ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

DEVICES AND METHODS OF MEASUREMENTS

Nº 3

Vol. 9

Том 9

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 Web of Science Core Collection (ESCI)

| Том 9 | Nº 3 | 2018 |
|-------|------|------|
| | | |

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

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

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

Маляревич А.М., член-корреспондент НАН Беларуси, д.ф.-м.н., профессор, проректор 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

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

Аницик 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 Тартусского университета (г. Тарту, Эстония)

Виба Я., д.т.н., профессор, директор Института механики Рижского технического университета (г. Рига, Латвия) Гуттен М., д.т.н., заведующий кафедрой метрологии и прикладной электротехники Жилинского университета (г. Жилина, Словакия)

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

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

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

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

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

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

Киселев М.Г., д.т.н., профессор, заведующий кафедрой «Конструирование и производство приборов» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь) Колтунович Т.Н., д.т.н., профессор, Люблинский технологический университет (г. Люблин, Польша)

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)

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

Матеос Х., к.ф.-м.н., доцент, университет Ровира и Вирхилий (г. Таррагона, Испания)

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

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

Пилипенко В.А., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, заместитель директора ГЦ «Белмикроанализ» 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)

Погребняк А.Д., д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой наноэлектроники Сумского государственного университета (г. Сумы, Украина)

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

Соломахо 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) **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)

Шкадаревич А.П., академик НАН Беларуси, д.ф.-м.н., профессор, директор НТЦ «ЛЭМТ» Белорусского оптикомеханического 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)

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

Журнал включен в базы данных: Web of Science Core Collection (ESCI), EBSCO, DOAJ, WorldCat, OpenAIRE, Google Scholar, РИНЦ, ЭБС «Лань», НЭБ «КиберЛенинка», Соционет

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: Чабарова О.Л., редактор: Иванова Т.А.

Подписано в печать 03.09.2018. Формат бумаги 60×84 1/8. Бумага мелованная.

Гарнитура Times New Roman. Печать цифровая. Усл. печ. л. 8,6. Уч.-изд. л. 3,36. Тираж 130 экз.

Дата выхода в свет 13.09.2018. Заказ № 717

Отпечатано в Белорусском национальном техническом университете. ЛП № 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

http://pimi.bntu.by

© «Приборы и методы измерений», 2018

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 Web of Science Core Collection (ESCI)

| Volume 9 № 3 | 2018 |
|--------------|------|
|--------------|------|

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, Correspondent Member of National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Vice-Rector of 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

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)

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

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

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

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

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)

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

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

Tomasz N. Koltunowicz, Doctor of Science (Engineering), Professor, Lublin University of Technology (Lublin, Poland)

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)

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

Xavier Mateos, PhD, Associate Professor, Universitat Rovira i Virgili (Tarragona, Spain)

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)

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)

Alexander D. Pogrebnjak, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Head of Department of Nanoelectronic, Sumy State University (Sumy, Ukraine)

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)

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 National Academy of Sciences of Belarus (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)

The Journal is included in the following databases: Web of Science Core Collection (ESCI), EBSCO, DOAJ, WorldCat, OpenAIRE, Google Scholar, RISC, Lan, CyberLeninka, Socionet

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 http://pimi.bntu.by

© «Devices and Methods of Measurements», 2018

СОДЕРЖАНИЕ

Средства измерений

| Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov | |
|---|-----|
| Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier for temporally resolved pump-probe spectroscopy | 205 |
| Воробей Р.И., Гусев О.К., Свистун А.И., Тявловский А.К., Тявловский К.Л., Шадурская Л.И. | |
| Измерительные преобразователи систем оптической диагностики с многофункциональными одноэлементными фотоприемниками | 215 |
| Методы измерений, контроля, диагностики | |
| Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukowski P.V. | |
| Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms in Townsend discharge in argon-mercury mixture with temperature-dependent composition | 227 |
| Conquet B., Zambrano L.F., Artyukhina N.K., Fiodortsev R.V., Silie A.R. | |
| Algorithm and mathematical model for geometric positioning of segments on aspherical composite mirror | 234 |
| Маркова Л.В., Коледа В.В., Колодинская Н.С. | |
| Применение метода дифракции обратно рассеянных электронов в исследованиях микроструктуры при определении причин разрушения металлических конструкций | 243 |
| Сенько С.Ф., Зеленин В.А. | |
| Измерение локальных напряжений в полупроводниковых кремниевых структурах | 254 |
| Методы оценки качества объектов и процессов | |
| Крень А.П., Мацулевич О.В., Делендик М.Н. | |
| Оценка погрешности определения физико-механических характеристик материалов при их контроле методом индентирования | 263 |

CONTENTS

Measuring Instruments

| Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov | |
|---|-----|
| Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier for temporally resolved pump-probe spectroscopy | 205 |
| Vorobei R.I., Gusev O.K., Svistun A.I., Tyavlovsky A.K., Tyavlovsky K.L., Shadurskaya L.I. | |
| Measuring transducers for optical diagnostic system with multifunctional unitary photovoltaic converters | 215 |
| Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukowski P.V. | |
| Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukowski P.V. | |
| Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms in Townsend discharge in argon- mercury mixture with temperature-dependent composition | 227 |
| Conquet B., Zambrano L.F., Artvukhina N.K., Fiodortsev R.V., Silie A.R. | ; |
| | / |

Markova L.V., Koleda V.V., Kolodinskaya N.S.

| Application of the electron backscateered diffraction method in microstructure research | |
|---|-----|
| for determining of causes of metal structures destruction | 243 |

Sianko S.F., Zelenin V.A.

| Control of local stress in semiconductor silicon structures | 254 |
|---|-----|
|---|-----|

Methods of Products and Processes Quality Estimation

Kren A.P., Matsulevich O.V., Delendik M.N.

Error estimation of the physical and mechanical characteristics measurements by indentation...... 263

Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier for temporally resolved pump-probe spectroscopy

Alexander Rudenkov¹, Viktor Kisel¹, Anatol Yasukevich¹, Karine Hovhannesyan², Ashot Petrosyan², Nikolai Kuleshov¹

¹Center for Optical Materials and Technologies, Belarusian National Technical University, Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus ²Institute for Physical Research, National Academy of Sciences of Armenia, 0203, Ashtarak-2, Armenia

Received 25.06.2018 Accepted for publication 28.07.2018

Abstract

Diode-pumped femtosecond chirped pulse regenerative amplifiers based on Yb³⁺-materials are of practical importance for wide range of scientific, industrial and biomedical applications. The aim of this work was to study the amplification of broadband chirped femtosecond pulses in regenerative amplifier based on Yb³⁺:CaYAlO₄ crystal.

Such systems use femtosecond mode-locked lasers as seed pulse sources and amplify nJ-seed pulses to sub-mJ energy range. Most chirped pulse regenerative amplifier systems described in the literature use seed lasers with typical pulse spectral width at the level of 10–15 nm full width at half maximum (FWHM) that limit the seed pulse duration of about 90 fs and amplified pulse duration at the level of 200 fs due to strong influence of gain narrowing effect on the amplified pulse parameters. Yb³⁺-doped crystals with wide and smooth gain bandwidth as an active medium of chirped femtosecond pulse regenerative amplification systems allow to reduce negative contribution of gain narrowing effect and lead to shortening of amplified pulses. In this research we study the chirped pulse regenerative amplification of broad-band femtosecond pulses (60 nm spectral width FWHM) in the Yb³⁺:CaYAlO₄-based chirped pulse regenerative amplifier. Substantial reduction of the amplified pulse duration down to 120 fs (19.4 nm spectral width FWHM) with average power of 3 W at 200 kHz pulse repetition frequency was demonstrated without any gain narrowing compensation technique.

The results of experimental investigation of broad-band seeded Yb^{3+} :CaYAlO₄-based chirped pulse regenerative amplifier are reported for the first time to our knowledge. 120 fs-pulses (19.4 nm FWHM) with average output power of 3 W were demonstrated without any gain narrowing compensation technique. Despite the significant reduction of amplified pulse duration the task of improvement group velocity dispersion balance (including high orders of group velocity dispersion) remains relevant.

Keywords: broad-band chirped pulses, chirped pulse amplifier, regenerative amplifier, spectral broadening,

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-205-214

| Адрес для переписки: | Address for correspondence: |
|---|--|
| Руденков А.С. | Alexander Rudenkov |
| Центр оптических материалов и технологий, Белорусский | Center for Optical Materials and Technologies, Belarusian National |
| национальный технический университет, | Technical University, |
| пр-т Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь | Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus |
| e-mail: a.rudenkov@bntu.by | e-mail: a.rudenkov@bntu.by |
| Для цитирования: | <i>For citation:</i> |
| Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, | Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, |
| Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov. | Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov. |
| Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier | Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier |
| for temporally resolved nump-probe spectroscopy | for temporally resolved nume-probe spectroscopy |
| Приборы и методы измерений. | Devices and Methods of Measurements. |
| 2018. – Т. 9, № 3. – С. 205–214. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 205–214. |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-205-214 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-205-214 |

УДК 621.373.826

Регенеративный усилитель чирпированных фемтосекундных импульсов на основе кристалла Yb:CALYO для спектроскопии возбуждениязондирования с высоким временным разрешением

Руденков А.С.¹, Кисель В.Э.¹, Ясюкевич А.С.¹, Ованесьян К.Л.², Петросян А.Г.², Кулешов Н.В.¹

¹Центр оптических материалов и технологий, Белорусский национальный технический университет, пр-т Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь ²Институт физических исследований Национальной академии наук Армении, 0203, Аштарак-2, Армения

Поступила 25.06.2018 Принята к печати 28.07.2018

Регенеративные усилители чирпированных фемтосекундных импульсов на основе материалов с ионами Yb³⁺ с диодной накачкой нашли широкое применение в различных отраслях науки, производства и медицины. Целью данной работы являлось исследование режима регенеративного усиления широкополосных чирпированных фемтосекундных импульсов в усилителе на основе кристалла Yb³⁺:CaYAlO₄.

Используя в качестве задающего генератора лазер с пассивной синхронизацией мод, данные системы усиливают импульсы наноджоулевого диапазона энергий до суб-милиджоулевого уровня благодаря методике усиления чирпированных импульсов. Большинство описанных в литературе систем усиления используют задающие генераторы, обеспечивающие фемтосекундные импульсы со спектральной полушириной в диапазоне 10–15 нм, что ограничивает минимальную длительность задающих импульсов на уровне 90 фс. В процессе регенеративного усиления длительность усиленных импульсов увеличивается до значений около 200 фс, что связано с сильным негативным влиянием эффекта сужения спектра импульса под воздействием полосы усиления активной среды усилителя. Применение кристаллов, имеющих широкие и гладкие полосы усиления в качестве активных сред систем усиления чирпированных фемтосекундных импульсов широкого спектрального диапазона, позволяет снизить негативный вклад эффекта сужения спектра импульса и приводит к сокращению длительности усиленных импульсов.

В работе впервые представлены результаты исследования режима регенеративного усиления широкополосных чирпированных фемтосекундных импульсов в усилителе на основе кристалла Yb³⁺:CaYAlO₄. Получены импульсы длительностью 120 фс (спектральная полуширина 19,4 нм) со средней выходной мощностью системы усиления 3 Вт без применения методик компенсации эффекта сужения спектра усиливаемого импульса.

Ключевые слова: чирпированные импульсы широкого спектрального диапазона, усилитель чирпированных импульсов, регенеративный усилитель, расширение спектра импульса, эффект сужения спектра импульса.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-205-214

| Адрес для переписки: Руденков А.С. Центр оптических материалов и технологий, Белорусский национальный технический университет, пр-т Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь e-mail: a.rudenkov@bntu.by | Address for correspondence: Alexander Rudenkov Center for Optical Materials and Technologies, Belarusian National Technical University, Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus e-mail: a.rudenkov@bntu.by |
|--|---|
| Для цитирования: | For citation: |
| Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, | Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, |
| Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov. | Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov. |
| Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier | Yb:CALYO-based femtosecond chirped pulse regenerative amplifier |
| for temporally resolved pump-probe spectroscopy. | for temporally resolved pump-probe spectroscopy. |
| Приборы и методы измерений. | Devices and Methods of Measurements. |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 205–214. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 205–214. |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-205-214 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-205-214 |

Introduction

Diode-pumped femtosecond laser sources with pulse repetition frequencies (PRF) of hundreds of kilohertz and pulse energies of tens microjoules are of practical importance for high temporal and spectral resolution measurements, precision micromachining, optical memory and biomedicine [1]. Extremely high average output powers up to the kilowatt level could be obtained by means of direct amplification of high repetition-rate oscillators. 1.1 kW of average power at 20 MHz repetition rate with 615 fs pulses were obtained using the Innoslab Yb:YAG concept [2]. 830 W trains of 640 fs pulses at 78 MHz were demonstrated by employing largemode area Yb-doped fiber amplifiers [3]. Pulses at lower repetition frequencies, up to a few megahertz, with substantially higher energy and peak power are preferred for many applications. These pulse trains can be generated conveniently with solid-state diodepumped regenerative amplifiers (RAs). Up to now, the highest average power RA systems are presented by thin-disk concept RAs. For example, up to 160 W average output power at 800 kHz PRF with 750 fs pulse duration were achieved in [4]. Up to 100 W average power at 400 kHz PRF with 800 fs pulse duration were reached in [5] employing Yb:YAG thin-disk active element. Despite thin-disk based regenerative amplifier systems demonstrate high average power, it should be noted that pulse duration of such systems is not less than 700 fs. 295 fs pulses were demonstrated for thin disk RA system that applied nonlinear pulse amplification regime but with substantially reduced output power (36 W) [6]. Another approach to implementation of RA systems is based on bulk regenerative amplifiers. The highest output power reported so far for bulk RAs is 42 W at 500 kHz pulse repetition frequency obtained in RA based on the active medium with high thermooptical properties - Yb:Lu₂O₂ [7]. Relatively long amplified pulses of about 780 fs pulse duration obtained due to narrow gain bandwidth of Yb:Lu₂O₂. Substantially reduced pulse duration of 217 fs with relatively high output power of 28 W demonstrated at 500 kHz in RA based on crystal with wide gain bandwidth -Yb:CALGO [8]. But the usage of active medium with wide gain bandwidth is not a sufficient condition for obtaining short amplified pulse duration due to the strong gain narrowing effect [9] that reduce amplified pulse spectral width and increase minimal transform-limited pulse duration. Several methods for overcoming the negative contribution of gain

narrowing effect have been proposed [10, 11]. The output power of about 21 W at 200 kHz PRF with 200 fs pulse duration is obtained with Yb:KGW dual crystal system [10]. Femtosecond laser pulses with duration as short as 97 fs with output power of 1.2 W at 50 kHz PRF were obtained with the Yb:CALGO RA system which demonstrates the possibility of sub-100 fs pulses amplification [11].

Despite the availability of femtosecond lasers providing wide spectral width pulses [12–14] based on Yb seed lasers a large number of RA systems described in the literature have narrower pulse spectral width not over than 15 nm. And this also limits the amplified pulse spectral width and compressed pulse duration.

The aim of this work was to study the amplification of broadband chirped femtosecond pulses in regenerative amplifier based on Yb^{3+} :CaYAlO₄ crystal.

Crystal growth

Single crystals of Yb³⁺:CaYAlO₄ (tetragonal structure, space group D¹⁷_{4h}.I4/mmm) doped with Yb³⁺(1.4 at. % and 3.5 at. %) were grown from stoichiometric melts by Czochralski method [15]. Yb³⁺ ions occupy Y³⁺ sites of the lattice with 9-fold coordination. Crystallization was carried out under an enclosed argon atmosphere using iridium crucibles ($50 \times 50 \times 30 \text{ mm}^3$) and seed crystals oriented along [110]. The pulling and rotation rates were 1.5–2.5 mm/h and 15–25 rev/min respectively. Transparent crystals 15 mm in diameter and 20–30 mm long were obtained for the present studies.

Spectroscopy

Polarized absorption spectra of Yb³⁺(1.4 at. %): CaYAlO₄ (correspondent ytterbium volume concentration is $1.82 \cdot 10^{20}$ cm⁻³) at room temperature were measured by a Varian CARY 5000 spectrophotometer. The absorption cross-section spectra for different polarizations are shown in Figure 1.

Strong absorption is found for π -polarized light. A peak absorption cross-section at 979 nm was measured to be about $4 \cdot 10^{-20}$ cm², with comparatively wide bandwidth of about 9.5 nm (FWHM). For σ -polarization maximal absorption cross section near 979 nm was $1.5 \cdot 10^{-20}$ cm². Radiative lifetime was estimated by using crystalline powder immersed in glycerine suspension in order to eliminate radiation trapping effect caused by significant overlap of the absorption and emission bands [16, 17]. Measured lifetime for different weight content of Yb³⁺(1.4 at. %):CaYAlO₄ and Yb³⁺(3.5 at. %): CaYAlO₄ crystalline powder in glycerine suspension are shown in Figure 2. Measured kinetics of luminescence decay for Yb³⁺:CaYAlO₄ with 1.4 at. % and 3.5 at. % concentrations are shown in Figure 3.



