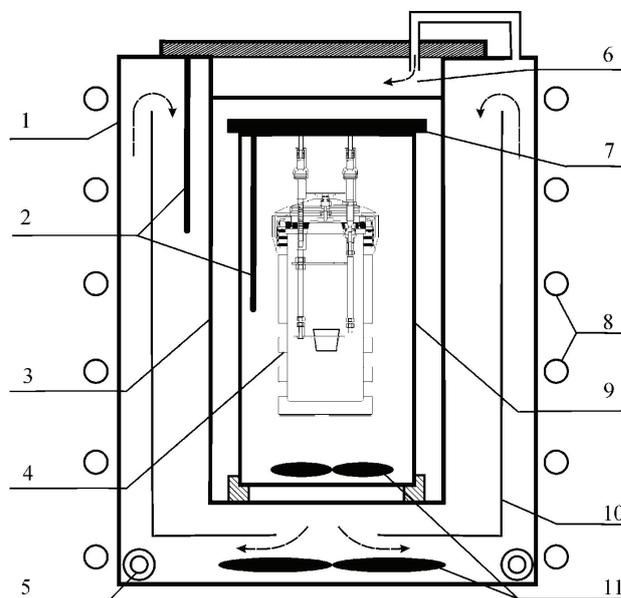


Рисунок 3 – Принципиальная схема бомбового калориметра БИК 100: 1 – внешний цилиндр; 2 – термометры сопротивления для измерения температуры; 3 – внутренний цилиндр; 4 – калориметрическая бомба; 5 – нагреватель оболочки; 6 – крышка калориметра; 7 – крышка сосуда; 8 – охладитель; 9 – сосуд; 10 – цилиндр для перелива; 11 – магнитные мешалки

Figure 3 – Schematic circuit of bomb calorimeter BIC 100: 1 – external cylinder; 2 – thermometers of resistance for temperature measurement; 3 – internal cylinder; 4 – calorimetric bomb; 5 – heater; 6 – calorimeter cover; 7 – vessel cover; 8 – cooler; 9 – vessel; 10 – overflow cylinder; 11 – magnetic stirrers

В калориметре D изотермическую оболочку, заполняемую 10 дм^3 дистиллированной воды, образуют внешний (1) и внутренний (3) цилиндры. Между этими цилиндрами расположен цилиндр для перелива (10), имеющий в центре дна отверстие. Направление движения воды в оболочке задается вращением лопастей нижней магнитной мешалки (11). Движение воды снизу вверх с внешней стороны цилиндра перелива (10) и в обратную сторону по его внутренней стороне (стрелки на рисунке 3) приводит к возникновению эффекта перелива, что обеспечивает дополнительную стабилизацию температуры оболочки $\delta T_{об}$ до $0,005^\circ\text{C}$, которая значительно лучше аналогичного значения для калориметров В-08МА (таблица). Вокруг внеш-

него цилиндра (1) намотан охладитель (медная трубка) (8). Калориметрический сосуд (9) полностью окружен термостатируемой оболочкой, поскольку в крышку калориметра (6) поступает вода из оболочки. Это приводит к исчезновению зависимости W от T_k и стабильному теплообмену, при котором величина СКО (h) не превышает тысячных $^{\circ}\text{C}$. В отдельной серии опытов при конструировании калориметра D установлено, что использование термостатируемой крышки вместо обычной снижает величину СКО (W) в калибровочной серии минимум на 30 %. Кроме того, в калориметре D выполнена тепловая изоляция крышки калориметрического сосуда (7) толстым слоем органического стекла, поскольку более половины тепла, выделяющегося при сгорании образца, проходит через верхнюю поверхность калориметрической бомбы [10]. Конструкционные особенности калориметра БИК 100 обеспечивают более низкие значения СКО (W) по сравнению с В-08 МА во всем интервале лабораторных температур (таблица).

Наблюдения при проведении калориметрических измерений свидетельствуют о том, что СКО (W) может изменяться в зависимости от условий подготовки эксперимента. Например, если отдельные части сосуда перед экспериментом охлаждались (нагревались) отдельно, то в процессе калориметрического опыта эта тепловая нескомпенсированность приводит к внутреннему теплообмену и заметному увеличению СКО (W). В случае необходимости быстрого охлаждения калориметрического сосуда наиболее оптимальным вариантом является охлаждение в нем воды, например кратковременным внесением полимерного контейнера со льдом.

В работе [11] показано, что вклад погрешности определения константы охлаждения (K) в погрешность исправленного подъема температуры (ΔT_h) составляет не менее 65 %. Критерием стабильности работы бомбовых изопериболических калориметров является степень постоянства K , величина которой представляет собой изменение температуры калориметра за 30 с (интервал времени между измерениями температур) при разности температур в 1°C . Так, увеличение в ряду калориметров A – B – C интервала варьирования K от $0,12 \cdot 10^{-3}$ (A) до $0,33 \cdot 10^{-3}$ (C) соответственно увеличивает значения СКО (W) (рисунок 2). То есть для калориметров B , C и D наблюдается корреляция значений СКО (K) со значениями СКО (W), представленными в таблице. Отсутствие этой

корреляции для калориметра A обусловлено преобладанием в СКО (W) вклада, обусловленного влиянием T_k на энергетический эквивалент (W).

Заключение

Установлено, что значение энергетического эквивалента для калориметров без термостатируемой крышки, например В-08МА, увеличивается с ростом температуры в помещении примерно на 0,1 % на каждые 5°C . Для использования энергетического эквивалента во всем интервале допустимых в лабораториях температур от 14 до 28°C следует корректировать его величину на $2,8$ Дж/ $^{\circ}\text{C}$ на каждый 1°C . Корректировка энергетического эквивалента требуется, если величина поправки превышает пределы допускаемой погрешности его определения.

Показано, что бомбовые изопериболические калориметры, имеющие более высокую степень тепловой защиты калориметрического сосуда за счет использования термостатируемой крышки и низкой нестабильности температуры оболочки, например БИК 100, более устойчивы к изменению температур окружающей среды.

Значения среднеквадратичного отклонения константы охлаждения прямо пропорциональны значениям среднеквадратичных отклонений энергетических эквивалентов бомбовых калориметров.

Список использованных источников

1. Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry. Vol. 5. Recent Advances, Techniques and Applications / M.E. Brown and P.K. Gallagher editors. – Elsevier, 2008. – 754 p.
2. Zielenkiewicz, W. Towards classification of calorimeters // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2008. – Vol. 91, No. 2. – P. 663–671.
3. Воробьев, Л.И. Бомбовые калориметры для определения теплоты сгорания топлива / Л.П. Воробьев, Т.Г. Грищенко, Л.В. Декуша // Инженерно-физический журнал. – 1997. – Т. 70, № 5. – С. 828–839.
4. Корчагина, Е.Н. Современное состояние и тенденции развития калориметрии сжигания // Измерительная техника. – 1998. – № 11. – С. 49–54.
5. Корчагина, Е.Н. Сравнительный анализ технических и метрологических характеристик бомбовых калориметров, применяемых в России / Е.Н. Корчагина, Е.В. Ермакова, В.И. Беляков // Измерительная техника. – 2011. – № 2. – С. 51–57.
6. Максимук, Ю.В. Метрологическое обеспечение измерений теплоты сгорания твердых и жидких топлив / Ю.В. Максимук, В.В. Фесько. И.В. Васарен-

ко, В.Г. Дубовик // Приборы и методы измерений. – 2014. – № 2. – С. 67–72.