Figure 1 – Absorption and stimulated emission crosssection spectra of the Yb³⁺:CaYAlO₄



Figure 2 – Measured lifetime for different weight content of Yb^{3+} :CaYAlO₄ crystalline powder in glycerine suspension

The radiative lifetime of the ${}^{2}F_{5/2}$ manifold of Yb³⁺ions in CaYAlO₄ was estimated to be (430 ± 15) µs. The stimulated emission cross sections (Figure 1) were calculated by use of integral reciprocity method [18].



Figure 3 – Kinetics of luminescence decay ${}^{2}F_{5/2}$ manifold of Yb³⁺-ions in CaYAlO₄

The Yb³⁺:CaYAlO₄ crystal exhibits broad stimulated emission cross-section spectra in the range 990–1080 nm for both polarizations. The stimulated emission cross-section for σ -polarization demonstrates higher value of about $\approx 0.7 \cdot 10^{-20}$ cm² at 1030–1040 nm in comparison with $\approx 0.5 \cdot 10^{-20}$ cm² for π -polarization. Obtained spectroscopic properties of the Yb³⁺:CaYAlO₄ crystal demonstrate good agreement with described in literature data [19].

Experimental setup

The conceptual scheme of the system layout is shown in Figure 4.



Figure 4 – Experimental setup of broad-band seeded Yb³⁺:CaYAlO₄ chirped pulse RA

As a seed source laser diode-pumped Yb:KYW oscillator was used which provided 100 fs pulse train with 70 MHz PRF and 10 nJ single pulse energy. The seed pulse spectrum was about 12.5 nm wide (FWHM) and centered at 1038 nm. A 10-m-long single mode Ø9/125 µm telecom fibre was used for pulse spectral broadening and temporal stretching ($t_{\text{pulse}} \approx 7.5 \text{ ps}$). After passing through a Faraday isolator, the seed pulse was injected into the RA. The isolator was employed to protect the seeder from high-intensity back reflections and, at the same time, for separating the amplified output pulse from the seed oscillator. The RA setup chosen for this experiment is quite common, employing a 40-mm-long double-BaB₂O₄ Pockels cell for pulse injection and ejection. Pulse repetition frequency (PRF) was chosen to be 200 kHz to prevent damage of the optical elements. «Off-axes» pump layout was used for longitudinal pumping of the active element [20-22]. Main advantage of such a pump scheme is that all the cavity mirrors have highly reflecting coating at (900–1100) nm. Maximum pump power was 25 W. 2mm-long a-cut $Yb^{3+}(3.5 \text{ at. }\%)$: CaYAlO₄ crystal was used as a gain medium. The last unit of the amplifier system is compressor based on transmission diffraction grating with 1000 grooves per millimetre.

Continuous wave laser experiment

At the beginning we have tested the gain crystal under CW lasing. Laser cavity had the same geometry as a RA cavity without Pockels cell. One of the HR flat mirrors was replaced by the output coupler (OC) with different transmittances. Dependencies of the laser output power on the absorbed pump power for π - and σ -polarized output and different OCs are shown in Figure 5. Absorbed pump power was real time measured during the laser action.

The maximum CW output power of 7.4 W at absorbed pump power of 14.9 W with slope efficiency as high as 59.3% was obtained with 10% OC

transmittance and σ -polarized output. The output powers of 6.6 W and 5.6 W and slope efficiencies of 50.5 % and 65.4 % were demonstrated with 5 % and 20 % OC transmittances, respectively. For π -polarization output powers of 6.3 W, 6.5 W, 4.4 W with slope efficiencies of 49.1 %, 58.2 %, 60.9 % were obtained with 5 %, 10 % and 20 % OC transmittances.



Figure 5 – Dependencies of output power of Yb³⁺:CALYO CW laser on absorbed pump power for different OC transmittances and polarizations

The tunability curves of the Yb³⁺(3.5 at. %): CaYAlO₄ crystal were measured with 1.5 % OC transmission during CW experiments. Central wavelength of the Yb³⁺:CaYAlO₄ laser was tuned in the range of about 100 nm from 982 to 1082 nm for π -polarisation and from 984 to 1086 nm for σ -polarisation (Figure 6).

The results of CW laser experiments show high prospects of Yb^{3+} :CaYAlO₄ crystal as an active medium of laser systems operating in a wide spectral range with high average output power.



Figure 6 – Tunability curves of the CW Yb³⁺:CALYO laser

Before the chirped pulse RA experiment seed pulses spectral broadening in fiber was investigated. High peak power of femtosecond pulses provides efficient spectral broadening of seed pulses due to the influence of nonlinear effects such as Raman scattering and self-phase modulation. Seed pulse spectral shape after the fiber in dependence of the incident pulse energy ($E_{\rm inc} = 0.15-7$ nJ) are shown in Figure 7. Intracavity seed pulse spectrum and autocorrelation trace for maximum incident pulse energy are shown in Figure 8.



Figure 7 – Pulse spectra at the output of the fiber for different incident energy



Figure 8 – Intracavity pulse spectrum (a) and autocorrelation trace of RA seed pulses (b)

Seed pulses have spectral width of about 60 nm FWHM and about 7.5 ps duration while the incident pulse spectral width was about 12.5 nm. Fiber coupling efficiency was about 65 %. Seed pulse energy at the output of the fiber was about 4.5 nJ.

Chirped pulse regenerative amplification experiment

During the RA experiment we measured the output pulse train parameters (spectral width and output power) for π - and σ -polarized light in the gain medium at 200 kHz PRF (Figure 9).



Figure 9 – Dependencies of spectral width and average output power on the cavity roundtrips of Yb³⁺:CALYO chirped pulse RA

The maximum uncompressed average output power of 5.3 W (2.9 W) was obtained for σ - (π -) polarized light after 110 round trips (RT) of the pulse through the amplifier cavity, while the pulse spectral width (FWHM) decreased to 12.4 nm and 16.9 nm for σ - and π -polarization states, respectively, that demonstrated strong gain narrowing effect. The amplified pulse spectrum evolution versus RT number through the amplifier for π - and σ -polarizations are shown in Figure 10.



Figure 10 – Evolution of the output pulse spectrum of Yb³⁺:CALYO chirped pulse RA

The data presented in the Figure 9 indicate that σ -polarization is more suitable for amplification of broad-band ultrashort pulses. Wide amplified spectrum of 19.4 nm (FWHM) was demonstrated after 55 RT with output power of about 4 W (almost 80 % of maximum value) (Figure 11). Corresponding autocorrelation (AC) trace of compressed pulses with average output power of 3 W is also shown in Figure 11. Measured pulse duration was about 120 fs assuming Lorentzian pulse shape (the best fit with AC trace).





Figure 11 – Seed and amplified pulse spectra (*a*) and autocorrelation trace of compressed σ -polarized output pulse after 55 round trips (*b*)

The output beam had good quality with an M^2 -factor of about 1.15. Measured output beam caustic and profile for Yb³⁺:CALYO, σ -polarized broad-band seeded chirped pulse RA are shown in Figure 12.





Figure 12 – Output beam caustic (*a*) and profile (*b*)

The profile of the beam remains Gaussian up to the highest output powers.

Mathematical modelling

To estimate the amplified pulse spectra limited mostly by gain crystal characteristics and gain narrowing effect mathematical simulation was made with constant level of intracavity losses ($\approx 5\%$) for wide spectral range covering active crystal gain bandwidth. Simulation was based on the split-step Fourier method [23]. Gain curve was calculated by means of the absorption (ABS) and stimulated emission (SE) cross-section spectra under a certain population of the upper laser manifold of Yb³⁺ ions which corresponds to our experimental conditions. Simulation results are well agreed with experimental results. Amplified pulse spectrum evolution during the amplification in the Yb³⁺:CALYO based chirped pulse RA is shown in Figure 13.



Figure 13 – Evolution of the output pulse spectrum of Yb^{3+} :CALYO chirped pulse RA

Simulated and measured pulse spectra after 110 round trips and dependency of pulse spectral width on the number of cavity round trips for Yb³⁺:CALYO, π -polarized chirped pulse RA are shown in Figure 14.





Figure 14 – Simulated and measured pulse spectra (*a*) and dependency of pulse spectral width on cavity roundtrip (*b*) for Yb³⁺:CALYO, π chirped pulse RA

Simulated and measured pulse spectra after 55 round trips and dependency of pulse spectral width on cavity round trips for Yb³⁺:CALYO, σ -polarized chirped pulse RA are shown in Figure 15.



Figure 15 – Simulated and measured pulse spectra (*a*) and dependency of pulse spectral width on cavity roundtrip (*b*) for Yb³⁺:CALYO, σ chirped pulse RA

It is evident that simulation results are satisfactory agreed with experimental data, especially

for σ -polarisation. Thus, the usage of wide-band femtosecond seed pulses for Yb³⁺:CALYO chirped pulse RA makes it possible to shorten the duration of amplified pulses despite the negative contribution of gain narrowing effect.

Conclusion

The results of experimental investigation of broad-band seeded Yb^{3+} :CaYAlO₄-based chirped pulse regenerative amplifier are reported for the first time to our knowledge. 120 fs-pulses (19.4 nm FWHM) with average output power of 3 W were demonstrated without any gain narrowing compensation technique. Despite the significant reduction of amplified pulse duration the task of improvement group velocity dispersion balance (including high orders of group velocity dispersion) remains relevant.

References

1. Breitling D., Föhl C., Dausinger F., Kononenko T., Konov V. Ultrashort Interaction with Materials. *Femtosecond Technology for Technical and Medical Applications*. F. Dausinger, F. Lichtner, H. Lubatschowski, eds. Springer, Berlin, 2004. **doi:** 10.1007/b96440

2. Russbueldt P., Mans T., Weitenberg J., Hoffmann H.D., Poprawe R. Compact diode-pumped 1.1 kW Yb:YAG Innoslab femtosecond amplifier. *Opt. Lett.*, 2010, vol. 35, pp. 4169–4171. **doi:** 10.1364/OL.35.004169

3. Eidam Tino, Hanf Stefan, Seise Enrico, V. Andersen Thomas, Gabler Thomas, Wirth Christian, Schreiber Thomas, Limpert Jens, Tünnermann Andreas. Femtosecond fiber CPA system emitting 830 W average output power. *Opt. Lett.*, 2010, vol. 35, pp. 94–96. https://doi.org/10.1364/OL.35.000094

4. Fleischhaker R., Gebs R., Budnicki A., Wolf M., Kleinbauer J., Sutter D.H. Compact gigawatt-class sub-picosecond Yb:YAG thin-disk regenerative chirped-pulse amplifier with high average power at up to 800 kHz. 2013 Conference on Lasers and Electro-Optics – International Quantum Electronics Conference (Optical Society of America, 2013), paper CFIE_4_1. https://doi.org/10.1109/CLEOE-IQEC.2013.6801054

5. Schneider W., Ryabov A., Lombosi Cs., Metzger T., Major Zs., Fülöp J.A., Baum P. 800-fs, 330 μJ pulses from a 100-W regenerative Yb:YAG thin-disk amplifier at 300 kHz and THz generation in LiNbO₃. *Opt. Lett.*, 2014, vol. 39, pp. 6604–6607. https://doi.org/10.1364/OL.39.006604.

6. Pouysegur J., Delaigue M., Honninger C., Zaouter Y., Georges P., Druon F., Mottay E. Numerical

and Experimental Analysis of Nonlinear Regenerative Amplifiers Overcoming the Gain Bandwidth Limitation. *Selected Topics in Quantum Electronics, IEEE Journal of*, 2015, vol. 21, no. 1, pp. 212, 219. https://doi.org/10.1109/JSTQE.2014.2321520

7. Caracciolo E., Pirzio F., Kemnitzer M., Gorjan M., Guandalini A., Kienle F., Agnesi A., Aus Der Au J. 42 W femtosecond Yb:Lu2O3 regenerative amplifier. *Opt. Lett.*, 2016, vol. 41, pp. 3395–3398. https://doi.org/10.1364/OL.41.003395

8. Caracciolo E., Kemnitzer M., Guandalini A., Pirzio F., Aus der Au J., Agnesi A. 28-W, 217 fs solid-state Yb:CAlGdO₄ regenerative amplifiers. *Opt. Lett.*, 2013, vol. 38, pp. 4131–4133. https://doi.org/10.1364/OL.38.004131.

9. Raybaut P., Balembois F., Druon F., Georges P. Numerical and experimental study of gain narrowing in ytterbium-based regenerative amplifiers. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 2005, vol. 41, no. 3, pp. 415– 425. **doi:** 10.1109/JQE.2004.841930

10. Kim G.H., Yang J., Chizhov S.A., Sall E.G., Kulik A.V., Yashin V.E., Kang U. A high brightness Q-switched oscillator and regenerative amplifier based on a dual-crystal Yb:KGW laser. *Laser Phys. Lett.*, 2013, vol. 10, 125004 (5 p.). https://doi.org/10.1088/1612-2011/10/12/125004

11. Pouysegur Julien, Delaigue Martin, Zaouter Yoann, Hönninger Clemens, Mottay Eric, Jaffrès Anaël, Loiseau Pascal, Viana Bruno, Georges Patrick, Druon Frédéric. Sub-100-fs Yb:CALGO nonlinear regenerative amplifier. *Opt. Lett.*, 2013, vol. 38, pp. 5180–5183. https://doi.org/10.1364/OL.38.005180

12. Pirzio Federico, Cafiso D. Di Dio Samuele, Kemnitzer Matthias, Guandalini Annalisa, Kienle Florian, Veronesi Stefano, Tonelli Mauro, Aus der Au Juerg, Agnesi Antonio. Sub-50-fs widely tunable Yb:CaYAlO₄ laser pumped by 400-mW single-mode fiber-coupled laser diode. *Opt. Express*, 2015, vol. 23, pp. 9790–9795. https://doi.org/10.1364/OE.23.009790

13. Gao Ziye, Zhu Jiangfeng, Wang Junli, Wei Zhiyi, Xu Xiaodong, Zheng Lihe, Su Liangbi, Xu Jun. Generation of 33 fs pulses directly from a Kerr-lens mode-locked Yb:CaYAlO₄ laser. *Photon. Res.*, 2015, vol. 3, pp. 335– 338. https://doi.org/10.1364/PRJ.3.000335

14. Ma Jie, Huang Haitao, Ning Kaijie, Xu Xiaodong, Xie Guoqiang, Qian Liejia, Ping Loh Kian, Tang Dingyuan. Generation of 30 fs pulses from a diode-pumped graphene mode-locked Yb:CaYAlO₄ laser. *Opt. Lett.*, 2016, vol. 41, pp. 890–893. https://doi.org/10.1364/OL.41.000890

15. Kaminskii A.A., Petrosyan A.G., Ovanesyan K.L., Shirinyan G.O., Butaeva T.I., Markosyan A.A. Two generation channels of the CaYAlO₄ disordered crystal. *Inorganic Materials*, 1991, vol. 27, pp. 426–427. 16. Sumida D.S., Fan T.Y. Effect of radiation trapping on fluorescence lifetime and emission cross section measurements in solid-state laser media. *Opt. Lett.*, 1994, vol. 19, pp. 1343–1345. https://doi.org/10.1364/OL.19.001343

17. Kühn Henning, Fredrich-Thornton Susanne T., Kränkel Christian, Peters Rigo, Petermann Klaus. Model for the calculation of radiation trapping and description of the pinhole method. *Opt. Lett.*, 2007, vol. 32, pp. 1908–1910. https://doi.org/10.1364/OL.32.001908

18. Yasyukevich A.S., Shcherbitskii V.G., Kisel V.E., Mandrik A.V., Kuleshov N.V. Integral method of reciprocity in the spectroscopy of laser crystals with impurity centers. *Journal of Applied Spectroscopy*, 2004, vol. 71, no. 2, pp. 202– 208. https://doi.org/10.1023/B:JAPS.0000032875.04400.a0.

19. Li Dongzhen, Xu Xiaodong, Zhu Haomiao, Chen Xueyuan, Tan Wei De, Zhang Jian, Tang Dingyuan, Ma Jan, Wu Feng, Xia Changtai, Xu Jun. Characterization of laser crystal Yb:CaYAlO₄. *J. Opt. Soc. Am. B 28*, 2011, pp. 1650–1654. https://doi.org/10.1364/JOSAB.28.001650 20. Kisel V.E., Rudenkov A.S., Pavlyuk A.A., Kovalyov A.A., Preobrazhenskii V.V., Putyato M.A., Rubtsova N.N., Semyagin B.R., Kuleshov N.V. Highpower, efficient, semiconductor saturable absorber modelocked Yb:KGW bulk laser. *Opt. Lett.*, 2015, vol. 40, pp. 2707–2710. https://doi.org/10.1364/OL.40.002707

21. Rudenkov Alexander, Kisel Viktor, Matrosov Vladimir, Kuleshov Nikolai. 200 kHz 5.5 W Yb^{3+} :YVO₄-based chirped-pulse regenerative amplifier. *Opt. Lett.*, 2015, vol. 40, pp. 3352–3355. https://doi.org/10.1364/OL.40.003352.

22. Rudenkov Alexander, Kisel Viktor, Yasukevich Anatol, Hovhannesyan Karine, Petrosyan Ashot, Kuleshov Nikolay. Yb³⁺:LuAlO₃ crystal as a gain medium for efficient broadband chirped pulse regenerative amplification. *Opt. Lett.*, 2017, vol. 42, pp. 2415–2418. https://doi.org/10.1364/OL.42.002415

23. Agrawal G.P. Nonlinear Fiber Optics (Fourth Edition). Optics and Photonics, Academic Press, San Diego, 2006, p. 529. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-369516-1.X5000-6.

УДК 621.382

Измерительные преобразователи систем оптической диагностики с многофункциональными одноэлементными фотоприемниками

Воробей Р.И., Гусев О.К., Свистун А.И., Тявловский А.К., Тявловский К.Л., Шадурская Л.И.

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

Поступила 20.07.2018 Принята к печати 28.08.2018

Современные измерительные преобразователи систем оптической диагностики должны автоматически оценивать параметры оптического сигнала и переключаться между различными диапазонами энергетической и спектральной характеристиками чувствительности. Это требует применения нескольких фотоприемников, сложных оптических схем и сложных алгоритмов обработки измерительных сигналов. Целью работы являлся анализ применимости многофункциональных одноэлементных фотоэлектрических преобразователей на базе полупроводников с низкой концентрацией глубокой примеси, формирующей в запрещенной зоне несколько энергетических уровней для разных зарядовых состояний, в измерительных преобразователях систем оптической диагностики.

Относительная сложность физических процессов при перезарядке нескольких энергетических уровней многозарядной глубокой примеси позволяет реализовать многофункциональность фотоэлектрического преобразователя при простой конструкции чувствительного элемента.

Показано, что фотоэлектрические одноэлементные преобразователи характеризуются расширенными функциональными характеристиками и увеличенными диапазонами энергетической (на несколько десятков децибел) и спектральной характеристик чувствительности (со сдвигом на 2–4 мкм в диапазоне спектральной чувствительности 1–10 мкм) с возможностью переключения между поддиапазонами энергетической и спектральной характеристик чувствительности под действием как измерительного сигнала, так и дополнительных управляющих воздействий. В качестве основного материала резистивной или барьерной структуры фотоприемника могут использоваться германий, кремний, полупроводниковые соединения типа A^3B^5 и другие материалы, в том числе совместимые с «не кремниевыми» технологиями и структурами на сапфировых подложках.

Ключевые слова: измерительный преобразователь, оптическая диагностика, датчик многофункциональный, фотоприемник, одноэлементный фотоприемник.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-215-226

| Адрес для переписки: Тявловский К.Л. Белорусский национальный технический университет, пр-т Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь e-mail: ktyavlovsky@bntu.by | Address for correspondence: Tyavlovsky K.L. Belarusian National Technical University, Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus e-mail: ktyavlovsky@bntu.by |
|--|---|
| Для цитирования: Риссей Р.И. Билинов (К. Санинин А.И. Талаганий А.К. | For citation: |
| Ворооеи Р.И., Гусев О.К., Свистун А.И., Гявловскии А.К., Тявловский К.Л., Шадурская Л.И. | Vorobel K.I., Gusev O.K., Svistun A.I., Tyaviovsky A.K., Tyaviovsky K.L., Shadurskaya L.I. |
| Измерительные преобразователи систем оптической диагностики | [Measuring transducers for optical diagnostic system with |
| с многофункциональными одноэлементными фотоприемниками. | multifunctional unitary photovoltaic converters]. |
| Приборы и методы измерений. | Devices and Methods of Measurements. |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 215–226. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 215–226 (in Russian). |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-215-226 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-215-226 |

Measuring transducers for optical diagnostic system with multifunctional unitary photovoltaic converters

Vorobei R.I., Gusev O.K., Svistun A.I., Tyavlovsky A.K., Tyavlovsky K.L., Shadurskaya L.I.

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

Received 20.07.2018 Accepted for publication 28.08.2018

Abstract

Modern measuring transducers for optical diagnostic system should perform automatic parameter estimation of optical signal and automatic switching between different energetic and optical sensitivity ranges. Traditional solution of this problem lies in the field of multi-sensory systems, complex optical schemes and complex signal processing algorithms. The paper aims at the development of new measuring transducers for optical diagnostic system on a basis of multifunctional unitary photovoltaic converters built on semiconductors with low-concentration deep dopants that form multiple energy levels for different charge states in the band gap.

Relative complexity of physical processes accompanying the recharge of several energy levels of multiply-charged deep dopant makes it possible to realize the multifunctionality of a photoelectric converter albeit simple sensor design.

The proposed unitary photovoltaic converters proved to have extended functional characteristics and increased ranges of energetic characteristic (by dozens dB) and spectral sensitivity characteristic with possible shifts of red margin by 2 to 4 μ m in the spectral sensitivity range of 1–10 μ m. Energetic and spectral sensitivity characteristic ranges could be switched either by measurement signal itself or by additional control inputs. Possible materials for resistive or barrier photovoltaic converter structure are Germanium, Silicon, A³B⁵ systems and other semiconductors including that compatible with «non-silicon» technologies and structures on sapphire substrate.

Keywords: measuring transducer, optical diagnostics, multifunctional converter, photovoltaic converter, unitary photovoltaic.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-215-226

| Адрес для переписки: Тявловский К.Л. Белорусский национальный технический университет, пр-т Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь e-mail: ktyavlovsky@bntu.by | Address for correspondence: Tyavlovsky K.L. Belarusian National Technical University, Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus e-mail: ktyavlovsky@bntu.by |
|--|---|
| Для цитирования: | For citation: |
| Воробей Р.И., Гусев О.К., Свистун А.И., Тявловский А.К., | Vorobei R.I., Gusev O.K., Svistun A.I., Tyavlovsky A.K., |
| Тявловский К.Л., Шадурская Л.И. | Tyavlovsky K.L., Shadurskaya L.I. |
| Измерительные преобразователи систем оптической диагностики | [Measuring transducers for optical diagnostic system with |
| с многофункциональными одноэлементными фотоприемниками. | multifunctional unitary photovoltaic converters]. |
| Приборы и методы измерений. | Devices and Methods of Measurements. |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 215–226. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 215–226 (in Russian). |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-215-226 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-215-226 |

Введение

Оптические методы диагностики¹ обеспечивают, как правило, неразрушающий характер контроля, дистанционны, применимы для определения разнородных характеристик изделия - от его геометрических размеров до химического состава. Оптические методы применяются и для контроля технологических и физических процессов. Применение методов оптической диагностики целесообразно в противоположных случаях: когда необходимо исключить влияние средств измерения на объект контроля или в случае, когда сам объект контроля представляет опасность для измерительной аппаратуры и оператора. В основе оптических методов диагностики лежат как определенные модели исследуемого объекта, так и модели оптического сигнала и процессов формирования оптических характеристик сложных объектов, какими являются, например, неоднородная нестационарная плазма, двигательные реактивные установки, биоткани [1-3]. Системы диагностики с использованием оптических методов контроля можно разделить на три группы:

1. Визуальный и визуально-оптический методы основаны на оценке качества изделия оператором, наиболее просты, но характеризуются субъективностью и нестабильностью оценок.

2. Фотометрический, денситометрический, спектральный и телевизионный методы строятся на результатах аппаратурных измерений, обеспечивают объективность контроля, их применение близко к работе с электронно-измерительными приборами.

3. Интерференционный, дифракционный, рефрактометрический, поляризационный, стробоскопический и голографический методы используют волновые свойства света и позволяют производить неразрушающий контроль объектов с чувствительностью до десятых долей длины волны источника излучения.

Задачи оптической диагностики связаны с анализом и регистрацией изображений областей, находящихся в рассеивающих оптическое излучение средах. В любом случае сущность оптических методов сводится к регистрации абсолютной и относительной интенсивностей спектральных линий, полуширины, формы контуров спектральных линий и т. п. Каждому из методов, в зависимости от свойств объекта контроля среды передачи, должна соответствовать своя совокупность свойств источника и приемника излучения.

Характеристики систем оптической диагностики во многом определяются свойствами узлов измерительной системы, которые непосредственно взаимодействуют с объектом контроля. Это источники оптического излучения и фотоприемники измерительных преобразователей. Задачи, стоящие перед измерительными преобразователями систем оптической диагностики, обусловлены процессами, происходящими при взаимодействии внешнего оптического излучения со средой объекта контроля [1-3]. В ряде случаев сам объект контроля является источником излучения. И именно способность фотоприемника и измерительного преобразователя производить предварительную обработку и регистрацию абсолютных и относительных значений мощности оптического сигнала, его спектрального состава, временных параметров и т. д. определяет возможности системы диагностики в целом [4-6]. Сложность объектов контроля, их временная и пространственная нестабильность и неоднородность, широкие динамические диапазоны изменения параметров определяют необходимость использования измерительных преобразователей способных автоматически оценивать величину сигнала и переключаться между несколькими диапазонами измерения [6], формировать измерительный сигнал, определяемый несколькими входными факторами. Построение измерительных преобразователей систем оптической диагностики на базе традиционных фотоприемников требует применения нескольких фотоприемников, сложных оптических схем и сложных алгоритмов обработки измерительных сигналов.

Целью работы является анализ применимости многофункциональных одноэлементных фотоэлектрических преобразователей (ФЭП) на базе полупроводников с низкой концентрацией глубокой примеси, формирующей в запрещенной зоне несколько энергетических уровней для разных зарядовых состояний, в измерительных преобразователях систем оптической диагностики.

¹Контроль неразрушающий. Методы оптические. Термины и определения / Национальный стандарт Российской Федерации. – ГОСТ Р 53696. – 2009.

Измерительные преобразователи систем оптической диагностики

Многофункциональный датчик в общем случае может включать совокупность одного или нескольких конструктивно объединенных чувствительных элементов, размещенных в зоне действия нескольких физических величин, а также формирующих соответствующие сигналы посредством преобразовательных (передаточных) функций [4, 6]. При этом многофункциональность датчика, включая внешнее или внутреннее управление диапазонами измерения, часто реализуется при изменении режимов и параметров питания и электрического смещения на управляющих электродах фотоэлектрического преобразователя ФЭП (рисунок 1).



Рисунок 1 – Измерительный преобразователь системы оптической диагностики

Figure 1 – Measuring transducer for optical diagnostic system

В измерительном преобразователе системы оптической диагностики сигнал с выхода ФЭП поступает на входы микроконтроллера МК, содержащего встроенные узлы аналого-цифровых и цифро-аналоговых преобразователей АЦП, ЦАП, адаптеры интерфейсов для связи с остальными узлами системы оптической диагностики. МК выполняет формирование управляющих сигналов для изменения режимов работы и питания ФЭП, может производить и простые операции предварительной обработки информации, в том числе в зависимости от результата предыдущих процедур измерения. Формирование сигналов управления может производиться или только под действием программы, или в зависимости от сигналов датчиков состояния окружающей среды и внутренних узлов измерительного преобразователя, и в зависимости от внешних управляющих сигналов, поступающих через интерфейс. Выходным сигналом измерительного преобразователя является совокупность значений измерительного сигнала D, содержащая информацию о значимых параметрах образа S* входного оптического сигнала S.

Характеристиками: функциональностью и параметрами ФЭП можно управлять выбором структуры и материала основного полупроводника, технологией изготовления, режимами питания и смещения, дополнительным оптическим излучением [4–8].

Поэтому важной задачей при разработке систем оптической диагностики является оценка возможностей первичных измерительных преобразователей с использованием фотоприемников. Многообразие свойств объектов контроля требует применения в измерительных преобразователях фотоприемников с различными функциональными свойствами, чувствительных или нечувствительных к спектральному составу оптического излучения, чувствительных к слабым оптическим сигналам или сохраняющим чувствительность при высокой интенсивности сигнала [6–7]. В ряде случаев требуется применение фотоприемников чувствительных к нескольким физическим параметрам.

Многофункциональные фотоприемники на основе полупроводников с глубокими многозарядными примесями

Фотоэлектрические преобразователи [4–7] изготавливают на основе либо полупроводников с примесной (с концентрацией до 10¹⁹ см⁻³) проводимостью, либо полупроводников с собственной фотопроводимостью. В первом случае достигается высокая чувствительность, но уже при малой плотности мощности наблюдается насыщение передаточной характеристики. Во втором случае насыщения не происходит и

при высоких плотностях мощности оптического излучения, но чувствительность фотоприемника существенно ниже. В основе предлагаемых для построения измерительных преобразователей систем оптической диагностики ФЭП лежит физическая интеграция процессов внутри объема чувствительного элемента, построенного на базе полупроводника с низкой концентрацией глубокой примеси [6], формирующей в запрещенной зоне несколько энергетических уровней для разных зарядовых состояний, с поверхностно-барьерной или резистивной структурой (рисунок 2).



Рисунок 2 – Конструкция ФЭП (*a*) и энергетические диаграммы собственного полупроводника: (*b*) Ge, легированного Pt (E_1, E_2, E_3 – энергетические уровни платины в зарядовых состояниях (-2, -1), (-3, -2), (-1, 0) *eV*) и энергетические уровни примесей Se и S в кремнии (*c*)

Figure 2 – Photovoltaic converter design (*a*) and energy diagrams of intrinsic semiconductor: (*b*) Ge doped with Pt $(E_1, E_2, E_3 \text{ are Platinum energy levels for charge states (-2, -1), (-3, -2), (-1, 0) eV$) and (*c*) energy levels of Se and S dopants in Silicon

Для формирования таких $\Phi \Im \Pi$ (рисунок 2*a*) в полупроводник 1 с собственной проводимостью вводится известная многозарядная примесь в заданной концентрации и путем использования механизмов управления зарядовым состоянием [9] глубоких примесных центров (рисунок 2b, c) реализуется расширение функциональных возможностей ФЭП и диапазонов преобразования оптического излучения [6, 8]. Конструкция ФЭП на основе собственного полупроводника 1 (рисунок 2а), слаболегированного глубокой примесью акцепторного (рисунок 2b) или донорного типов (рисунок 2с), весьма проста. Однако относительная сложность физических процессов при перезарядке нескольких энергетических уровней многозарядной глубокой примеси позволяет реализовать многофункциональность преобразователя фотоэлектрического $(\Phi \Im \Pi)$ при простой конструкции чувствительного элемента [6]. ФЭП представляет собой фоторезистивную R1, R2 или барьерную структуру VD1 с длинной базой (рисунок 3) в зависимости

от типа используемых контактов 2 и 3 (омический контакт или барьер Шоттки). Контакт 2, через который вводится оптический сигнал S, выполняется полупрозрачным, причем для уменьшения коэффициента оптического отражения поверхность полупроводника может профилироваться. Контакт 4 наносится при необходимости управления свойствами ФЭП с использованием электрического канала управления (R2 на рисунке 3). При управлении характеристиками ФЭП дополнительным оптическим сигналом (S₀ на рисунке 1), часто вне спектрального диапазона чувствительности датчика, он вводится вместе с основным через прозрачный электрод 2 или с торца ФЭП. На рисунке 3 приведены упрощенные обозначения ФЭП на основе полупроводников с глубокими многозарядными примесями. Многофункциональность и возможность управления характеристиками таких ФЭП определяет значительно большую сложность их эквивалентных схем, используемых при моделировании электрических схем измерительных преобразователей.

Например, эквивалентная схема барьерной структуры VD1 с длинной базой со встречно включенными диодами Шоттки включает в себя источники напряжения, управляемые светом, фоторезисторы, элементы цепей внутренней обратной связи.



Рисунок 3 – Приборные структуры ФЭП на основе полупроводников с глубокими многозарядными примесями

Figure 3 – Photovoltaic converter device structures based on semiconductors with deep multiply-charged dopants

Физической основой работы объемно перезаряжаемых светом или электрическим смещением структур является изменение времени жизни и подвижности [8–10] неравновесных носителей заряда в результате их перераспределения по уровням рекомбинации и прилипания многозарядной примеси (рисунок 2b, c). Причем для полупроводников с примесью акцепторного типа изменение постоянных времени жизни и рекомбинации достигает нескольких десятичных порядков [8–10], а для полупроводников с примесью донорного типа это изменение составляет величину менее 1 %, что связано с тем, что энергетические уровни примеси уже заполнены (рисунок 2c).