7. Корчагина, Е.Г. Исследование метрологических характеристик эталонных бензойных кислот марок К-1 и К-3 // Измерительная техника. – 2001. – № 11. – С. 44–47.

8. Френкель, М.Л. Автоматизированный комплекс для определения энтальпий сгорания веществ / М.Л. Френкель, Г.В. Калер, В.В. Самирский, Г.Я. Кабо // Журнал физической химии. – 1989. – Т. 63, No. 8. – С. 2277–2279.

9. Haloua, F. Uncertainty analysis of theoretical methods for adiabatic temperature rise determination in calorim-

etry / F. Haloua, B. Nay, E. Foulon // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2013. – Vol. 111. – P. 985–994.

10. Воробьев, Л.И. О пространственной неравномерности тепловых полей в кондуктивном бомбовом калориметре / Л.И. Воробьев, Т.Г. Грищенко, Л.В. Декуша // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2002. – Т. 8, № 1. – С. 113–119.

11. Hässelbarth, W. Uncertainty evaluation for the adiabatic temperature rise in isoperibol calorimetry / W. Hässelbarth, J. Rauch, S.M. Sarge // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2012. – Vol. 109. – P. 1597–1617.

Metrological performances of bomb calorimeters at real conditions

Maksimuk Yu.V.¹, Antonava Z.A.¹, Krouk V.S.¹, Fes'ko V.V.¹, Kursevich V.N.¹,
Syshchanka A.F.², Vasarenko I.V.²

¹Research Institute for Physical Chemical Problems of the Belarusian State University,
Leningradskaya St., 14, 220030, Minsk, Belarus,

²JSC «BMC»,
Nezavisimosti Ave., 4-154, 220030, Minsk, Belarus

Received 17.07.2015

Accepted for publication 12.04.2016

Abstract. The high-usage measurement equipment for heat of combustion of organic fuels are bomb isoperibol calorimeters with a water thermostat. The stability of work of calorimeters at real conditions is important for maintenance of reliability of measurement results. The article purpose – the analysis of stability for parameters of calorimeters to environment changes. In this work influence room temperature (T_k) and heat exchange conditions on metrological characteristics of two models of calorimeters is considered with different degree of thermal protection: V-08MA and BIC 100. For calorimeters V-08MA the increase in a effective heat capacity (W) on 0,1 % by growth of T_k on everyone 5 °C is established. To use value W in all interval laboratory temperatures $T_k = 14–28$ °C it is necessary to correct W on 2,8 J/°C on everyone 1 °C changes of T_k . Updating W is required, if the correction exceeds error in determination W . For calorimeter BIC 100 it is not revealed dependences W from T_k . BIC 100 have constant-temperature cap, high stability a temperature in thermostat and stabilized heat exchange. It is established that an standard deviation of cooling constant for all calorimeters in direct proportional to standard deviation W .

Keywords: bomb calorimeter, effective heat capacity, cooling constant, heat leak correction.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-95-103

Адрес для переписки:

Максимук Ю.В.
НИИ физико-химических проблем Белорусского государственного
университета,
ул. Ленинградская, 14, 220030, г. Минск, Беларусь
e-mail: maksimuk@bsu.by

Address for correspondence:

Maksimuk Yu.V.
Research Institute for Physical Chemical Problems of the Belarusian
State University
Leningradskaya St., 14, 220030, Minsk, Belarus
e-mail: maksimuk@bsu.by

Для цитирования:

Максимук Ю.В., Антонова З.А., Крук В.С., Фесько В.В.,
Курсевич В.Н., Сыщенко А.Ф., Васаренко И.В.
Метрологические характеристики бомбовых калориметров в
реальных условиях эксплуатации.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 95–103.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-95-103

For citation:

Maksimuk Yu.V., Antonava Z.A., Krouk V.S., Fes'ko V.V.,
Kursevich V.N., Syshchanka A.F., Vasarenko I.V.
[Metrological performances of bomb calorimeters at real conditions].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 95–103 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-95-103

References

1. M.E. Brown and P.K. Gallagher editors Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry. Vol. 5. Recent Advances, Techniques and Applications, Elsevier, 2008, 754 p.
2. Zielenkiewicz W. Towards classification of calorimeters. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2008, vol. 91, no. 2, pp. 663–671.
3. Vorob'yov L.I., Grishchenko T.G., Dekusha L.V. Review bomb calorimeters for determination of the specific combustion heat of fuels. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 1997, vol. 70, no. 5, pp 829–839.
4. Korchagina E.N. Present state and trends in the development of combustion calorimetry. *Measurement Techniques*, 1998, vol. 41, no. 11, pp. 1057–1064.
5. Korchagina E.N., Ermakova E.V., Belyakov V.I. A comparative analysis of the technical and metrological characteristics of bomb calorimeters used in Russia. *Measurement Techniques*, 2011, vol. 54, no. 2, pp. 186–193.
6. Maksimuk Yu.V., Fes'ko V.V., Vasarenko I.V., Dubovik V.G. [Metrological provision for measurements of calorific value of solid and liquid fuels]. *Pribory i metody izmerenij* [Devices and Methods of Measurements], 2014, no. 2, pp. 67–72 (in Russian).
7. Korchagina E.N. Metrological characteristics of K-1 and K-3 reference benzoic acids. *Measurement Techniques*, 2001, vol. 44, no. 11, pp. 1138–1142.
8. Frenkel M.L., Kaler G.V., Simirsky V.V., Kabo G.J. [Automatized equipment for measurements of enthalpies of combustion compounds]. *Zhurnal fizicheskoy khimii* [Journal Physical Chemistry], 1989, vol. 63, no. 8, pp. 2277–2279 (in Russian).
9. Haloua F., Hay B., Foulon E. Uncertainty analysis of theoretical methods for adiabatic temperature rise determination in calorimetry. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2013, vol. 111, pp. 985–994.
10. Vorobyev L.I., Grischenko T.G., Dekusha L.V. [To space irregularity of heat patterns in conductive bomb calorimeter]. *Vestnik Tambovskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2002, vol. 8, no. 1, pp. 113–119 (in Russian).
11. Hässelbarth W., Rauch J., Sarge S.M. Uncertainty evaluation for the adiabatic temperature rise in isoperibol calorimetry. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2012, vol. 109, pp. 1597–1617.

УДК 535.243+663.2

Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для идентификации вин с географическим наименованием происхождения

Ходасевич М.А.¹, Скорбанова Е.А.², Обадэ Л.И.², Дегтярь Н.Ф.², Камбур Е.И.², Роговая М.В.¹

¹Институт физики НАН Беларуси,
пр. Независимости, 68, 220072, г. Минск, Беларусь

²Научно-практический институт плодоводства, виноградарства и пищевых технологий АН Молдовы,
ул. Виерул, 59, 2070, муниц. Кишинев, п.г.т. Кодру, Молдова

Поступила 16.03.2016

Принята к печати 26.04.2016

Проведено моделирование физико-химических характеристик молодых некупажированных сортовых молдавских вин урожая 2014 г. с помощью проекции на латентные структуры спектров пропускания в диапазоне 220–2500 нм. Достигнутая погрешность регрессионного определения параметров является приемлемой для целей практического применения (от 5 % для спиртуозности до 30 % для содержания винной кислоты в красных винах). Показана возможность решения задачи подтверждения общности географического наименования вин (*IGP – Indication Géographique Protégée*) с помощью проведения многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания.

Ключевые слова: многопараметрический анализ, спектр пропускания, проекция на латентные структуры, защищенное географическое наименование вин.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

Адрес для переписки:

Ходасевич М.А.
Институт физики НАН Беларуси,
пр. Независимости, 68, 220072, г. Минск, Беларусь
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Address for correspondence:

Khodasevich M.
Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosti Ave., 68, 220072, Minsk Belarus
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Для цитирования:

Ходасевич М.А., Скорбанова Е.А., Обадэ Л.И., Дегтярь Н.Ф., Камбур Е.И., Роговая М.В.
Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для идентификации вин с географическим наименованием происхождения.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 104–113.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

For citation:

Khodasevich M., Scorbanov E., Obade L., Degtyar N., Cambur E., Rogovaya M.
[Application of multivariate analysis of transmission spectra to identify wines with protected geographical indication (IGP)].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 104–113 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

Введение

Вино является важным продуктом, играющим большую роль в экономике стран-производителей. Коммерческая ценность вина определяется не только его химическими [1] и органолептическими характеристиками, но и географическим наименованием. Успешное применение принятых схем классификации в соответствии с географическим происхождением существенно повышает цену продуктов, ассоциирующихся с определенной страной или регионом и имеющих устойчивую репутацию [2]. А определение содержания таких элементов, как As, Cd, Cr, Hg и Pb, важно с точки зрения их потенциальной опасности для здоровья человека [3].

По величине концентрации в вине все элементы можно условно разделить на основные (Ca, K, Na, Mg – от 10 до 1000 мг/л), неосновные (Al, Fe, Cu, Mn, Rb, Sr и Zn – от 100 мкг/л до 10 мг/л) и следовые (Ba, Cd, Co, Cr, Li, Ni, Pb и V – от 0,1 мкг/л до 1 мг/л в зависимости от сорта вина) [4].

Вина установленного географического наименования характеризуются определенным элементным составом, для определения которого могут использоваться следующие методы: атомная абсорбционная спектроскопия с источниками непрерывного спектра, атомно-эмиссионная спектроскопия с возбуждением лазерным излучением, индуктивно-связанной плазмой или пламенем, спектроскопия комбинационного рассеяния света, масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, высокоэффективная хроматография без/с масс-спектрометрией и др. При этом в качестве определяемого классификационного набора элементов могут использоваться как наиболее полный набор [1], так и небольшое количество следовых элементов [5].

Одна из частных задач проведения классификации вина – доказательство правильности выбора границ региона для установления географического наименования вина. Решение этой задачи актуально для винодельческой промышленности Республики Молдова. В качестве испытуемых образцов были выбраны молодые сортовые вина урожая 2014 г. Отсутствие выдержки и купажирования требуется для устранения влияния экзогенных источников, связанных с особенностями технологического процесса, на состав химических элементов и характеристики вина. При исследованиях молодых сортовых вин практически единственным путем попадания химических элементов в вино яв-

ляются эндогенные источники, при этом состав винограда определяется в первую очередь почвами, на которых произрастают виноградники [4]. Объем выборки вин составлял 38 образцов (21 красное и 17 белых) *Chardonnay*, *Sauvignon*, *Cabernet Sauvignon* и *Merlot* производителей ассоциации вин IGP на юге республики «*Valul lui Traian*».

Физико-химические параметры выборки вин

Для создания массива данных, характеризующих физико-химический состав вин, были произведены перечисленные ниже анализы. Содержание металлов K, Na, Ca и Mg определялось на атомно-абсорбционном спектрофотометре *VARIO6*. Концентрации глицерина и 2,3-бутиленгликоля измерялись с помощью газо-жидкостного хроматографа HP 4890D с пламенно-ионизационным детектором. Наличие нелетучих органических кислот (щавелевой, винной, яблочной, лимонной, молочной и янтарной) определяли с использованием системы капиллярного электрофореза Капель 105М. Электропроводность и концентрацию общих растворимых солей измеряли на кондуктометре *Metler-Toledo*, содержание золы и общих фенолов – по методикам, рекомендованным *O.I.V.* (*International Organisation of Vine and Wine*).

Для определения качества выборки вин массив измеренных физико-химических характеристик был проанализирован с помощью метода главных компонент [6].

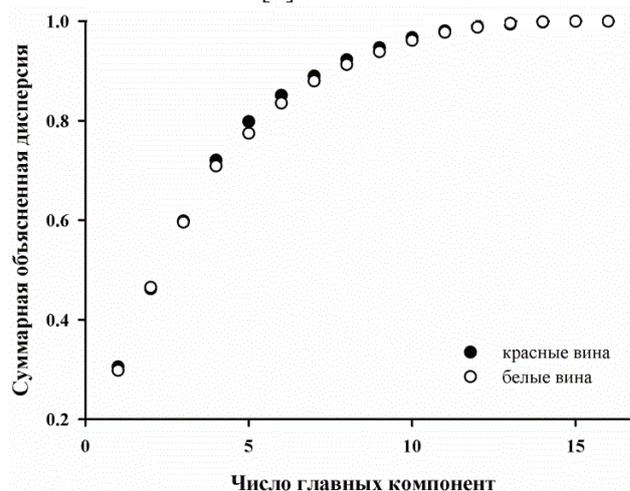


Рисунок 1 – Суммарная объясненная дисперсия в наборе физико-химических параметров красных и белых вин, обработанном методом главных компонент

Figure 1 – The total explained variance in the set of physical and chemical parameters of red and white wines, processed by principal component analysis

На рисунке 1 представлена суммарная объясненная дисперсия в зависимости от числа главных компонент. Несмотря на сравнительно малое количество образцов, видно, что значимый вклад в дисперсию вносят около 10 параметров, описывающих разнообразие исследуемой выборки.