В фотоприемниках, слабо легированных рядом примесей с акцепторными свойствами [8, 11], примесь формирует два или три глубоких уровня в нескольких зарядовых состояниях. При этом характеристики приборной структуры с глубокими многозарядными примесями определяются в основном характером рекомбинационных процессов через уровни примеси [11]. Закономерности формирования сигнала ФЭП связаны с изменением эффективного времени жизни и подвижности с уровнем инжекции. Зависимость времени жизни основных т, и неосновных т, носителей заряда от уровня возбуждения для германия и кремния, легированного глубокими примесями с несколькими многозарядными уровнями, характеризуется диапазоном изменения до четырех десятичных порядков величины [8, 11]. Моделирование рекомбинационных процессов в приборных структурах с многозарядными примесями [8] показывает, что на зависимости времени жизни основных и неосновных носителей заряда от плотности мощности оптического излучения существуют две области линейной рекомбинации, разделенной областью нелинейной рекомбинации (рисунок 4). Следствием этого является формирование двух поддиапазонов энергетической характеристики с высокой степенью линейности (рисунок 5). На рисунке 4 приведены зависимости концентрации ионов меди в зарядовых состояниях (-3), (-2), (-1) от плотности мощности оптического излучения в германии *п*-типа.



Рисунок 4 – Зависимости концентрации ионов меди в германии *n*-типа в зарядовых состояниях (-3), (-2), (-1), линия 3, 2 и 1 соответственно от плотности мощности оптического излучения (справа энергетическая диаграмма; зарядовые состояния приведены в скобках)

Figure 4 – Dependence graphs of Cuprum ion concentration in *n*-type Germanium for charge states (-3), (-2), (-1), respective lines 3, 2 and 1, on optical power density (right: energy diagram; charge states are given in brackets)

Автоматическая перезарядка зарядовых состояний глубокой многозарядной примеси при увеличении плотности мощности оптического сигнала приводит [8] к формированию двух поддиапазонов энергетической характеристики фотоприемника (рисунок 5).



Рисунок 5 – Энергетические характеристики ФЭП с примесной (*a*) и собственной (*b*) проводимостью, с многозарядными примесными центрами акцепторного (*c*) и донорного (*d*) типа; и соответствующие энергетические диаграммы материалов этих ФЭП

Figure 5 – Energetic performance of photovoltaic converters with dopant conductivity (*a*), intrinsic conductivity (*b*), with multiply-charged donor (*c*) and acceptor (*d*) type dopant centers; and corresponding energy diagrams for these photovoltaic converters materials

Первый поддиапазон соответствует линейной рекомбинации при низких плотностях мощности оптического излучения, меньших некоторого порогового значения J₁, а второй поддиапазон линейности энергетической характеристики наблюдается при высоких плотностях мощности оптического излучения больших Ј_н. При мощности оптического излучения $J < J_I$ большинство примесных ионов находится в зарядовом состоянии (-3), а концентрация зарядовых состояний (-2) и (-1) существенно меньше (рисунок 4). При мощности оптического излучения $J > J_{I}$ большинство ионов многозарядной примеси находятся в зарядовом состоянии (-1), включается энергетический уровень глубокой примеси Е₁, а уровень E_2 не работает. При последовательном заполнении уровней многозарядной примеси во время освещения с увеличивающейся плотностью мощности реализуется передаточная характеристика, обусловленная суммой зависимостей заполненности уровней Е, и Е, Результатом является расширение динамического диапазона чувствительности фотоприемника (рисунок 5). Отметим, что внутри поддиапазонов $J > J_L$ и $J < J_{H}$ энергетическая характеристика фотоприемника практически линейна (с отклонением от линейности не более 1 %), а внутри поддиапазона $J_L < J < J_H$ вид энергетической характеристики может отличаться от линейной [8].

Основой модели, описывающей поведение фоторезистивного ФЭП [4, 8], является система кинетических уравнений, описывающая процессы рекомбинации с участием многозарядной примеси, имеющей произвольное количество (i)уровней в запрещенной зоне полупроводника. В результате моделирования [8] определяются зависимости концентрации ионов примеси в различных зарядовых состояниях (рисунок 4) и зависимости времени жизни основных и неосновных носителей заряда от плотности мощности оптического излучения:

$$\tau_n = \frac{\Delta n}{U_{n1} + U_{n2}}, \ \ \tau_p = \frac{\Delta p}{U_{p1} + U_{p2}}.$$

Границами поддиапазонов энергетической характеристики чувствительности J_L и J_H можно управлять изменением концентрации многозарядной примеси и ее типом [6, 8]. Отметим, что при переходе от одного поддиапазона к другому, вследствие задействования различных энергетических переходов, изменяется и вид спектральной характеристики чувствительности такого ФЭП [6, 11]. При этом диапазон спектральной чувствительности ФЭП перекрывает значения ближнего и среднего ИК излучения (1,2 мкм – 10 мкм), а положение «красной» границы чувствительности может смещаться на величину до нескольких (2–4) мкм.

Несмотря на простоту конструкции фотоэлектрических преобразователей на основе полупроводников с собственной проводимостью, на их основе можно построить ряд многофункциональных одноэлементных сенсоров, чувствительных как к нескольким параметрам оптического излучения, так и к другим воздействующим факторам [6].

Наибольший интерес вызывают некоторые из них. Например, наличие в структуре ФЭП встречно включенных барьерных структур (рисунок 6а) может привести к появлению на спектральной характеристике чувствительности (рисунок 6b) области с инверсией знака фото-ЭДС [6, 11-12]. Такая структура представляет собой по существу функциональный преобразователь, в котором взаимосвязь четырех параметров *I*, λ, $V, \Delta z$ дает возможность функционального выражения одной физической величины через другую (или совокупность нескольких величин) и использования прибора в качестве фотоприемника для сравнения интенсивностей излучения в разных спектральных диапазонах, детектора длины волны монохроматического излучения и др., приема и передачи информации, координатночувствительного элемента [6].





Рисунок 6 – Одноэлементный двухбарьерный ФЭП (*a*) и спектральные характеристики фототока короткого замыкания преобразователя (Ni–nGe(Cu)–Ni) для различных плотностей мощности оптического излучения: 1 - J = 10 мкВт/см²; 2 - J = 5 мкВт/см²; 3 - J = 3 мкВт/см²; 4 - J = 1,5 мкВт/см² (*b*); *c* – характеристика преобразования двухбарьерного ФЭП

Figure 6 – Unitary two-barrier photovoltaic converter (*a*) and short-circuit photocurrent spectral dependencies for (Ni–nGe(Cu)–Ni) converter for different levels of optical power density: $1-J=10 \ \mu\text{W/cm}^2$; $2-J=5 \ \mu\text{W/cm}^2$; $3-J=3 \ \mu\text{W/cm}^2$; $4-J=1,5 \ \mu\text{W/cm}^2$ (*b*); *c* – transducer characteristic of two-barrier photovoltaic converter

При освещении оптическим излучением с одной стороны (только сигнал S_1 или только S_2) двухбарьерный ФЭП характеризуется линейной передаточной характеристикой интенсивности света I и нелинейной характеристикой чувствительности к длине волны (рисунок 6*c*) вследствие [6] поглощения света по глубине структуры,

отражения от передней и тыльной сторон структуры и т. д. Однако при освещении ФЭП с двух сторон оптическим сигналом S_1 анализируемого изображения и сигналом S_2 опорного изображения нелинейности передаточных характеристик взаимно компенсируются и выходной сигнал Jбудет равен нулю при равенстве оптических сигналов S_1, S_2 по обоим параметрам: интенсивности и длины волны света.

Если выводы на противоположных сторонах ФЭП выполнить не в виде полупрозрачных электродов на всей поверхности структуры, а в виде совокупности электродов 1-4 и 5-6, размещенных по контуру структуры (рисунок 7), то такой ФЭП, реализующий функцию оптического компаратора, будет чувствителен также к форме и положению элементов изображения относительно центра структуры [6]. Отметим, что в оптико-электронных компараторах сравниваются не собственно изображения, а сигналы, несущие информацию о наиболее важных свойствах изображения. В простейшем случае используются два фотоприемника, сигналы с выхода которых поступают на входы обычного электронного компаратора для формирования признака равенства оптических сигналов в виде выходного электрического сигнала заданного уровня. Недостатком таких компараторов является низкое быстродействие и невозможность сравнения оптических сигналов по нескольким параметрам одновременно. Оптические компараторы, образованные связанными волноводными разветвлениями [13], характеризуются высоким быстродействием, но имеют сложную конструкцию, приводящую к оптическим потерям, и также не позволяют сравнивать изображения по нескольким параметрам.

Одноэлементный координатно-чувствительный ФЭП (рисунок 7) будет формировать нулевой выходной электрический сигнал, как ФЭП со сплошными электродами, при равенстве всех параметров величин I, λ и Z, где Z – параметры формы и местоположения изображения на чувствительной поверхности ФЭП.

Изменение смещения на парах электродов 1-2 и 3-4 до достижения условия равенства нулю выходного тока позволит определить возможные смещения изображений, формирующих сигналы S_1 , S_2 по координатам X, Y. Изменение смещения между электродами 1-4 и 5-8 также до достижения условия равенства нулю выходного тока позволит определить изменения максимумов в спектре излучения изображений 1 и 2.

Дополнительно параметрами преобразования оптико-электронного компаратора, если в качестве основы ФЭП используется полупроводник слабо легированный глубокой примесью, формирующей несколько уровней с различными зарядовыми состояниями, можно управлять, используя внешнее оптическое излучение [11]. Изменяя интенсивность управляющего излучения, можно управлять концентрацией примеси в различных зарядовых состояниях с разными уровнями энергии ионизации. В зависимости от плотности мощности оптического сигнала (дополнительного или основных сигналов S_1, S_2) реализуются различные зарядовые состояния многозарядной примеси. Изменение интенсивности управляющей подсветки позволяет изменять относительную чувствительность фотоприемного устройства к излучению в диапазоне длин волн λ₁...λ_n из области примесного поглощения (от 1,5 до 12 мкм).



Рисунок 7 – Оптико-электронный компаратор на базе одноэлементного двухбарьерного координатно-чувствительного ФЭП: 1–4 – совокупность электродов на стороне A; 5–8 – совокупность электродов на стороне B; S_1 , S_2 – оптические сигналы

Figure 7 – Photovoltaic comparator based on two-barrier coordinate-sensitive converter: 1-4 – set of electrodes on the side *A*; 5–8 – set of electrodes on the side *B*; S_1, S_2 – optical signals

В зависимости от требуемых диапазонов чувствительности оптико-электронного компаратора по мощности и спектральному составу сравниваемых оптических сигналов ФЭП может быть выполнен на базе различных полупроводниковых материалов и с различной технологией формирования приборных структур. При этом реализация различных характеристик преобразования предложенного оптико-электронного компаратора производится с использованием одноэлементной полупроводниковой структуры без необходимости использования дополнительных оптических элементов.

Структура многофункционального датчика, используемого в составе измерительных преобразователей систем оптической диагностики, в общем случае может включать совокупность одного или нескольких конструктивно объединенных чувствительных элементов, размещенных в зоне действия нескольких физических величин, а также формирующих соответствующие сигналы посредством преобразовательных (передаточных) функций. Фотоприемники на основе полупроводниковых структур с многозарядной примесью характеризуются свойствами управляемости своих параметров (энергетической характеристикой, спекхарактеристикой чувствительности, тральной быстродействием и др.) под действием внешних и внутренних факторов, в первую очередь дополнительного освещения [6, 11]. В связи с этим вызывает интерес дополнение базовых структур одноэлементных фотоприемников [6] комбинированными полупроводниковыми структурами на сапфировых подложках [14]. Важные достоин-

ства сапфировой подложки - отличные диэлектрические характеристики, инертность, способность работы при высоких температурах и механических нагрузках. Поэтому их применяют даже в случаях, когда параметры кристаллической решетки не совсем совпадают с параметрами гетероэпитаксиальных структур. Сапфировые подложки используются для эпитаксии многих полупроводниковых материалов (Si, SiGe, GaN, AlGaN, тройных и четверных соединений типа А³В⁵ и других) и изготовления интегральных схем [15]. Приблизительное совпадение кристалофизических свойств сапфира (постоянная кристаллической решетки, коэффициенты термического расширения) и ряда полупроводниковых материалов позволяют использовать сапфировые подложки для изготовления приборных структур на основе нескольких разнородных материалов, в том числе со свойствами [14-16], не реализуемыми методами традиционных технологий. На рисунке 8 приведена упрощенная приборная структура фотоэлектрического преобразователя 2 на основе полупроводника с глубокой многозарядной примесью и управляющим его характеристиками излучателем 4.



Рисунок 8 – Структура управляемого ФЭП на сапфировой подложке: 1 – сапфировая подложка; 2 – фоторезистивный ФЭП на основе полупроводника с глубокой многозарядной примесью; 3 – выводы ФЭП; 4 – управляющий *p-n* светодиод; 5 – выводы светодиода; 6 – слои изолирующего диэлектрика; 7 – входной оптический сигнал; 8 – управляющее излучение

Figure 8 – Schematic diagram of photovoltaic converter on sapphire substrate: 1 -sapphire substrate; 2 -photoresistive converter based on semiconductor with deep multiply-charged dopant; 3 -photovoltaic converter stubs; 4 -controlling *p-n* LED; 5 -LED stubs; 6 -insulating dielectric layers; 7 -incoming optical signal; 8 - controlling optical emission

В одной приборной структуре совмещаются технологии светодиодных 4 приборов на основе полупроводниковых соединений A³B⁵ и фотоприемных структур 2 на основе Si, Ge, Si: Ge и других материалов [14–17]. При этом входной оптический

сигнал 7 может вводиться в структуру ФЭП как со стороны полупроводниковых слоев 7, так и через подложку 7*, так как сапфир характеризуется и отличными оптическими свойствами в ближнем и среднем ИК оптическом диапазоне.

Заключение

Установлено, что одноэлементные фотоэлектрические преобразователи на базе полупроводников с низкой концентрацией глубокой примеси, благодаря формированию в запрещенной зоне нескольких энергетических уровней для разных зарядовых состояний, позволяют реализовать измерительные преобразователи систем оптической диагностики с новыми функциональными характеристиками и расширенными диапазонами преобразования, чувствительные к нескольким воздействующим факторам различной физической природы. Они также характеризуются увеличенными диапазонами энергетической (на несколько десятков децибел) и спектральной характеристик чувствительности (с переключаемым сдвигом «красной границы» на 2-4 мкм) с возможностью переключения между поддиапазонами энергетической и спектральной характеристик чувствительности под действием как измерительного сигнала, так и дополнительных управляющих воздействий.

Показано, что многофункциональные одноэлементные фотоэлектрические преобразователи на основе полупроводников с собственной проводимостью позволяют реализовать в одном измерительном преобразователе с одноканальной схемой измерения одновременное определение нескольких параметров оптического излучения, например, длины волны и мощности оптического излучения, геометрических параметров изображения, сравнение характеристик изображения по нескольким параметрам одновременно. Выбор материала полупроводника, типа глубокой примеси и ее концентрации позволяют создавать фотоприемники для заданного диапазона плотностей мощности излучения, спектрального диапазона и функциональности.

Показано, что ФЭП с управляемыми характеристиками на основе полупроводников с глубокими многозарядными примесями совместимы с «около кремниевыми» технологиями и технологиями «полупроводник на сапфире». Предложены приборные структуры одноэлементных оптического компаратора и управляемого фотоприемника на сапфировой подложке.

Список использованных источников

1. *Балин, А*. Оптическая диагностика атмосферы / А. Балин // Фотоника. – 2009. – № 5. – С. 30–33.

2. Гуляев, П.Ю. Оптическая диагностика процессов горения и взрыва в порошковой металлургии / П.Ю. Гуляев [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://elib/books/Files/va1998_1/pages/08_p.htm. – Дата доступа: 26.02.2015.

3. *Лысенко, С.А.* Методы оптической диагностики биологических объектов / С.А. Лысенко. – Минск : БГУ, 2014. – 231 с.

4. *Филачёв, А.М.* Фотоприемники в оптикоэлектронных приборах и системах / А.М. Филачёв, И.И. Таубкин, М.А. Тришенков. – М. : Физматкнига, 2016. – 104 с.

5. *Формозов, Б.Н.* Аэрокосмические фотоприемные устройства в видимом и инфракрасном диапазонах / Б.Н. Формозов. – СПб. : СПбГУАП, 2002. – 120 с.

6. *Гусев, О.К.* Методология и средства измерений параметров объектов с неопределенными состояниями / О.К. Гусев [и др.]; под общ ред. О.К. Гусева. – Минск : БНТУ, 2010. – 582 с.

7. *Масол, И.В.* Информационные нанотехнологии. / И.В. Масол, В.И. Осинский, О.Т. Сергеев. – Киев : Изд-во Макрос, 2011. – 560 с.