Калибровка спектрофотометра *Shimadzu* 3101

Для проведения измерений спектров пропускания образцов молдавских вин использовался спектрофотометр *Shimadzu* 3101 (спектральный диапазон 190–3200 нм). Калибровка спектрофотометра была проведена в УФ- и видимом диапазонах с помощью эталонного фильтра из дидимиума. Показано, что погрешность по длине волны не превышает 0,2 нм, а амплитудная погрешность спектрофотометра не превышает 1,1 %.

Для калибровки спектрофотометра в ИК-диапазоне был использован толуол, измеренный спектр оптической плотности которого приведен на рисунке 2. Сравнение измеренных и литературных данных [7] показало, что в спектральной области 1,0–2,5 мкм (10000–4000 см⁻¹) погрешность определения величины длины волны не превышает 3 см⁻¹ (0,3 нм) вблизи 1 мкм и 4 см⁻¹ (1,6 нм) вблизи 2 мкм.

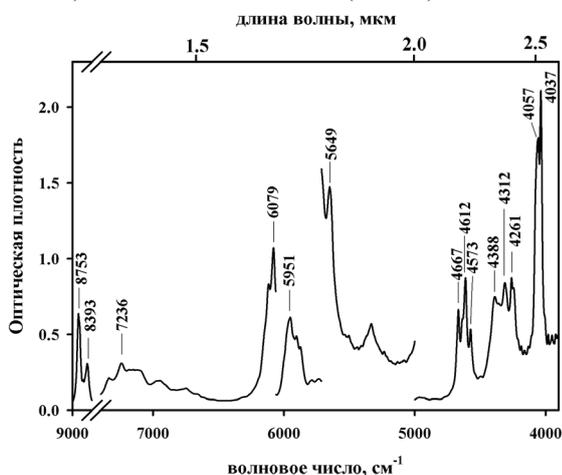


Рисунок 2 – Оптическая плотность толуола, зарегистрированная на спектрофотометре *Shimadzu* 3101

Figure 2 – The optical density of toluene recorded with spectrophotometer *Shimadzu* 3101

Методика измерения спектров пропускания вин

На основе зарегистрированных обзорных (190–2600 нм) спектров пропускания типичных образцов молдавских красного и белого вин пред-

ложена следующая методика измерения спектров исследуемых вин.

Спектральный диапазон, в котором пропускание красного вина отлично от 0 (290–2500 нм), разделяется на три поддиапазона: первый – от 290 до 620 нм, второй – от 620 до 1320 нм, третий – от 1320 до 2500 нм. В первом и третьем поддиапазонах используется кварцевая кювета толщиной 1 мм, во втором – 10 мм. Ширина щели и шаг сканирования в первом и втором поддиапазонах 1 нм и 0,5 нм, в третьем – 2 нм и 1 нм.

Спектральный диапазон, в котором пропускание белого вина отлично от 0 (220–2500 нм), разделяется также на три поддиапазона: первый – от 220 до 380 нм, второй – от 380 до 1320 нм, третий – от 1320 до 2500 нм. Остальные параметры аналогичны случаю красного вина.

В соответствии с изложенной методикой были зарегистрированы спектры пропускания 38 отобранных образцов проб молдавских вин урожая 2014 г. В каждом спектральном диапазоне данные были сглажены фильтром Савицкого–Голея полиномом 3-й степени по 9 точкам, потом «сшиты» вместе с удалением повторяющихся спектральных точек на коротковолновом краю поддиапазонов. Каждый исследуемый образец характеризуется 3241 спектральным отсчетом или переменной, т.е. может быть представлен уникальной точкой в 3241-мерном пространстве. Для выявления информации, содержащейся в двух массивах спектральной информации размерами 17-на-3241 (белые вина) и 21-на-3421 (красные вина), будут применены такие методы многопараметрического анализа, как проекция на латентные структуры [8] и метод главных компонент [6]. Ранее эти методы использовались нами для определения оригинальности выдержанных винных дистиллятов и идентификации дивинов [9, 10].

Применение проекции на латентные структуры к спектрам пропускания для определения физико-химических параметров вин

Проекция на латентные структуры (*PLS – projection latent structures*) [8] – билинейный статистический метод, одновременно проецирующий предикторы (матрица спектров пропускания) и отклик (столбец – искомый физический или химический параметр) в новое маломерное пространство латентных переменных. Для правильного построения модели предикторы и от-

клики должны быть разделены на достаточно репрезентативные обучающую и проверочную выборки. По обучающей выборке строится модель, а проверочная используется для определения погрешностей модели. *PLS* регрессия показывает хорошие результаты в случае, когда матрица предикторов мультиколлинеарна (результаты измерений на разных длинах волн коррелируют друг с другом) и количество образцов значительно уступает количеству спектральных отсчетов.

Проиллюстрируем полученные с помощью *PLS* результаты на примере определения содержания фенольных соединений. 16 образцов красных вин были отобраны в обучающую выборку и 4 – в проверочную. Образцы как в обучающей, так и в проверочной выборках должны характеризоваться значениями параметра, достаточно равномерно распределенными по всему диапазону его изменений. Кроме того, при возможности следует избегать образцов с повторяющимися значениями параметра, особенно в обучающей выборке. После разделения образцов на обучающую и проверочную выборки по графику зависимости коэффициента R^2 от количества латентных структур определяется их оптимальное число.

Здесь $R^2 = 1 - \frac{\sum (y - y_{fitted})^2}{\sum (y - \bar{y})^2}$ применяется в

пакете *MatLab* и характеризует качество регрессии, y и \bar{y} – измеренный параметр и его среднее по выборке значение, y_{fitted} – предсказанная с помощью проекции величина параметра. Коэффициент R^2 является разностью 1 и обычно используемого корреляционного коэффициента Пирсона [11]. Поэтому хорошая корреляция, характеризующаяся близостью коэффициента корреляции к 1, будет наблюдаться при малых значениях коэффициента R^2 . В обучающей выборке с увеличением числа латентных структур коэффициент R^2 монотонно уменьшается. Для проверочной выборки при переопределении модели R^2 будет расти. Поэтому оптимальное количество латентных структур следует выбирать близким к перегибу зависимости R^2 для проверочной выборки. На рисунке 3 показаны зависимости R^2 для обучающей и проверочной выборок при определении корреляционной зависимости содержания фенольных соединений в исследуемых красных винах и их спектров пропускания.

В рассматриваемом случае производить моделирование следует с помощью 6 латентных

структур. Традиционным представлением результатов моделирования с помощью *PLS* является график зависимости предсказанной величины параметра от измеренного значения для обеих выборок одновременно.

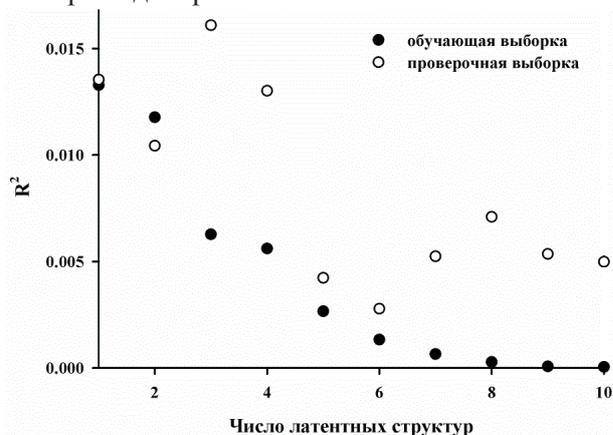


Рисунок 3 – Зависимость коэффициента R^2 от количества латентных структур для обучающей и проверочной выборок при регрессионном определении содержания фенольных соединений по спектрам пропускания

Figure 3 – Dependence of the factor R^2 on the number of latent structures for learning and test set for regression determining the content of phenolic compounds on the transmission spectra

С точки зрения определения точности моделирования более информативным является зависимость относительной ошибки предсказанных величин параметра для всех исследуемых образцов. Оба графика для содержания фенольных соединений в красных винах представлены на рисунке 4.

Видно, что содержание фенольных соединений в красных винах по измеренным спектрам пропускания можно определить с точностью не хуже 9 %. Следует обратить внимание на образцы с одинаковым показателем, которые ухудшают качество регрессионного определения характеристик исследуемых объектов.

Проведенное аналогичным образом моделирование остальных физико-химических характеристик (см. таблицу) показало, что для целей практического применения погрешность регрессионного определения параметров вин с помощью спектроскопии УФ-, видимого и ближнего ИК-диапазонов спектра является приемлемой.

Также можно сделать вывод о влиянии размера и качества выборки вин на погрешность регрессионного определения параметров.

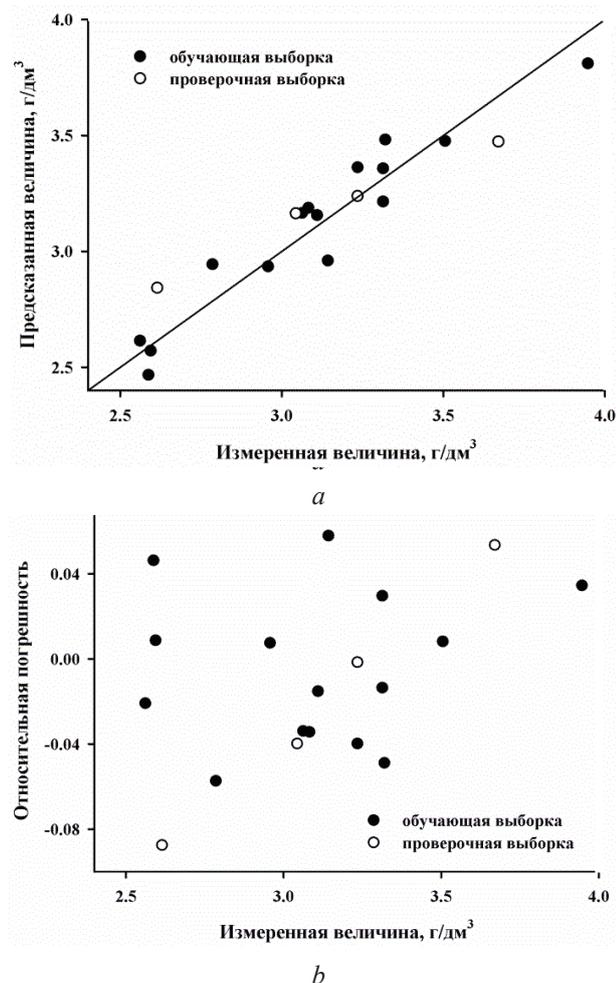


Рисунок 4 – Зависимости предсказанной величины содержания фенольных соединений в красных винах (а) и относительной ошибки предсказанной величины (б) от измеренного значения параметра

Figure 4 – Dependencies of the predicted quantities of phenolic compounds in red wine (a) and the relative error of the predicted value (b) on the measured value of the parameter

Наилучший результат получен для спиртуозности с помощью наиболее представительной и качественной выборки (достаточно равномерное распределение по всему диапазону изменения параметра и минимум повторяющихся значений). Меньшее количество неповторяющихся значений физико-химических параметров приводит к увеличению погрешности вплоть до полной невозможности построения содержательных моделей для концентрации кислот.

Общее число параметров, количественные значения которых можно определить с помощью *PLS* по спектрам пропускания, составляет 11–13. Эти величины совпадают с первоначальными

оценками, полученными по зависимости суммарной объясненной дисперсии матриц физико-химических показателей красных и белых молдавских вин. Привлекает внимание ожидаемое совпадение результатов моделирования содержания общих растворимых солей и кондуктивности вин. Это обусловлено тем, что процесс проводимости растворов определяется движением ионов всех содержащихся в растворе солей. Поэтому, хотя вина и характеризуются обоими указанными параметрами, следует измерять лишь один из них.

На основе анализа полученных результатов можно сделать вывод о том, что прямое или регрессионное нахождение концентраций основных элементов и еще нескольких указанных в таблице параметров недостаточно для определения географического наименования исследуемых вин. Однако в зарегистрированных спектрах пропускания содержится гораздо больше информации, чем было использовано для построения регрессионных моделей, описывающих перечисленные параметры. Поэтому к этим спектрам можно применить другой метод многопараметрического анализа – метод главных компонент [6].

Применение метода главных компонент к спектрам пропускания для определения географического наименования вин

Метод главных компонент – широко используемый метод анализа многопараметрических данных, предназначенный не только для исследовательского анализа больших массивов информации, но и для поиска выбросов, понижения размерности (ранга) данных, графического (маломерного) представления разделения данных на кластеры, проведения классификации и регрессии. Применим метод главных компонент к центрированным матрицам зарегистрированных спектров пропускания красных и белых вин. Кластеризация образов в маломерном пространстве главных компонент позволит утверждать, что вина, произведенные в рассматриваемой географической области, обладают сходными характеристиками, а наличие выбросов укажет образцы, для которых географическое наименование неприменимо.

По зависимости суммарной объясненной дисперсии от количества главных компонент можно сделать вывод о достаточности трехмерного пространства (99,2 % суммарной дисперсии для красных вин и 95,7 % для белых) для реше-

ния поставленной задачи. На рисунке 5 представлены графики счетов выборки красных вин, на которых указаны номера образцов.