8. *Гусев, О.К.* Проектирование и управление метрологическими характеристиками фотоэлектрических преобразователей на основе полупроводников с многозарядными примесями / О.К. Гусев, А.И. Свистун, Л.И. Шадурская, Н.В. Яржембицкая // Датчики и системы. – 2011. – № 1. – С. 19–23.

9. Глинчук, К.Д. Рекомбинационные характеристики германия и кремния, используемых в полупроводниковом приборостроении / К.Д. Глинчук, Н.М. Литовченко, Е.Г. Миселюк // Полупроводниковая техника и микроэлектроника. – 1978. – № 21. – С. 3–22.

10. *Яшин, А.Н.* Применимость упрощенной модели Шокли-Рида-Холла для полупроводников с различными типами дефектов / А.Н. Яшин // Физика и техника полупроводников. – 2005. – Т. 39, № 11. – С. 131–133.

11. *Vorobey, R.I.* Photoelectric semiconductor converters with a large dynamic range / R.I. Vorobey [et al.] // Przeglad electrotechniczny. – 2014. – No. 5.– P. 5–78. **doi:** 10.12915/pe.2014.05.16

12. Khudaverdyan, S.Kh. Photo-detecting characteristics of double barrier structures // ELSE-VIER, Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A. – 2003. – Vol. 504/1–3. – P. 350–353. **doi:** 10.1016/S0168-9002(03)00768-X

13. Соколов, С.В. Оптический компаратор. Пат. РФ № 2020551 Кл. G06E3. – 1994.

14. *Козлов, Ю.Ф.* Структуры кремния на сапфире: технология, свойства, методы контроля, применение / Ю.Ф Козлов, В.В. Зотов. – М. : МИЭТ, 2004. – 380 с.

15. Andreou, A.G. Silicon on sapphire CMOS for optoelectronic microsystems / A.G. Andreou [et al.] // Circuits and Systems. – 2001. – Vol. 1. – P. 22–30. doi: 10.1109/7384.963464

16. Витязь, П.А. Наноматериаловедение. / П.А. Витязь, Н.А. Свидунович, Д.В. Куис. – Минск : Вышэйшая школа, 2015. – 511 с.

17. *Wado H*. Epitaxial growth of SiGe on Al_2O_3 using Si_2H_6 gas and Ge solid source molecular beam epitaxy / H. Wado, K. Ohtani, M. Ishida // J.Crystl.Growth. – 1996. – V. 169. – P. 457–462. **doi:** 10.1016/S0022-0248(97)80004-8

References

1. Balin A. [Optical diagnostics of atmosphere]. *Fotonika* [Photonics], 2009, no. 5, pp. 30–33 (in Russian).

2. Gulyaev P.Yu. *Opticheskaya diagnostika processov goreniya i vzryva v poroshkovoy metallurgii* [Optical diagnostics of combustion and explosion processes in powder metallurgy]. Available at: http:// elib/books/Files/va1998_1/pages/08_p.htm (accessed 26.02.2015).

3. Lysenko S.A. *Metody opticheskoy diagnostiki biologicheskikh obyektov* [Optical diagnostic methods for biological objects]. Minsk, BSU Publ., 2014, 231 p.

4. Filachev A.M., Taubkin I.I., Trishenkov M.A *Fotopriyemniki v optiko-elektronnykh priborakh i sistemakh* [Photovoltaic converters in optoelectronic devices and systems]. Moscow, Fizmatkniga Publ., 2016, 104 p.

5. Formozov B.N. *Aerokosmicheskiye fotopriyemnye ustrojstva v vidimom i infrakrasnom diapazone* [Aerospace photodetectors for visible and infrared ranges]. Saint Petersberg, SPbGUAP Publ., 2002, 120 p.

6. Gusev O.K., Vorobey R.I., Zharin A.L., Svistun A.I., Tyavlovsky A.K., Tyavlovsky K.L. *Metodologiya i sredstva izmereniy parametrov objektov s neopredelennymi sostoyaniyami* [Metodology and means of measurement for objects in indefinite states]. Minsk, BNTU Publ., 2010, 582 p.

7. Masol I.V., Osinsky V.I., Sergeev O.T. Informatsionnyje nanotehnologii [Informational nanotechnologies]. Kyev, Makros Publ., 2011, 560 p.

8. Gusev O.K., Svistun A.I., Shadurskaya L.I., Yarzhembitskaya N.V. [Design and management of metrological characteristics of photovoltaic converters based on semiconductors with multiply charged dopants]. *Datchiki i sistemy* [Sensors & Systems], 2011, no. 1, pp. 19–23 (in Russian).

9. Glinchuk K.D., Litovchenko N.M., Miselyuk Ye.G. [Recombination characteristics of Germanium and Silicon used in semiconductor instrumentation engineering] *Poluprovodnikovaya tehnika i mikroelectronika* [Semiconductor technics and microelectronics], 1978, no. 21. pp. 3–22 (in Russian).

10. Yashin A.N. [Applicability of the simplified Shockley-Read-Hall model for semiconductors with different types of defects]. *Fizika i tekhnika poluprovodnikov* [Semiconductors], 2005, vol. 39, no. 11, pp. 131–133 (in Russian).

11. Vorobey R.I., Gusev O.K., Tyavlovsky A.K., Tyavlovsky K.L., Svistun A.I., Shadurskaya L.I., Yarzhembitskaya N.V., Kierczynski K. Photoelectric semiconductor converters with a large dynamic range. *Przeglad electrotechniczny*, 2014, no. 5, pp. 5–78. **doi:** 10.12915/pe.2014.05.16

12. Khudaverdyan S.Kh. Photo-detecting characteristics of double barrier structures. *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research A*, 2003, vol 504/1-3, pp. 350–353. **doi:** 10.1016/S0168-9002(03)00768-X

13. Sokolov S.V. *Opticheskiy komparator* [Optical comparator]. Patent RF, no. 2020551, 1994.

14. Kozlov Yu.F., Zotov V.V. *Struktury kremniya na sapfire: tekhnologiya, svojstva, metody kontrolya, primeneniye* [Silicon-on-sapphire structures: technology, properties, methods of control, applications]. Moscow, MIET Publ., 2004, 380 p.

15. Andreou A.G., Kalayjian Z.K., Apsel A., Pouliquen P.O., Athale R.A., Simonis G., Reedy R. Silicon on sapphire CMOS for optoelectronic microsystems. *Circuits and Systems*, 2001, vol. 1, pp. 22–30. **doi:** 10.1109/7384.963464

16. Vityaz P.A., Svidunovich N.A., Kuis D.V. Nanomaterialovedeniye [Nanomaterials science]. Minsk, Vysheyshaya Shkola Publ., 2015, 511 p.

17. Wado H., Ohtani K., Ishida M. Epitaxial growth of SiGe on Al_2O_3 using Si_2H_6 gas and Ge solid source molecular beam epitaxy. *J. Crystl. Growth*, 1996, vol. 169, pp. 457–462. **doi:** 10.1016/S0022-0248(97)80004-8

Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms in Townsend discharge in argon-mercury mixture with temperature-dependent composition

Bondarenko G.G.¹, Kristya V.I.², Savichkin D.O.², Żukowski P.³

¹National Research University Higher School of Economics, Myasnitskaya str., 20, Moscow 101000, Russia ²Bauman Moscow State Technical University, Kaluga Branch, Bazhenov str., 2, Kaluga 248000, Russia ³Lublin University of Technology, Nadbystrzycka str., 38D, Lublin 20-001, Poland

Received 21.05.2018 Accepted for publication 23.07.2018

Abstract

The mixture of argon and mercury vapor is used as the background gas in different types of gas discharge illuminating lamps. The aim of this work was development of a model, describing transport of electrons, ions and fast atoms in the one-dimensional low-current gas discharge in argon-mercury mixture, and determination of the dependence of their contributions to the cathode sputtering, limiting the device service time, on the temperature.

For simulation of motion of electrons we used the Monte Carlo method of statistical modeling, whereas the ion and metastable excited atom motion, in order to reduce the calculation time, we described on the basis of their macroscopic transport equations, which allowed to obtain their flow densities at the cathode surface. Then, using the Monte Carlo method, we found the energy spectra of ions and fast atoms, generated in collisions of ions with mixture atoms, at the cathode surface and also the effective coefficients of the cathode sputtering by each type of particles.

Calculations showed that the flow densities of argon ions and fast argon atoms, produced in collisions of argon ions with slow argon atoms, do not depend on the temperature, while the flow densities of mercury ions and fast argon atoms generated by them grow rapidly with the temperature due to an increase of mercury content in the mixture.

There are represented results of modeling of the energy spectra of ions and fast atoms at the cathode surface. They demonstrate that at low mercury content in the mixture of the order of 10^{-3} the energies of mercury ions exceed that of the other types of particles, so that the cathode is sputtered mainly by mercury ions, and their contribution to sputtering is reduced at a mixture temperature decrease.

Keywords: gas discharge lamp, low-current discharge, argon-mercury mixture, ion and atom energy spectra, cathode sputtering.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-227-233

| Адрес для переписки: Кристя В.И. Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, Калужский филиал, ул. Баженова, 2, г. Калуга 248000, Россия e-mail: kristya@bmstu-kaluga.ru | Address for correspondence: Kristya V.I. Bauman Moscow State Technical University, Kaluga Branch, Bazhenov str., 2, Kaluga 248000, Russia e-mail: kristya@bmstu-kaluga.ru |
|--|---|
| Для цитирования: | <i>For citation:</i> |
| Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukovski P. | Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukovski P. |
| Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms | Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms |
| in Townsend discharge in argon-mercury mixture with temperature- | in Townsend discharge in argon-mercury mixture with temperature- |
| dependent composition. | dependent composition. |
| Приборы и методы измерений. | <i>Devices and Methods of Measurements.</i> |
| 2018. – T. 9, No 3. – C. 227–233. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 227–233. |
| DOI: 10.21122/220.9506.2018.9.3-227-233. | DOI: 10.211/22/02.9506-2018-9-3-227-233. |

УДК 537.525:621.327.53

Моделирование распыления поверхности катода ионами и быстрыми атомами в таунсендовском разряде в смеси аргон-ртуть с зависящим от температуры составом

Бондаренко Г.Г.¹, Кристя В.И.², Савичкин Д.О.², Жуковский П.³

¹Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», ул. Мясницкая, 20, г. Москва 101000, Россия ²Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, Калужский филиал, ул. Баженова, 2, г. Калуга 248000, Россия ³Люблинский технологический университет, ул. Надбыстрицкая, 38Д, г. Люблин 20-001, Польша

Поступила 21.05.2018 Принята к печати 23.07.2018

Смесь аргона и паров ртути используется в качестве рабочего газа в различных типах газоразрядных осветительных ламп. Целью данной работы являлось построение модели, описывающей перенос электронов, ионов и быстрых атомов в слаботочном разряде в смеси аргон-ртуть, а также определение зависимости их вкладов в распыление катода, ограничивающее срок службы прибора, от температуры.

Для моделирования движения электронов мы применяли метод статистического моделирования Монте-Карло. Перенос ионов и возбужденных атомов с целью сокращения затрат расчетного времени описывали на основе макроскопических уравнений, что позволило найти плотности их потоков у поверхности катода. Затем с использованием метода Монте-Карло находили энергетические спектры ионов и быстрых атомов, образующихся при столкновениях ионов с атомами смеси, у поверхности катода, а также эффективные коэффициенты распыления катода каждым типом частиц.

Расчеты показали, что плотности потоков ионов аргона и быстрых атомов аргона, возникающих при столкновениях ионов аргона с медленными атомами аргона, не зависят от температуры, в то время как плотности потоков ионов ртути и быстрых атомов аргона, образуемых ими, быстро возрастают при увеличении температуры вследствие увеличения содержания ртути в смеси.

Представлены результаты моделирования энергетических спектров ионов и быстрых атомов у поверхности катода. Они демонстрируют, что при малом содержании атомов ртути в смеси порядка 10⁻³ распыление катода происходит, главным образом, ионами ртути, так как их энергии существенно превосходят энергии других типов частиц, причем их вклад в распыление уменьшается со снижением температуры смеси.

Ключевые слова: газоразрядная осветительная лампа, слаботочный разряд, смесь аргон-ртуть, энергетические спектры ионов и атомов, распыление катода.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-227-233

| Адрес для переписки: Кристя В.И. Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, Калужский филиал, ул. Баженова, 2, г. Калуга 248000, Россия e-mail: kristya@bmstu-kaluga.ru | Address for correspondence: Kristya V.I. Bauman Moscow State Technical University, Kaluga Branch, Bazhenov str., 2, Kaluga 248000, Russia e-mail: kristya@bmstu-kaluga.ru |
|--|---|
| Для цитирования: | <i>For citation:</i> |
| Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukovski P. | Bondarenko G.G., Kristya V.I., Savichkin D.O., Żukovski P. |
| Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms | Simulation of cathode surface sputtering by ions and fast atoms |
| in Townsend discharge in argon-mercury mixture with temperature- | in Townsend discharge in argon-mercury mixture with temperature- |
| dependent composition. | dependent composition. |
| 2018. – Т. 9, № 3. – С. 227–233. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 227–233. |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-227-233 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-227-233 |

Introduction

In different types of gas discharge illuminating lamps, the mixture of argon and mercury vapor is used as the background gas [1, 2]. The argon atom number density in it does not depend on the temperature, whereas the mercury atom number density is decreased under its reduction. The most intensive sputtering of the cathode surface in the discharge proceeds directly after the lamp ignition, because its lifetime in the continuous operation mode exceeds considerably that in the periodic turning on and off mode [3]. The mercury ion flow density near the cathode surface at the stage of lamp turning on should increase with the ambient temperature due to rising of the mercury atom number density in the discharge volume. Moreover, in the argon-mercury mixture, besides of the direct ionization of gas atoms by electrons, ionization of mercury atoms by metastable exited argon atoms takes place (the Penning reaction) [4–6], which also increases the mercury ion number density. Therefore, at quite small mercury content in the mixture, its ions can make a significant contribution to the lamp electrode sputtering.

The distributions of ions and fast atoms by energy in gas discharges, as well as the cathode sputtering by them, were studied in a number of works both experimentally and theoretically. However, only discharges in pure noble gases or their mixtures with temperature-independent composition were usually investigated in them [7–15]. For the discharge in the argon-mercury mixture with the temperaturedependent composition and under the existence of the Penning ionization of mercury atoms, though, this question was studied insufficiently. The distributions of ions of the mixture components by energy in the low-current discharge was calculated only in [16] on the basis of the approximation of continuous slowing down of mercury ions in argon without taking into account the stochastic nature of ion-atomic collisions. Besides, the energy spectrum of fast atoms, generated under the charge exchange and elastic scattering of ions on slow argon atoms, which can contribute substantially to the cathode sputtering, was not found in [16].

In this work, a model describing the ion and fast atom motion in the low-current (Townsend) discharge in an argon-mercury mixture, based on the Monte Carlo method, is used. The energy distributions of ions and fast atoms at the cathode surface are calculated and their contributions to its sputtering are found as functions of the mixture temperature.

Mathematical model

Let the gap of length *d* between the parallel planar electrodes with the large transverse dimensions be filled with a mixture of argon with density n_{Ar} and saturated mercury vapor with density n_{Hg} , and the voltage *U* sufficient for ignition of the Town-send discharge is applied to it. If the *z*-axis is directed along the normal to the electrode surfaces, then, since the space charge is rather small in such discharge [16], the electric field in all points is parallel to axis *z* and its strength is equal to E = U/d.

Electrons generated in the discharge gap under the ionization of atoms of the mixture components are accelerated by the field in the direction of the anode, and ions are accelerated to the cathode, colliding with neutral atoms. Simulation of their transport is fulfilled in this work on the basis of the hybrid discharge model [17, 18]. At the first stage, motion of primary electrons (emitted from the cathode and produced in electron-atomic collisions) is calculated using the Monte Carlo method, whereas the ion and metastable excited atom motion, in order to reduce the calculation time, is described on the basis of their macroscopic transport equations. As a result of their solution by the finite-difference method, numbers Δn_{a} of electrons, appearing in a unit time in a unit volume in collisions of heavy particles, are found in each of s intervals of length $\Delta z = d/s$, into which the interelectrode gap is divided. Then the corresponding numbers of secondary electrons, which should be added in the cells of the length Δz under modeling of the electron kinetics by the Monte Carlo method, are found. After that, simulation of electron motion in the discharge gap is performed again taking into account the additional electrons, as well as calculation of the ion and metastable transport. Such cycle is repeated until the relative difference between values of the quantities in successive iterations becomes sufficiently small. As a result, numbers Δn_{iAr} and Δn_{iHg} of argon and mercury ions, appearing in a unit time in a unit discharge volume in each of s intervals of length Δz , are obtained, as well as the argon and mercury ion flow densities $J_{\rm Ar}^{+}$ and $J_{\rm Hg}^{+}$ at the cathode surface.