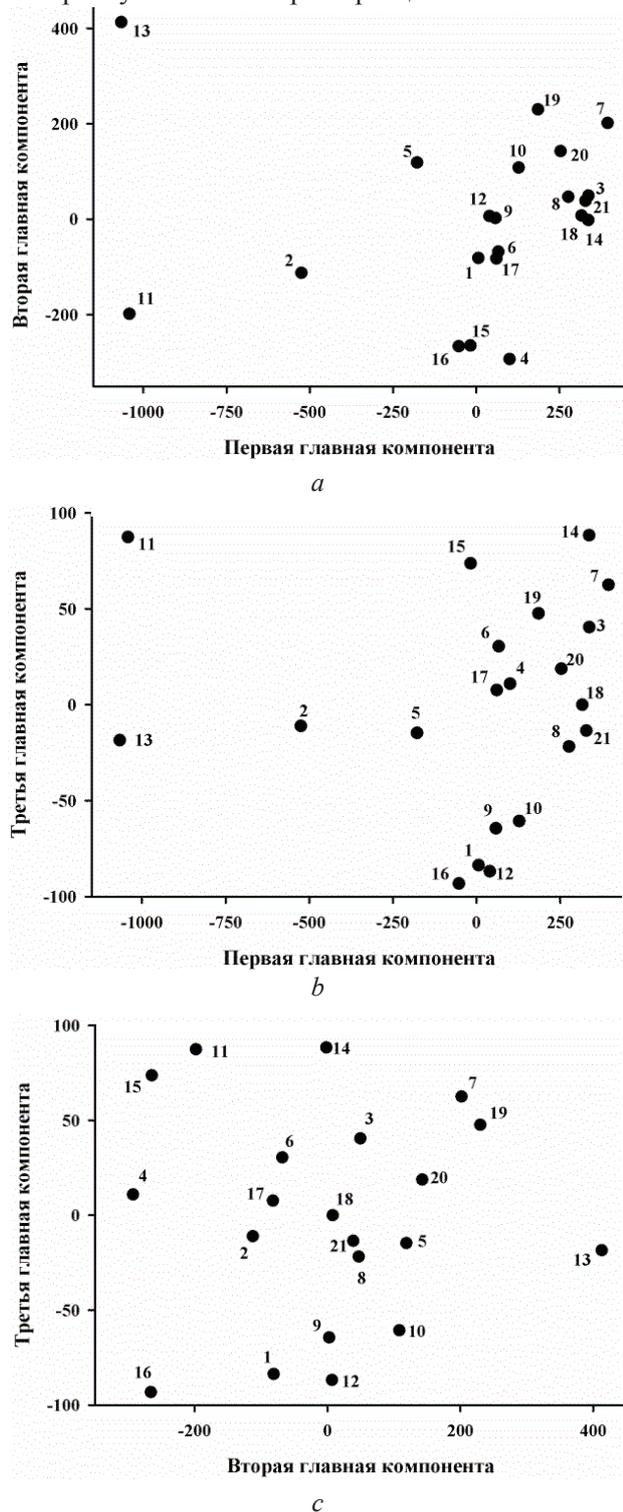


Рисунок 5 – Двумерные графики счетов в первые три главные компоненты спектров пропускания красных вин

Figure 5 – Two-dimensional plots of counts in the first three principal components of the transmission spectra of red wines

Видно, что на всех трех графиках лишь один образец номер 13 отстоит достаточно далеко от центра кластера всех образцов и является выбросом. Это означает, что характеристики этого образца существенно отличаются от остальных рассмотренных. При анализе спектров белых вин образцы 23 и 36 значительно отличаются только по двум главным компонентам из трех, вносящих значительный вклад в объясненную дисперсию данных. Следовательно, все исследованные образцы белых вин являются однородными по своим спектральным характеристикам, а из красных вин выделяется образец номер 13. Таким образом, имеется обоснованное сомнение в возможности географического наименования образца вина номер 13. Анализ спектров нагрузок в главные компоненты показал, что спектральный диапазон 1400–2500 нм не вносит существенный вклад в первые главные компоненты, следовательно, при проведении дальнейших исследований диапазон измерений можно сузить.

Заключение

Регрессионным методом проекции на латентные структуры определены основные физико-химические параметры вин по их спектрам пропускания; показана возможность решения задачи подтверждения общности географического наименования вин с помощью проведения многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания репрезентативной выборки образцов из выделенного региона.

В дальнейшем в связи с необходимостью проведения экспрессных измерений характеристик молодых некупажированных вин непосредственно в местах производства планируется модификация описанной методики с целью замены стационарного лабораторного спектроскопического оборудования на компактные приборы низкого ценового диапазона, оценка точности кластеризации образцов вин многопараметрическими методами по суженным спектральным интервалам.

Существенная часть результатов, изложенных в данной работе, получена в рамках проекта Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований № Ф15МЛД-008.

Таблица
Относительная погрешность регрессионного определения физико-химических показателей исследуемых вин по их спектрам пропускания, %

	Красные вина	Белые вина
Спиртуозность	5	6
К	12	10
Na	18	14
Ca	11	14
Mg	10	7
Щавелевая кислота	–	–
Винная кислота	30	15
Яблочная кислота	–	17
Лимонная кислота	–	–
Янтарная кислота	–	–
Молочная кислота	–	–
2-3 бутиленгликоль	14	12
Глицерин	20	21
Зола	–	16
Фенольные соединения	9	14
Общие растворимые соли	12	13
Кондуктивность	12	13

Table
The relative error of the regression determination of physical-chemical parameters of the studied wines through transmission spectra, %

	Red wines	White wines
Alcoghol strenth	5	6
K	12	10
Na	18	14
Ca	11	14
Mg	10	7
Oxalic acid	–	–
Tartaric acid	30	15
Malic acid	–	17
Citric acid	–	–
Succinic acid	–	–
Lactic acid	–	–
2-3 butylenglycol	14	12
Glycerol	20	21
Ash	–	16
Phenol compounds	9	14
Total soluble salts	12	13
Conductivity	12	13

Список использованных источников

1. Classification of monovarietal Argentinean white wines by their elemental profile / Silvana M. Azcarate [et al.] // *Food Control*. – 2015. – Vol. 57. – P. 268–274.
2. Drivelos, S. A. Multi-element and multi-isotope-ratio analysis to determine the geographical origin of foods in the European Union / S.A. Drivelos, C.A. Georgiou // *Trends in Analytical Chemistry*. – 2012. – Vol. 40. – P. 38–51.
3. Trace element determination of Argentine wines using ETAAS and USN-ICP-OES / R. Lara [et al.] // *Food and Chemical Toxicology*. – 2005. – Vol. 43. – P. 293–297.
4. Pohl, P. What do metals tell us about wine? / P. Pohl // *Trends in Analytical Chemistry*. – 2007. – Vol. 26. – P. 941–949.
5. Detection of the origin of Brazilian wines based on the determination of only four elements using high-resolution continuum source flame AAS / W. Boschetti [et al.] // *Talanta*. – 2013. – Vol. 111. – P. 147–155.
6. Esbensen, K.H. Principal Component Analysis: Concept, Geometrical Interpretation, Mathematical Background, Algorithms, History, Practice / K.H. Esbensen, P. Geladi // *Comprehensive Chemometrics* – 2009. – Vol. 2. – P. 211–226.
7. Iwamoto, R. Near-Infrared Spectroscopy as a Useful Tool for Analysis in Solution in Common Organic Solvents / R. Iwamoto // *Applied Spectroscopy*. – 2009. – Vol. 63. – P. 354–362.
8. Abdi, H. Partial least square regression, projection on latent structure regression, PLS-Regression / H. Abdi // *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Statistics*. – 2010. – Vol. 2. – P. 97–106.
9. Роговая, М.В. A Principal Component Analysis of Transmission Spectra of Wine Distillates / М.В. Роговая, Г.В. Сеницын, М.А. Ходасевич // *Оптика и спектроскопия*. – 2014. – Т. 117, № 5. – P. 865–869.
10. Определение оригинальности выдержанных винных дистиллятов с помощью хемометрической обработки их оптических спектров пропускания / Н.Ф. Дегтярь [и др.] // *Весті НАН Беларусі. Сер. фіз.-мат. навук*. – 2014. – № 3. – С. 113–117.
11. Гмурман, В.Е. Теория вероятностей и математическая статистика / В.Е. Гмурман. – М. : Высшая школа, 2004. – 479 с.

Application of multivariate analysis of transmission spectra to identify wines with protected geographical indication (IGP)

Khodasevich M.¹, Scorbanov E.², Obade L.², Degtyar N.², Cambur E.², Rogovaya M.¹

¹*Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosti Ave., 68, 220072, Minsk Belarus*

²*Scientific and Practical Institute of Horticulture, Viticulture and Food Technologies Academy of Science of Moldova,
Kishinev, Moldova*

Received 16.03.2016

Accepted for publication 26.04.2016

Abstract. The simulation is carried out of physical and chemical characteristics of the unblended varietal young Moldovan wine harvested in 2014 by the projection to latent structures of the transmission spectra in the range of 220–2500 nm. The achieved accuracy of the regression determining the parameters is appropriate for practical application purposes (from 5 % for alcohol strength to 30 % for tartaric acid content in red wines). The possibility is shown of solving the problem of verification of the protected geographical indication of wines (IGP – Indication Géographique Protégée) by the multivariate analysis of broadband transmission spectra.

Keywords: multivariate analysis, transmission spectrum, projection latent structures, protected geographical indication of wines.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

Acknowledgements

A substantial part of the results presented in this paper was obtained in the framework of the project № F15MLD-008 of the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research.

Адрес для переписки:

Ходасевич М.А.
Институт физики НАН Беларуси,
пр. Независимости, 68, 220072, г. Минск, Беларусь
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Address for correspondence:

Khodasevich M.
Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosti Ave., 68, 220072, Minsk Belarus
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Для цитирования:

Ходасевич М.А., Скорбанова Е.А., Обадэ Л.И., Дегтярь Н.Ф., Камбур Е.И., Роговая М.В.
Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для идентификации вин с географическим наименованием происхождения.
Приборы и методы измерений.
2016. – Т. 7, № 1. – С. 104–113.
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

For citation:

Khodasevich M., Scorbanov E., Obade L., Degtyar N., Cambur E., Rogovaya M.
[Application of multivariate analysis of transmission spectra to identify wines with protected geographical indication (IGP)].
Pribory i metody izmerenij [Devices and Methods of Measurements].
2016, vol. 7, no. 1, pp. 104–113 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

References

1. Silvana M. Azcarate, Luis D. Martinez, Mariane-la Savio, Jose M. Camina, Raúl A. Gil. Classification of monovarietal Argentinean white wines by their elemental profile. *Food Control*, 2015, vol. 57, pp. 268–274.
2. Drivelos S.A., Georgiou C. A. Multi-element and multi-isotope-ratio analysis to determine the geographical origin of foods in the European Union. *Trends in Analytical Chemistry*, 2012, vol. 40, pp. 38–51.
3. Lara R., Cerutti, S., Salonia, J. A., Olsina, R. A., & Martinez, L. D. Trace element determination of Argentine wines using ETAAS and USN-ICP-OES. *Food and Chemical Toxicology*, 2005, vol. 43, pp. 293–297.
4. Pohl P. What do metals tell us about wine? *Trends in Analytical Chemistry*, 2007, vol. 26, pp. 941–949.
5. Boschetti Wiliam, Rampazzo Roger T., Dessuy Morgana B., Vale Maria Goreti R., Rios Alessandro de Oliveira, Hertz Plinho, Manfroi Vitor, Celso Paulo G., Ferrão Marco F. Detection of the origin of Brazilian wines based on the determination of only four elements using high-resolution continuum source flame AAS. *Talanta*, 2013, vol. 111, pp. 147–155.
6. Esbensen K.H., Geladi P. Principal Component Analysis: Concept, Geometrical Interpretation, Mathematical Background, Algorithms, History, Practice. *Comprehensive Chemometrics*, 2009, vol. 2, pp. 211–226.
7. Iwamoto R. Near-Infrared Spectroscopy as a Useful Tool for Analysis in Solution in Common Organic Solvents. *Applied Spectroscopy*, 2009, vol. 63, pp. 354–362.
8. Abdi H. Partial least square regression, projection on latent structure regression, PLS-Regression. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Statistics*, 2010, vol. 2, pp. 97–106.
9. Rogovaya M.V., Sinitsyn G.V., Khodasevich M.A. A Principal Component Analysis of Transmission Spectra of Wine Distillates. *Optics and Spectroscopy*, 2014, vol. 117, no. 5, pp. 839–843.
10. Degtyar N.F., Nezalzova E.I., Rogovaya M.V., Sinitsyn G.V., Skorbanova E.A., Khodasevich M.A. [Identification of the Authenticity of Matured Wine Distillates by the Uv-, Visible and Near Ir-Spectroscopy Methods]. *Vesti NAN Belarusi, ser. fiz.-mat. nauk* [Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus Physics And Mathematics Series], 2014, no. 3, pp. 113–117 (in Russian).
11. Gmurman V.E. *Teoriya veroyatnostej i matematicheskaya statistika* [Theory of Probability and Mathematical Statistics]. Moscow, Vysshaya shkola Publ., 2004, 479 p.

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ СТАТЕЙ

Статьи, направленные в редакцию журнала, должны удовлетворять требованиям «Инструкции по оформлению диссертации, автореферата и публикаций по теме диссертаций», утвержденной постановлением президиума государственной ВАК РФ от 24.12.1997 г. № 178 (в редакции с изменениями и дополнениями постановления ВАК РФ от 22.02.2006 г. № 2 и постановления ВАК РФ от 15.08.2007 г. № 4).

1. Материал статьи должен соответствовать профилю журнала и излагаться предельно ясно.

2. Статья представляется на русском или английском языке и публикуется на языке представления.

3. Поступившие в редакцию статьи проходят двойное полуслепое рецензирование. Основные критерии целесообразности опубликования – актуальность тематики, информативность, научная новизна.