At the second stage, the energy spectra of ions and fast atoms, produced in collisions of ions with argon atoms, at the cathode surface are found using the Monte Carlo method and the obtained earlier values of Δn_{iAr} and Δn_{iHg} . In the process of calculation, it is being taken into account that when an ion collides with an atom of its parent gas, the resonant charge exchange can occur, resulting in generation of a slow ion with zero energy and a fast atom with the energy equal to the ion energy before the charge exchange. Besides of the charge exchange, the elastic scattering of ions and fast atoms on slow atoms can take place, in which they lose a fraction of their energy and slow atoms become fast ones, i. e. as a result of each elastic collision a new fast atom is produced. Between collisions with slow atoms the fast atoms move rectilinearly and uniformly.

Since the relative content of mercury in the discharge at the stage of lamp ignition is usually small $(n_{\rm H_0}/n_{\rm Ar} = 10^{-5} - 10^{-2})$ [6, 18], only collisions of ions and fast atoms with argon atoms can be taken into account. The trajectory of each fast heavy particle is calculated starting from the point of its formation by solving the equation of its motion sequentially at each time step Δt . The step value is chosen small enough so that the length of the trajectory section passed by the particle during time Δt is much less than its mean path length between collisions with atoms. Whether the particle collides with an atom in such section, its type, as well as the direction of motion and energy ε of the particle after the collision, are determined from the corresponding formulas of the collision theory with using of random numbers [12]. The energy dependencies of the cross sections of argon ion charge exchange on argon atom and isotropic elastic scattering of argon ion and atom on argon atom, taken from [19], are used, as well as the cross section of isotropic elastic scattering of mercury ion on argon atom, found using of the argon and mercury atom gaskinetic radii. The trajectory of each ion is calculated until it reaches the cathode, and the trajectory of each fast atom is calculated until it reaches the cathode or its energy becomes less than 10 eV, since such atoms do not contribute to the cathode sputtering.

As a result of calculations, the energy distribution functions of ions and fast atoms $f_{Ar}(d,\varepsilon)$, $f_{Hg}(d,\varepsilon)$ and $f_{Ar}(d,\varepsilon)$ at the cathode surface are formed. Using them, the effective (averaged over particle energies) coefficients of the cathode surface sputtering by each type of particles are found, defined by expressions [16]:

$$R_{\mathrm{Ar}^{+}} = \int_{\epsilon_{\mathrm{tAr}}}^{eU} Y_{\mathrm{Ar}^{+}}(\varepsilon) f_{\mathrm{Ar}^{+}}(d,\varepsilon) d\varepsilon;$$

$$R_{\mathrm{Hg}^{+}} = \int_{\epsilon_{\mathrm{tHg}}}^{eU} Y_{\mathrm{Hg}^{+}}(\varepsilon) f_{\mathrm{Hg}^{+}}(d,\varepsilon) d\varepsilon;$$
(1)
$$R_{\mathrm{Ar}} = \int_{\epsilon_{\mathrm{tAr}}}^{eU} Y_{\mathrm{Ar}}(\varepsilon) f_{\mathrm{Ar}}(d,\varepsilon) d\varepsilon;$$

where $Y_{Ar^+}(\varepsilon)$, $Y_{Hg^+}(\varepsilon)$ and $Y_{Ar}(\varepsilon) = Y_{Ar^+}(\varepsilon)$ are the yields of cathode material sputtering by argon and mercury ions and fast argon atoms with energy ε , ε_{tAr} and ε_{tHg} are the corresponding threshold sputtering energies, *e* is the elementary charge. Then the flow densities of cathode material atoms, sputtered by different types of particles, are obtained as follows:

$$J_{sAr^{+}} = R_{Ar^{+}}J_{Ar^{+}}; \quad J_{sHg^{+}} = R_{Hg^{+}}J_{Hg^{+}}; \quad J_{sAr} = R_{Ar}J_{Ar},$$
(2)

where J_{Ar} is the fast argon atom flow density at the cathode, which is expressed via J_{Ar^+} and J_{Hg^+} with using of the results of simulation of ion and fast atom motion in the discharge.

Results and discussion

Calculations were performed for the lowcurrent discharge in the interelectrode gap of the length $d = 10^{-3}$ m. It was considered to be filled with a mixture of argon and mercury, in which the number density of argon atoms was assumed to be constant and equal to $n_{\rm Ar} = 6.6 \cdot 10^{22} \, {\rm m}^{-3}$, which corresponds to its pressure p = 266 Pa at the room temperature, whereas the mercury atom number density was dependent on the temperature T [18]. The discharge voltage was equal to 200 V, so that value of the reduced electric field strength E/n in the discharge was $3 \cdot 10^{-18}$ Vm² (where $n = n_{Hg} + n_{Ar}$). In the process of simulation, trajectories of 10^6 argon and mercury ions were calculated with using of the coordinates of their generation, found taking into account the calculated distributions of quantities Δn_{iAr} and Δn_{iHg} along the discharge gap at s = 100. After that, the trajectories of fast atoms, produced in collisions of ions and generated earlier fast atoms with slow argon atoms, were calculated.



Figure 1 – The flow densities of argon ions (Ar^+), mercury ions (Hg^+), fast argon atoms, produced by argon ions (Ar_1), and fast argon atoms, produced by mercury ions (Ar_2), at the cathode surface

The obtained flow densities of ions and fast atoms, bombarding the cathode surface, as function of the mixture temperature are presented in Figure 1. It is seen that the flow densities of argon ions and fast argon atoms, arising in collisions of argon ions with slow argon atoms, do not depend on the temperature, whereas the flow densities of mercury ions and fast argon atoms, produced by them, grow rapidly with temperature due to rising of the mercury content in the mixture by three orders of value at a temperature increase from -30 °C to +30 °C [18].



Figure 2 – The energy spectra of ions and fast atoms at the cathode surface. Designations are the same as in Figure 1

The calculated energy distributions of argon ions, mercury ions and fast argon atoms at the cathode surface are presented in Figure 2. It can be seen in it that most of mercury ions have energies exceeding considerably that of argon ions, because they lose only a fraction of their energy in elastic collisions with argon atoms, whereas argon ions lose all their energy under the charge exchanges on slow argon atoms, and the elastic scattering cross section is less than the charge exchange cross section.



Figure 3 – The flow densities of tungsten atoms, sputtered from the cathode surface by ions and fast atoms. Designations are the same as in Figure 1

It follows from results of calculations that at a temperature increase the energies of mercury ions, as well as the energies of argon ions, are changed insignificantly, because their energy losses occur in collisions of ions with argon atoms, which number density does not depend on the temperature. It is seen also in Figure 2 that under the charge exchange and elastic scattering a large number of fast argon atoms are generated, and mercury ions make a main contribution to this process as their substantial fraction has energies exceeding that of argon ions. In Figure 3, the temperature variation of the flow densities of atoms, sputtered from the tungsten cathode surface by different types of particles, obtained with using of expressions (1), (2) and the experimental dependencies $Y_{Ar^+}(\varepsilon)$ and $Y_{Hg^+}(\varepsilon)$ [20], are shown. It can be seen that at low temperatures near $-30 \,^{\circ}\text{C}$ the main contribution to the cathode sputtering make fast argon atoms generated by argon ions. At temperatures exceeding 0 °C, though, the cathode is sputtered predominantly by mercury ions, because, as it follows from figures 1, 2, their flow density approaching that of argon atoms and their energies are considerably higher than the argon atom energies. Therefore, this factor must be taken into account under investigation of the cathode sputtering in gas discharge lamps.

Conclusion

In this work, simulation of transport of electrons, ions and fast atoms in the one-dimensional lowcurrent gas discharge in argon-mercury mixture, used in gas discharge illuminating lamps, is fulfilled. It is taken into account that at the stage of lamp ignition mercury content in the mixture is small and collisions of fast heavy particles with argon atoms only can be considered. The main types of such collisions are the resonant charge exchange of argon ions on argon atoms and the elastic scattering of argon ions, mercury ions and fast argon atoms on slow argon atoms.

The flow densities of ions and fast atoms bombarding the cathode surface, their energy spectra, the effective rates of tungsten cathode sputtering by ions of both types and fast atoms, and also the flow densities of atoms, sputtered from the cathode by them, are found as functions of the temperature. It is shown that at low mercury content in the mixture of the order of 10^{-3} energies of mercury ions exceed that of the other types of particles, so that the cathode is sputtered mainly by mercury ions, and their contribution to sputtering is decreased at a mixture temperature reduction.

Acknowledgments

This work was performed in frameworks of the program «Organization of Scientific Researches» of the Russian Federation Ministry of Education and Science in Bauman Moscow State Technical University (Project 3.8408.2017/6.7).

Support from the Basic Research Program of National Research University Higher School of Economics is gratefully acknowledged.

Работа выполнена в рамках реализации государственного задания «Организация проведения научных исследований» Минобрнауки РФ в МГТУ им. Н.Э. Баумана (проект 3.8408.2017/6.7), а также в рамках Программы фундаментальных исследований Национального исследовательского университета «Высшая школа экономики».

References

1. Samukawa S., Hori M., Rauf S., Tachibana K., Bruggeman P., Kroesen G., Whitehead J.C., Murphy A.B., Gutsol A.F., Starikovskaia S., Kortshagen U., Boeuf J.-P., Sommerer T.J., Kushner M.J., Czarnetzki U., Mason N. The 2012 plasma roadmap. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2012, vol. 45, no. 25, pp. 253001. **doi:** 10.1088/0022-3727/45/25/253001

2. Schwieger J., Baumann B., Wolff M., Manders F., Suijker J. Backcoupling of acoustic streaming on the temperature field inside high-intensity discharge lamps. J. Phys.: Conf. Ser., 2015, vol. 655, pp. 012045. doi: 10.1088/1742-6596/655/1/012045

3. Hadrath S., Beck M., Garner R.C., Lieder G., Ehlbeck J. Determination of absolute Ba densities during dimming operation of fluorescent lamps by laser-induced fluorescence measurements. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2007, vol. 40, no. 1, pp. 163–167. **doi:** 10.1088/0022-3727/40/1/009

4. Kristya V.I., Fisher M.R. Monte Carlo simulation of gas ionization in the interelectrode gap of a lowcurrent discharge in an argon-mercury mixture. *Bull. Russ. Acad. Sci.: Phys.*, 2010, vol. 74, no. 2, pp. 277–280. **doi:** 10.3103/S106287381002036X

5. Sobota A., van den Bos R.A.J.M., Kroesen G., Manders F. Transition between breakdown regimes in a temperature-dependent mixture of argon and mercury using 100 kHz excitation. *J. Appl. Phys.*, 2013, vol. 113, no. 4, pp. 043308. **doi:** 10.1063/1.4789598

6. Bondarenko G.G., Fisher M.R., Kristya V.I. Modeling of the effect of temperature and field-induced electron emission from the cathode with a thin insulating film on the Townsend discharge ignition voltage in argon-mercury mixture. *Vacuum*, 2016, vol. 129, pp. 188–191. **doi:** 10.1016/j.vacuum.2016.01.008

7. Bogaerts A. Comprehensive modelling network for dc glow discharges in argon. *Plasma Sources Sci. Technol.*, 1999, vol. 8, no. 2, pp. 210–229. **doi:** 10.1088/0963-0252/8/2/003

8. Hagelaar G.J.M., Kroesen G.M.W., Klein M.H. Energy distribution of ions and fast neutrals in microdischarges for display technology. *J. Appl. Phys.*, 2000, vol. 88, no. 5, pp. 2240–2245. **doi:** 10.1063/1.1287758

9. Capdeville H., Pedoussat C., Pitchford L.C. Ion and neutral energy flux distributions to the cathode in glow discharges in Ar/Ne and Xe/Ne mixtures. *J. Appl. Phys.*, 2002, vol. 91, no. 3, pp. 1026–1030. **doi:** 10.1063/1.1430891

10. Liu C., Wang D. Monte Carlo simulation of ions inside a cylindrical bore for plasma source ion implantation. *J. Appl. Phys.*, 2002, vol. 91, no. 1, pp. 32–35. **doi:** 10.1063/1.1421239

11. Yoon S.J., Lee I. Theory of the lifetime of the MgO protecting layer in ac plasma display panels. *J. Appl. Phys.*, 2002, vol. 91, no. 4, pp. 2487–2492. **doi:** 10.1063/1.1433928

12. Ito T., Cappelli M.A. Ion energy distribution and gas heating in the cathode fall of a direct-current microdischarge. *Phys. Rev. E*, 2006, vol. 73, no. 4, pp. 046401. **doi:** 10.1103/PhysRevE.73.046401

13. Ito T., Cappelli M.A. On the production of energetic neutrals in the cathode sheath of direct-current discharges. *Appl. Phys. Lett.*, 2007, vol. 90, no. 10, pp. 101503. **doi:** 10.1063/1.2711416

14. Wang H., Sukhomlinov V.S., Kaganovich I.D., Mustafaev A.S. Simulations of ion velocity distribution functions taking into account both elastic and charge exchange collisions. *Plasma Sources Sci. Technol.*, 2017, vol. 26, no. 2, pp. 024001. **doi:** 10.1088/1361-6595/26/2/024001

15. Sukhomlinov V.S., Mustafaev A.S., Murillo O. Ion energy distribution function in the wall layer at a negative wall potential with respect to the plasma. *Phys. Plasmas*, 2018, vol. 25, no. 1, pp. 013513. **doi:** 10.1063/1.5017309

16. Kristya V.I., Savichkin D.O., Fisher M.R. Modeling of cathode sputtering in a low-current gas discharge in a mixture of argon with mercury vapor. *J. Surf. Investig.*, 2016, vol. 10, no. 2, pp. 441–444. **doi:** 10.1134/S1027451016020300

17. Bondarenko G.G., Fisher M. R., Kristya V.I. Simulation of charged and excited particle transport in the low-current discharge in argon-mercury mixture. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 2012, vol. 406, pp. 012031. **doi:** 10.1088/1742-6596/406/1/012031

18. Bondarenko G.G., Fisher M.R., Kristya V.I. Influence of temperature on the ionization coefficient and ignition voltage of the Townsend discharge in an argonmercury vapor mixture. *Technical Physics*, 2017, vol. 6, no. 2, pp. 223–229. **doi:** 10.1134/S1063784217020050

19. Phelps A.V. The application of scattering cross sections to ion flux models in discharge sheaths. *J. Appl. Phys.*, 1994, vol. 76, no. 2, pp. 747–753. **doi:** 10.1063/1.357820

20. Andersen H.H., Bay H.L. Sputtering by Particle Bombardment I. *Physical Sputtering of Single-Element Solids*, ed. R. Behrisch. Berlin-Heidelberg, Springer, 1981, p. 145.
Algorithm and mathematical model for geometric positioning of segments on aspherical composite mirror

Conquet B.¹, Zambrano L.F.^{2,1} Artyukhina N.K.², Fiodortsev R.V.², Silie A.R.^{2,1}

¹National Center of Optical Technologies, Los Proceres Ave, sector La Pedregosa, housing 4, Merida 5101, Venezuela ²Belarusian National Technical University, Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus

Received 23.07.2018 Accepted for publication 27.08.2018

Abstract

In recent years, the largest terrestrial and orbital telescopes operating in a wide spectral range of wavelengths use the technology of segmented composite elements to form the main mirror. This approach allows: to expand the spectral operating range from 0.2 to 11.0 μ m and to increase the diameter of the entrance pupil of the receiving optical system, while maintaining the optimal value of the exponent m_s – mass per unit area.

Two variants of adjusting the position of mirror segments are considered when forming an aspherical surface of the second order, with respect to the base surface of the nearest sphere, including geometrical and opto-technical positioning.

The purpose of the research was to develop an algorithm for solving the problem of geometric positioning of hexagonal segments of a mirror telescope, constructing an optimal circuit for traversing elements when aligning to the nearest radius to an aspherical surface, and also to program the output calculation parameters to verify the adequacy of the results obtained.

Various methods for forming arrays from regular hexagonal segments with equal air gaps between them are considered. The variant of construction of arrays through concentric rings of an equal step is offered.

A sequential three-step method for distributing mosaic segments is presented when performing calculations for aligning the aspherical surface: multipath linear; multipath point; block trapezoidal.

In the course of mathematical modeling an algorithm was developed to solve the problem of geometric positioning of flat hexagonal segments of a mirror telescope. In the *Python* programming language, program loops are designed to form the data array necessary to construct a specular reflective surface of a given aperture. In the software package *Zemax*, the convergence of optical beams from flat hexagonal elements to the central region of the aspherical surface is verified.