4. Статья представляется в распечатанном и электронном виде в формате текстового редактора Word for Windows. Объем статьи не должен превышать 14 страниц, включая текст (шрифт Times New Roman, размер 12 п., интервал 1,5), таблицы, графический материал, всю необходимую информацию на английском языке.

5. На первой странице статьи указываются: индекс УДК, название статьи, фамилии авторов (фамилия автора, с которым следует вести переписку, отмечается звездочкой и указывается его адрес электронной почты), названия и почтовые адреса организаций (улица, номер дома, индекс, город, страна), в которых работают авторы, на русском и английском языках. Статья включает: аннотацию (в пределах 200–250 слов); ключевые слова (не более 5); введение, в котором дается краткий обзор сделанного в мире и конкретно формулируется цель работы; основную часть; заключение, в котором в сжатом виде сформулированы основные полученные результаты с указанием их новизны, преимуществ и возможностей применения; список использованных источников. Аннотация, ключевые слова, список использованных источников представляются на русском и английском языках.

6. Аннотация должна быть информативной (содержать «выжимку» из всех разделов статьи – введения с указанием цели работы, методики, основной части и заключения).

7. Графический материал должен быть контрастным и четким. Фотографии представляются в электронном виде (форматы tif, jpg, стук, разрешение не менее 300 dpi). Все рисунки нумеруются и сопровождаются подрисуночными подписями. Фрагменты рисунка обозначаются строчными курсивными латинскими буквами – «a», «b» и т.д. Подписи к рисункам даются на отдельном листе на русском и английском языках. Все сокращения и обозначения на рисунках должны быть расшифрованы в подрисуночной подписи. Надписи на рисунке даются на русском и английском языках.

8. Таблицы не должны дублировать графики. Каждая таблица имеет заголовок. На все таблицы и рисунки следует давать ссылки в тексте. Название и содержание таблиц представляется на русском и английском языках.

9. Обозначения и сокращения, принятые в статье, расшифровываются непосредственно в тексте.

10. Размерность всех величин, принятых в статье, должна соответствовать Международной системе единиц измерений (СИ).

11. Многострочные формулы должны быть набраны в редакторе Microsoft Equation Editor, номера формул – по правому краю. Нумеруются лишь формулы, на которые есть ссылки в тексте. Отдельные строчные буквы и специальные символы набираются в тексте гарнитурой Symbol без использования редактора формул. При наборе формул и буквенных обозначений необходимо учитывать следующие правила: прямо набираются греческие и русские буквы, математические символы, символы химических элементов, верхние и нижние индексы, которые являются сокращением слов; курсивом набираются латинские буквы – переменные и символы физических величин (в т.ч. в индексе); жирным шрифтом – векторы (стрелки вверх не ставятся).

12. Список использованных источников составляется в порядке упоминания ссылок по тексту, должен содержать полные библиографические данные и приводится в конце статьи. Не рекомендуется давать ссылки на материалы конференций, статьи из электронных журналов без идентификатора DOI, учебные пособия, интернет-ресурсы. Ссылки на неопубликованные работы не допускаются. Желательно, чтобы количество ссылок было не менее 10.

13. Авторы на отдельной странице представляют о себе следующие сведения: фамилия, имя, отчество, ученая степень и звание, место работы и занимаемая должность, адрес электронной связи.

14. Статьи, излагающие результаты исследований, выполненных в учреждениях, должны иметь соответствующее разрешение на опубликование в открытой печати.

15. При необходимости в конце основного текста указываются наименование фонда, оказавшего финансовую поддержку, или уровень и наименование программы, в рамках которой выполнена работа, на русском и английском языках.

16. Авторы несут ответственность за направление в редакцию статей, ранее уже опубликованных или принятых к печати другими изданиями.

17. Статьи, не соответствующие перечисленным требованиям, к рассмотрению не принимаются и возвращаются авторам. Датой поступления считается день получения редакцией первоначального варианта текста.

18. Редакция предоставляет возможность первоочередного опубликования статей лицам, осуществляющим послевузовское обучение (аспирантура, докторантура, соискательство), в год завершения обучения; не взимает плату с авторов за опубликование научных статей; оставляет за собой право производить редакторские правки, не искажающие основное содержание статьи.

AUTHOR GUIDELINES

1. Article materials should correspond to the journal profile and be clearly written.

2. An article should be submitted in Russian or English and will be published in its original language.

3. Articles received by the Editorial Board will be reviewed by 2 specialists. The main criteria of acceptance are theme actuality, information value, and scientific novelty.

4. All materials should be submitted in two hard copies together with electronic file in the Word for Windows format (97/2000/2003). The paper should not exceed 14 pages of the typewritten text (Times New Roman, 12 points, 1.5-space).

5. The article should contain UDC number, Title (printed in capitals), Authors' names (the corresponding author name should be marked with asterisk), full Address of organization(s) in which the author(s) work, Annotation (200–250 words), Introduction, the Text of the paper with tables, diagrams and figures (if there are any), Conclusion with clearly stated inferences, List of References, Annotation, Title, Authors' names and affiliation(s) should be presented both in English and Russian languages.

6. The abstract should be informative (contain «squeeze» from all sections of the article – the introduction stating the purpose of the work, methods, main part and conclusion).

7. Figures should be black-and-white, represented in one of graphical formats (tif, pcx, bmp, gif, cdr, wmf, psd), attached with Excel or MS Graph and added with captions. All symbols in figures should be deciphered.

8. Tables should be placed directly in the article body. Diagrams and tables should not contain the same information. Each table should have the title. All tables, diagrams and figures should be referenced in the text.

9. Symbols and abbreviations which are used in articles should be deciphered directly in the text and also (if necessary) taken out on a separate page.

10. Dimensions of all quantities used in the article should correspond to International System of Units.

11. Formulas should be typed in Microsoft Equation Editor.

12. List of References is to be placed at the end of the article with full bibliographic information. Order of references should correspond to the order of their occurrence in the text. It is not recommended to refer to conference proceedings, papers from electronic journals without DOI number, textbooks, internet resources. References on unpublished works are prohibited. It is recommended to refer to not less than 10 references.

13. The following information about every co-author should be presented: family name, first name, patronymic (or second) name (if there are any), scientific degree and title, organization and position, full address with the postal code for correspondence, office or mobile phone numbers, fax, e-mail.

14. Articles containing investigation results obtained in organizations should have a corresponding permission for publication.

15. Names of Foundations or Programs financially granted the research may be acknowledged in the end of the text.

16. Authors are responsible for submitting articles previously published or accepted by other publishers.

17. Articles not meeting the requirements of the Editorial Board would not be accepted and may be returned to the authors. The date of receipt is considered to be the day when the Editorial Board receives the initial version of the article.

18. Authors conducting postgraduate (graduate studies, doctoral studies) have a priority in publishing their articles out of queue in the year of completion. Authors do not pay for publishing scientific articles. The Editorial Board can shorten and/or change the text if it does not strain the meaning of the article.

Индексы:
74835; 748352