Keywords: hexagonal, hexagonal segment, geometric and opto-technical positioning, composite mirror, algorithm, model.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-234-242

| Адрес для переписки: | Address for correspondence: |
|---|---|
| Конкет Б. | Conquet B. |
| Национальный центр оптических технологий, | National Center of Optical Technologies, |
| пр-т Лос Процерес, сектор Ла Педрегоса, корпус 4, | Los Proceres Ave, sector La Pedregosa, housing 4, |
| г. Мерида 5101, Венесуэла | Merida 5101, Venezuela |
| e-mail: conquetber@gmail.com | e-mail: conquetber@gmail.com |
| Для цитирования: | <i>For citation:</i> |
| Conquet B., Zambrano L.F., Artyukhina N.K., Fiodortsev R.V., Silie A.R. | Conquet B., Zambrano L.F., Artyukhina N.K., Fiodortsev R.V., Silie A.R. |
| Algorithm and mathematical model for geometric positioning of segments | Algorithm and mathematical model for geometric positioning |
| on aspherical composite mirror. | of segments on aspherical composite mirror. |
| Приборы и методы измерений. | <i>Devices and Methods of Measurements.</i> |
| 2018. – Т. 9, № 3. – С. 234–242. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 234–242. |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-234-242 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-234-242 |

УДК 535.317

Алгоритм и математическая модель геометрического позиционирования асферического составного зеркала

Конкет Б.¹, Самбрано Л.Ф.^{2,1}, Артюхина Н.К.², Фёдорцев Р.В.², Силие А.Р.^{2,1}

¹Национальный центр оптических технологий, пр-т Лос Процерес, сектор Ла Педрегоса, корпус 4, г. Мерида 5101, Венесуэла ²Белорусский национальный технический университет, пр-т Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь

Поступила 23.07.2018 Принята к печати 27.08.2018

В последние годы крупнейшие наземные и орбитальные телескопы, работающие в широком спектральном диапазоне длин волн, при формировании главного зеркала используют технологию сегментированных составных элементов. Такой подход позволяет: расширить спектральный рабочий диапазон от 0,2 до 11,0 мкм и увеличить диаметр входного зрачка приемной оптической системы, при сохранении оптимального значения показателя m_s – масса на единицу площади. Цель исследований заключалась в разработке алгоритма для решения задачи геометрического позиционирования гексагональных сегментов зеркального телескопа, построения оптимальной схемы «обхода» элементов при юстировке на ближайший радиус к асферической поверхности, а также программной апробации выходных расчетных параметров с целью проверки адекватности полученных результатов.

Рассмотрены два варианта юстировки положения зеркальных сегментов при формировании асферической поверхности второго порядка, относительно базовой поверхности ближайшей сферы, включающие геометрическое и оптотехническое позиционирование.

Рассмотрены различные методики формирования массивов из регулярных шестиугольных сегментов с равными воздушными промежутками между ними. Предложен вариант построения массивов через концентрические кольца равного шага.

Представлена последовательная трехступенчатая методика распределения сегментов мозаики при выполнении расчетов по юстировке асферической поверхности: многолучевая линейная; многолучевая точечная; блочная трапецеидальная.

В ходе проведения математического моделирования разработан алгоритм для решения задачи геометрического позиционирования плоских гексагональных сегментов зеркального телескопа. На языке программирования *Python* составлены циклы программы для формирования массива данных необходимых для построения зеркальной отражающей поверхности заданной апертуры. В программном пакете *Zemax* выполнена проверка сходимости оптических лучей от плоских гексагональных элементов в центральную область асферической поверхности.

Ключевые слова: гексагональный, шестиугольный сегмент, геометрическое и оптотехническое позиционирование, составное зеркало, алгоритм, модель.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-234-242

| Адрес для переписки: | Address for correspondence: |
|---|---|
| Конкет Б. | Conquet B. |
| Национальный центр оптических технологий, | National Center of Optical Technologies, |
| пр-т Лос Процерес, сектор Ла Педрегоса, корпус 4, | Los Proceres Ave, sector La Pedregosa, housing 4, |
| г. Мерида 5101, Венесуэла | Merida 5101, Venezuela |
| e-mail: conquetber@gmail.com | e-mail: conquetber@gmail.com |
| Для цитирования: | <i>For citation:</i> |
| Conquet B., Zambrano L.F., Artyukhina N.K., Fiodortsev R.V., Silie A.R. | Conquet B., Zambrano L.F., Artyukhina N.K., Fiodortsev R.V., Silie A.R. |
| Algorithm and mathematical model for geometric positioning | Algorithm and mathematical model for geometric positioning |
| of segments on aspherical composite mirror. | of segments on aspherical composite mirror. |
| Приборы и методы измерений. | <i>Devices and Methods of Measurements</i> . |
| 2018. – Т. 9, № 3. – С. 234–242. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 234–242. |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-234-242 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-234-242 |

Introduction

In recent years, the largest terrestrial telescopes operating in a wide spectral range of wavelengths use the technology of segmented composite mirrors [1–4]. A typical representative of this class is the Keck Observatory of two telescopes (Keck Telescope) Mauna Kea, Hawaii (1996), in which two 10 meter mirrors consist of 36 segments.

The most well-known method of aligning segmented mirrors is described in the works of Mast and Nelson [5] and found practical application in the alignment of Keck telescopes. According to this method, each individual segment is described as a local curve of an aspherical surface, and all together they form a common curve of the aspherical surface. Segments have different geometric dimensions and a distorted hexagonal shape, i. e. elongate in the radial direction to ensure minimization of the intersegment gap area. The exact mutual position of the mirror segments relative to the base surface is established in two steps [6].

The first stage involves geometrical positioning, during which the plane segments are displaced along three linear directions (along the coordinate axes OX, OY and OZ in the base coordinate system) and the maximum reduction of all optical rays in the central region close to the center of the curvature of the mirror is achieved.

The second stage of opto-technical positioning is carried out in three angular directions with respect to the top of the mirror segment (two slopes with respect to the optical axis and rotation around it) and minimization of the wave front difference (aberrations) at the working wavelength of the telescope (Figure 1). The error in positioning and relative positioning of individual segments should not exceed the dimensions of the working wavelength [7].



Figure 1 - Diagram of geometric and opto-technical positioning of mirror segments

The comparison method involves the process of positioning each individual mirror segment relative to a common reference surface by means of actuators (eg piezo drives).

The correct geometrical positioning of the mirror segment is performed under the condition that the normal vectors constructed from the center of the flat surface of each segment must intersect at one calculated point on the axis *OZ* coinciding with the center of curvature of the base spherical surface. The tangent plane in space is determined by three Cartesian or spherical coordinates (Figure 1) [8].

However, in practice it is impossible to realize completely identical mirror segments, and their normals do not converge at the point of the double focal length of the mirror spheroid, but in some region of this point. The optimization problem usually reduces to minimizing this region of convergence, as well as to reducing the difference between the real and calculated wavefronts, both for the entire composite mirror, and for each segment separately [9].

In [6], the efficiency of using the method of geometric computer positioning of 20 controllable hexagonal mirror segments forming a 500 mm composite mirror for 1 hour with an error of not more than 0.01 mm is shown in [6]. In the classical scheme of alignment of similar elements using an autocollimator, it takes about 20 hours. It should be noted that the complexity of the alignment increases exponentially, so it took 1 year to set up a composite

telescope mirror Gran Telescopio CANARIAS with a diameter of 10.4 m (73 m^2).

The purpose of the research was to develop an algorithm for solving the problem of geometric positioning of hexagonal segments of a mirror telescope, constructing an optimal circuit for traversing elements when aligning to the nearest radius to an aspherical surface, and also to program the output calculation parameters to verify the adequacy of the results obtained.

Determining the geometric parameters of segments

When developing an imitative mathematical model of a mirror and facilitating the task of its subsequent calculation, a number of constructive assumptions and evaluation criteria are introduced.

In particular, we will assume that the segments and intersegment intervals of the mirror are located at equal and regular intervals over the entire composite surface area.

1) Tangent plane and position of segments.

The surface of each segment is determined by its curvature and the normal to it. For this reason, the position of one segment in space is equivalent to the position of the tangent plane constructed with respect to the center of symmetry of this segment in the chosen coordinate system. The tangent plane in space is given by three coordinates in a Cartesian or spherical coordinate system. The geometric position of each mirror segment is described along three linear directions in the Cartesian coordinate system.

2) Regular hexagon as a segment pattern.

Figure 2 shows a regular hexagon with six symmetries of reflection (symmetry of six lines) and six rotational symmetries (rotational symmetry of the sixth order). In general, the hexagon is the tallest regular polygon that allows regular segment mosaics to be performed.



Figure 2 – Symmetry variants of a regular hexagon: a – reflex; b – rotational

Segmented mirrors with regular hexagons can significantly reduce the cost of manufacturing. The hexagonal shape of the segments has significant advantages from the technological point of view, since it facilitates the process of grinding and polishing the reflecting working surface of the mirror. In addition, when mounting segments on supports, convenient placement of actuators and sensors at the edge points is provided for their subsequent positioning and optimal position control [10].

3) The projection of segments and the coordinate system *OXYZ*.

The segmented mirror is described in such a way that when projecting onto the *XOY* plane, the individual segments are a circular array of regular and evenly spaced hexagons relative to the main optical axis collinear with the geometric axis *OZ* [11].

In the plane of the optical axis, two parameters determine the geometry of the projection of segments: the length of the side of the segment and the intersegment gap. The length of the side of the segment is determined by the distance between two adjacent vertices of the projected segment, while the intersegment gap is determined by the distance between the two sides of the adjacent projected segments.

4) Intersegment gaps and constraints imposed.

Intersegment gaps allow avoiding contact between adjacent segments and are assigned taking into account processing tolerances, in addition they allow compensation of gravitational and thermal deformations of the mirror cell [12]. The geometric size of the gap should be as small and uniform as possible across the entire width [13].

5) Segmentation approach.

In order to minimize the distortion of segments caused by the curvature of the aspherical mirror surface, two possible approaches to segmentation are proposed:

a) Consider the case of a mosaic with regular hexagons and equal gaps across the surface. According to Dan Curley's method [11], we make the assumption that all segments are identical flat hexagons, with the best relative position relative to the common aspherical surface. In the first approximation on a flat surface we create an array of identical regular hexagons separated by homogeneous gaps.

b) An alternative technique was proposed by Mast and Nelson for the TMT (Thirteen-meter telescope) [13], according to which hexagonal segments are not separated by spaces. An array of regular hexagonal segments of the same size forms a local surface curve and is placed in the *XOY* plane.

In this paper, the development of the algorithm for the geometric positioning of segmented mirrors was performed for the first segmentation version with divided air gaps.

6) Concentric rings.

Taking as a basis the symmetry of a regular hexagon, the configuration of each segment is performed through concentric rings from a central hexagon located on the entire surface (Figure 3). The simplest case is a segmented mirror of six hexagonal mirrors attached to the central hexagon. However, in the case of a large segmented mirror, it is necessary to add *n* concentric rings $(i_1 \dots i_n)$.



Figure 3 – Concentric rings of a hexagon in the XOY plane

The radius of the first ring R_1 is defined as the distance L_1 between the centers of the first hexagon and its adjacent hexagon, according to the following formula:

 $R_1 = \sqrt{3}A + GAP.$

The length of the side of the hexagon as a function of apophema (apothem) is determined from the expression:

$$A = \frac{2\sqrt{3}}{3}B.$$
Then

$$R_1 = 2B + GAP_2$$

where *A* and *B* are, respectively, the length of the side and the height of the hexagon; *GAP* is the air gap between two adjacent hexagons; R_{nearest} – the nearest radius to the aspherical surface. The angle φ is bounded by a ray from the origin of coordinates to the center of each segment and the *OX* axis in the plane *XOY*. The angle φ for the main diagonals for the first and second mosaic is $\varphi = 30^{\circ}$, 90°, 150°, 210°, 270° and 330°. We use the index

 j_d to denote the basic diagonals of the arrangement. On the other hand, the is index represents each ring from the center to the last.

Thus, the radius of any subsequent ring n can be described by the following expression:

$$R_n = i_n (2B + GAP).$$

Figure 4 shows circles r_c and a circle of radius r_i of a hexagon, as well as diagonals. The radii are represented by the following formulas:

$$r_c = A$$
,
 $r_i = \frac{\sqrt{3}}{2}A$ or $r_i = \frac{\sqrt{3}}{2}r_c$.

The diagonals are represented by the following formulas:

$$d_m = 2A \text{ or } d_m = 2r_c;$$

 $d = \sqrt{3}A \text{ or } d = 2r_c;$



Figure 4 - Radii and diagonals of the hexagon

The longest diagonal d_m of a regular hexagon, connecting diametrically opposite vertices, is twice as long as one side. The short diagonal d_s is the line between the two vertices.

Equations for positioning a segmented mirror with an aspherical surface

The operation of the algorithm is reduced to checking the condition for ensuring the convergence of the current (actual) values of the center position of each segment of the mirror and its calculated values for the occurrence within the specified tolerance $(\Delta_x, \Delta_y, \Delta_z)$.

The trajectory of the «circumvention» of segments in the calculation is carried out according to the following schemes, shown in Figure 5 – three basic versions of the mosaic are shown with the distribution of segments over the surface of the mirror, taken into account in the calculation.



Figure 5 – Sequence distribution of segments of the mosaic when performing calculations for alignment of the aspheric surface: blue – multi-beam linear; yellow – multi-point; red – block trapezoidal

Taking into account the above considerations, the three general equations determine the geometry of the mosaics from the segmented mirrors, as described below.

The first multi-beam linear mosaic from segments

To calculate the coordinates of the mosaic segments from the first ring and the main (long) diagonals $j_1 \dots j_6$, we use the following equations:

$$\begin{split} X &= i_{m \ (m=1...n)} L_1 \cos{(\phi)}; \\ Y &= i_{m \ (m=1...n)} L_1 \sin{(\phi)}; \\ Z &= (X^2 + Y^2)/(2R_{\text{nearest}}), \end{split}$$

where i_m – current value of the segment in the ray j_m .

The second multi-beam point mosaic from segments

To calculate the coordinates of the point diagonal mosaic segments shifted by 30 degrees relative to the first multipath circuit, we use the following equations:

$$X = i_{m(m=1...n)} \sqrt{3}L_1 \sin(\varphi);$$

$$Y = i_{m(m=1...n)} \sqrt{3}L_1 \cos(\varphi);$$

$$Z = (X^2 + Y^2)/(2R_{nearest}).$$

For the two mosaic variants considered above, the calculation of the current values of coordinates in the cycle occurs until the following conditions are met:

$$T_i + A \le R_{\text{nearest}}$$

where R_{nearest} – radius of curvature of the nearest sphere to a parabolic surface; T_i – the distance, determining the central position of the current hexagonal segment, is determined by the formula: $T = \sqrt{X^2 + Y^2}$. *Third block trapezoidal mosaic made of segments* To mosaic the remaining segments, we use the following equations:

$$X = kl \frac{\sqrt{3}}{2} L_1 \cos(\varphi) - T_1 \sin(\varphi);$$

$$Y = kl \frac{\sqrt{3}}{2} L_1 \sin(\varphi) - T_1 \cos(\varphi);$$

$$T_1 = (i + 1.5l) L_1;$$

$$Z = (X^2 + Y^2)/(2R_{\text{nearest}}),$$

where k – the index, that transfers the negative current value of the X and Y coordinates to a positive value; l = 1...S + A – range of calculated values of the current position of the segment; i = 1...S – the current value of the segment in the trapezoidal block. The angle φ is set from the middle of the trapezoidal block within 0°...360° in 60°.

To implement the third mosaic, the following conditions must be met:

$$-1 \le k \le 1; \quad 1 \le i < S;$$

$$1 \le l < S + A; \quad T \le (R_{\text{nearest}} d_{prom}/d_m).$$

where d_{prom} – is the average value between longer and shorter diagonals.

The parameters entering into the expression are determined by the formulas:

$$S = R_{\text{nearest}}/L_1.$$

Simulation of a segmented aspherical mirror

Figure 6 shows a block diagram of the algorithm of the program module for forming a mirror working surface of a circular array of segmented hexagonal elements along the nearest sphere of the comparison surface.

The numerical values of the parameters used to simulate the composite segmented mirror are presented in Table.

Table

Design parameters of an aspherical composite mirror

| The form | Hexagonal |
|--|-----------|
| Deformation value σ_s | -1 |
| Radius of curvature of the nearest sphere R_{nearest} | 9000 mm |
| Number of segments <i>n</i> | 85 pieces |
| Intersegment gap GAP | 10 mm |
| Length of a segment A | 500 mm |
| Apothem B | 433 mm |
| Mirror diameter D | 9000 mm |



Figure 6 – Flowchart algorithm for geometric positioning of segmented mirrors

Starting with the mathematical model, the computer algorithm was developed in the *Python* programming language for geometric positioning of segments. Using the algorithm, we got one of the types of files with the «*.uda» extension, which shows a list with the positions of each segment in the *OXYZ* coordinate system. We used the resulting file in the *Zemax RFP* to simulate a composite mirror. Figure 7*a* shows the results of simulation of a segmented mirror with a parabolic surface in the *Zemax RFP*.





b

Figure 7 – Simulation modeling of a composite parabolic mirror: a – is the main projection; b – the spatial position of the segments in the correction of the wave front

Zemax allows you to simulate a mirror with an adaptive optical system in both sequential / mixed mode and in a purely non-sequential mode with the optimal position of the sloping segments to minimize aberrations. For the analysis, we introduce random aberrations on the input wavefront representing atmospheric effects, and optimize the slopes and z-positions of the segments to minimize aberrations in the image plane (Figure 7b).

Conclusion

Formulas for describing the coordinates of the centers of hexagonal segments are presented and boundary conditions are defined. A variant of a sequential «bypass» of segments of a mosaic of an array of elements is presented: multibeam linear; multi-point and block trapezoidal. An algorithm

is developed to solve the problem of geometric positioning of flat hexagonal segments of a mirror telescope, which provides a minimum alignment time for the aspherical surface.

In the *Python* programming language, program loops are designed to form the data array necessary to construct a specular reflective surface of a given aperture. The work of the developed algorithm of geometrical positioning is checked. A circular array of 85 hexagonal elements is formed, equivalent to the diameter of a mirror with an aperture of 9000 mm.

In the software package *Zemax*, the convergence of optical beams from flat hexagonal segments to the central region of the aspherical surface is verified.

References

1. Sabelhaus P.A., Decker J.E. An overview of the James Webb Space Telescope (JWST) project. *Proceeding of SPIE*, 2004, vol. 5487. **doi:** 10.1117/12.549895

2. Olczak G., Wells C., Fischer D.J., Connolly M.T. Wavefront calibration testing of the James Webb Space Telescope primary mirror center of curvature optical assembly. *Proceeding of SPIE*, 2012, vol. 8450–84500R. **doi:** 10.1117/12.927003

3. Demin A.V. [A mathematical model of the process of aligning composite mirrors]. *Instrument making*, 2015, vol. 58, no. 11, pp. 901–907 (in Russian). **doi:** 10.17586/0021-3454-2015-58-11-901-907

4. Demin A.V., Kovalev I.A. The Mathematical model and the simulation modelling algorithm of the multitiered mechanical system. *ABC Journal of Advanced Research*, 2013, vol. 2 (1), iss. 3, pp. 44–48. **doi:** 10.18034/abcjar.v2il.427

5. Mast T., Nelson J. TMT-internal communication: MT Primary Mirror Segment Shape, TMT Report, no. 58, 2004.

6. Demin A.V., Mendeleyev L.M. [Algorithm for alignment of composite mirrors of high-aperture telescopes]. *News of Higher Education. Instrument making*, 2014, vol. 57, no. 1, pp. 51–56 (in Russian).

7. Poleshuk A.G., Korolkov V.P., Nasyrov R.K. [Diffraction optical elements for controlling the parameters of laser radiation and precise control of the shape of aspherical surfaces]. *Interexpo Geo-Siberia*, 2015, vol. 5, no. 2, pp. 232–238 (in Russian).

8. Demin A.V., Rostokin P.V. [Algorithm for align-ment of composite mirrors]. *Computer Optics*, 2017, vol. 41, no. 2, pp. 291–294 (in Russian). **doi:** 10.18287/2412-6179-2017-41-2-291-294

9. Rabysh A.Yu., Demin A.V. [Algorithm for composing composite objects (for example, a mirror)]. *Scientific and Technical Herald of Information* *Technologies, Mechanics and Optics*, Saint Petersburg State University of Information Technologies, Mechanics and Optics Publ., 2018, vol. 18, no. 4, pp. 31–36 (in Russian).

10. Strom S.E., Stepp L., Brooke G. Giant Segmented Mirror Telescope: a point design based on science drivers. *Angel J.R.P. and Gilmozzi, R. editors, Future Giant Telescopes-SPIE 4840*, 2003, pp. 116–128.

11. Kerley D. Distributed control of a segmented

telescope mirror, master's thesis, university of Victoria, BC, Canada, 2010.

12. Amodei D., Padin S. Mirror with regular hexagonal segments. *Applied optics*, 2008, vol. 42, no. 25, pp. 5130–5135.

13. Baffles, C., Baffles C., Mast T., Nelson J., Ponslet E., Stephens V., Stepp L., Williams E. Primary Mirror Segmentation Studies for the Thirty Meter Telescope. *Proceeding of SPIE*, 2008, vol. 7018. **doi:** 10.1117/12.790206 УДК 624.01:620.184.6(084.4)

Применение метода дифракции обратно рассеянных электронов в исследованиях микроструктуры при определении причин разрушения металлических конструкций

Маркова Л.В., Коледа В.В., Колодинская Н.С.

Институт порошковой металлургии Национальной академии наук Беларуси, ул. Платонова, 41, г. Минск 220005, Беларусь

Поступила 17.07.2018 Принята к печати 27.08.2018

Применение метода дифракции обратно рассеянных электронов позволяет по-новому взглянуть на структурные изменения материала в целом и на процессы разрушения металлических конструкций в частности. Целью данной работы являлось применение метода дифракции обратно рассеянных электронов для выявления характерных отличительных особенностей строения материала на участках под изломом и вдали от него.

Дифракция обратно рассеянных электронов является методом, который позволяет определить ориентировки индивидуальных зерен, локальную текстуру, а также идентифицировать фазы в исследуемом образце. Этим методом можно определить локальные и общие деформации, количество рекристаллизованных и деформированных зерен, размер и разориентацию зерен и др.

Представлены результаты исследования фрагмента мачты агрегата для бурения и ремонта скважин грузоподъемностью 200 т (APC-200) с установлением характерных структурных различий между участками под изломом и вдали от него.

Установлено появление и развитие субзеренной структуры на участке под изломом. Показано, что материал мачты изготавливался из проката, для которого не проводили дополнительной термообработки, и разрушение могло произойти практически в любой точке.

Ключевые слова: сканирующий электронный микроскоп, дифракция обратнорассеянных электронов, разориентация границ зерен, углы Эйлера, прямые и обратные полюсные фигуры.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-243-253

| Адрес для переписки: Колодинская Н.С. Институт порошковой металлургии Национальной академии наук Беларуси, ул. Платонова, 41, г. Минск 220005, Беларусь e-mail: iscentr@tut.by | Address for correspondence: Kolodinskaya N.S. Powder Metallurgy Institute of the National Academy of Science of Belarus, Platonov str., 41, Minsk 220005, Belarus e-mail: iscentr@tut.by |
|---|---|
| Для цитирования: | For citation: |
| Маркова Л.В., Коледа В.В., Колодинская Н.С. | Markova L.V., Koleda V.V., Kolodinskaya N.S. |
| Применение метода дифракции обратно рассеянных электронов | [Application of the electron backscateered diffraction method |
| в исследованиях микроструктуры при определении причин | in microstructure research for determining |
| разрушения металлических конструкций. | of causes of metal structures destruction]. |
| Приборы и методы измерений. | Devices and Methods of Measurements. |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 243–253. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 243–253 (in Russian). |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-243-253 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-243-253 |

Application of the electron backscateered diffraction method in microstructure research for determining of causes of metal structures destruction

Markova L.V., Koleda V.V., Kolodinskaya N.S.

Powder Metallurgy Institute of the National Academy of Science of Belarus, Platonov str., 41, Minsk 220005, Belarus

Received 17.07.2018 Accepted for publication 27.08.2018

Abstract

The application of the diffraction method for backscattered electrons allows us to take a fresh look at the structural changes in the material as a whole and on the processes of destruction of metal structures in particular. The aim of this work was to apply the method of diffraction of backscattered electrons to reveal the characteristic distinctive features of the structure of the material in areas under the fracture and away from it.

The diffraction of backscattered electrons is a method that allows one to determine the orientation of individual grains, the local texture, and also to identify the phases in the sample under research. This method can determine local and general deformations, the number of recrystallized and deformed grains, the size and misorientation of grains, etc.

The results of a study of the mast fragment of the unit for drilling and repairing wells with a carrying capacity of 200 tons (APC-200) are presented with the establishment of characteristic structural differences between the sites under the fracture and away from it.

The appearance and development of a subgrain structure at the site under the slope is established. It is shown that the material of the mast was made of rolled metal, for which no additional heat treatment was carried out, and destruction could occur at almost any point.

Keywords: scanning electronic microscope, diffraction of backscattered electrons, differentiation of borders of grain, Eyler's corners, direct and reverse pole figures.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-243-253

| Адрес для переписки: Колодинская Н.С. Институт порошковой металлургии Национальной академии наук Беларуси, ул. Платонова, 41, г. Минск 220005, Беларусь e-mail: iscentr@tut.by | Address for correspondence: Kolodinskaya N.S. Powder Metallurgy Institute of the National Academy of Science of Belarus, Platonov str., 41, Minsk 220005, Belarus e-mail: iscentr@tut.by |
|---|---|
| Для цитирования: | For citation: |
| Маркова Л.В., Коледа В.В., Колодинская Н.С. | Markova L.V., Koleda V.V., Kolodinskaya N.S. |
| Применение метода дифракции обратно рассеянных электронов | [Application of the electron backscateered diffraction method |
| в исследованиях микроструктуры при определении причин | in microstructure research for determining |
| разрушения металлических конструкций. | of causes of metal structures destruction]. |
| Приборы и методы измерений. | Devices and Methods of Measurements. |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 243–253. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 243–253 (in Russian). |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-243-253 | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-243-253 |

Введение

Развитие исследований в области металлургии привело к разработке новых сплавов, улучшению контроля их химического состава, а также совершенствованию химико-термической обработки. Большие успехи были достигнуты в повышении сопротивления материалов разрушению. Эксперту часто приходится определять природу разрушения, например устанавливать, является ли разрушение следствием усталости или перегрузки. В отдельных случаях для получения ответа на этот вопрос может оказаться достаточным визуальное обследование конструкционного элемента. Однако в других случаях может потребоваться анализ поверхности разрушения (фрактографические исследования) с использованием высокотехнологичных приборов, таких как оптический, просвечивающий или растровый электронные микроскопы. Фрактография в настоящее время широко применяется в фундаментальных исследованиях разрушения как инструмент для прогнозирования поведения материалов при эксплуатации, а также как средство при анализе эксплуатационных разрушений. Макроскопический вид поверхности излома часто используют для оценки степени вязкости металла. В соответствии с концепциями механики разрушения вязкость является тем механическим свойством, которое наиболее тесно связано с сопротивлением разрушению. Как правило, поверхность излома содержит остаточные признаки, которые указывают на протяженность при разрушении высокоэнергетического (вязкого) и низкоэнергетического (хрупкого) распространения трещин. Все, что определяет величину вязкости, а именно: природа материала, из которого изготовлена деталь, ее величина и форма, температура, среда и способ нагружения - косвенно изменяет вид излома. Поверхность излома практически всегда содержит остаточные признаки, которые указывают на размер при разрушении вязкой и хрупкой составляющих распространения трещины. Поэтому характерные особенности строения изломов каждого сплава не постоянны от излома к излому, а изменяются в зависимости от изменения вязкости, связанных с конкретной термической обработкой и структурой исследуемых образцов. Интерес к точному определению очага разрушения связан с тем, что очень важно установить, что было причиной разрушения. Предварительное исследование излома направлено на выявление всех особенностей рельефа, которые могут помочь определить очаг разрушения [1].

Как правило, основной причиной любого разрушения являются напряжения (как приложенные, так и остаточные), величина которых превышает предел прочности материала. Эти напряжения могут возникнуть при воздействии комплексных факторов, каждый из которых необходимо оценить для однозначного определения причины разрушения.

Развитие современной высокоразрешающей техники исследований изломов позволяет исследовать напряжения, изменения размера зерен, локальные и общие деформации и многие другие параметры на уровне атомарных разрушений [2–12].

Целью данной работы являлось применение метода дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ) для выявления характерных отличительных особенностей строения материала на участках под изломом и вдали от него (метод *EBSD – Electron Backscateered Diffraction*).

Материал и методика исследования

В качестве материала исследований были взяты два фрагмента мачты агрегата для бурения и ремонта скважин грузоподъемностью 200 т (АРС-200). В процессе монтажа мачты произошла деформация верхней секции при выдержке под нагрузкой 250 т. Для исследований были взяты фрагменты мачты на участках непосредственно в районе излома и вдали от излома. Мачта изготовлена из стали марки 17ГС (ГОСТ 19281-2014 «Прокат повышенной прочности»).

Исследование микроструктуры проводили на световом микроскопе «*MeF-3*» фирмы *Reichert* (Австрия) при увеличении ×50. Твердость по Бринеллю определялась на твердомере ТШ-2М по ГОСТу 9012-59. Ударную вязкость определяли по ГОСТу 9454-78. Исследование дифракционной картины структуры проводили на аттестованном сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения *Mira* фирмы *Tescan* (Чехия) с микрорентгеноспектральным анализатором и EBSD-детектором.

Дифракция обратно рассеянных электронов является методом, который позволяет определить ориентировки индивидуальных зерен, локальную текстуру, а также идентифицировать фазы в исследуемом образце.

Для получения картин дифракции обратно рассеянных электронов с помощью растрового электронного микроскопа полированный образец наклоняют под углом 70° к горизонтали. Электронный зонд направляют в интересующую точку на поверхности образца: упругое рассеяние падающего пучка вынуждает электроны отклоняться от этой точки непосредственно внутри образца на глубину 15–20 нм и отражаться от кристаллических плоскостей со всех сторон, образуя конус.

В случаях, когда удовлетворяется условие Вульфа-Брэгга для плоскостей атомов решетки кристалла, образуется по два конусообразных пучка дифрагированных электронов для каждого семейства кристаллических плоскостей. Эти конусы электронов можно сделать видимыми, поместив на их пути фосфоресцентный экран, а вслед за ним - высокочувствительную камеру для наблюдения (например, цифровую камеру ССД). В месте, где конусообразные пучки электронов пересекаются с фосфоресцентным экраном, появляются тонкие полосы (полосы Кикучи). Каждая из этих полос соответствует определенной группе кристаллических плоскостей. Результирующие картины ДОРЭ (EBSD) состоят из множества полос Кикучи. С помощью специальных программ автоматически определяется положение каждой из полос Кикучи, проводится сравнение с теоретическими данными по соответствующей кристаллической фазе и быстро вычисляется трехмерная кристаллографическая ориентация.

Для обработки данных, полученных при анализе образцов методом *EBSD*, использовался программный модуль *Tango*, позволяющий получать широкий спектр реконструированных структур построением различных карт *EBSD*.

Результаты и их обсуждение

Предварительное исследование морфологии излома показало, что очаг разрушения находится на изгибе фрагмента мачты. На этом же участке на поверхности излома присутствуют следы белой краски. Краска на поверхность излома могла попасть только в процессе покраски конструкции, что свидетельствует о том, что в мачте агрегата еще до эксплуатации присутствовала микротрещина, в которую затекла краска. Долом располагается между основным и вторичным очагами разрушения. На всей поверхности излома наблюдаются радиальные рубцы. На отдельных участках присутствует шевронный узор, свидетельствующий о высокой скорости развития трещины. Присутствие грубых радиальных рубцов и шевронных узоров говорит о высоких нагрузках, используемых в процессе испытаний (рисунок 1).



Рисунок 1 – Общий вид фрагмента мачты агрегата для бурения и ремонта скважин: 1 – участок вдали от очага разрушения; 2 – участок под очагом разрушения

Figure 1 – The general view of the mast fragment of the unit for drilling and repairing wells: 1 - a site away from the focus of fracture; 2 - a site under fracture

Определено, что микроструктура в очаге разрушения и доломе строчечная феррито-перлитная. В очаге наблюдаются множественные вторичные трещины, возникшие при испытаниях. Перлитные строки имеют волнообразный вид, что связано с деформацией. В доломе строки разорваны и параллельны друг другу. Наблюдаемая микроструктура характерна для сильно деформированного состояния материала, испытывающего большие нагрузки. Твердость по Бринеллю равна 200 НВ, что в переводе чисел твердости во временное сопротивление по таблицам ASTM составляет 680 МПа, что свидетельствует о том, что материал находился в состоянии нормализации. Это подтверждает и микроструктура материала балки в стороне от разрушения.

Исходя из проведенного комплекса исследований общего материаловедения установлено, что причиной разрушения мачты агрегата *APC*-200 явилось наличие микротрещины на изгибе фрагмента мачты (со следами краски), образованной до испытаний под нагрузкой. Присутствие трещины в материале снизило прочностные характеристики и явилось очагом разрушения. Проведение испытаний на гидравлическом стенде с выдержкой под нагрузкой 248 тонн силы превысило прочность данного материала в этом сечении, что привело к быстрому одномоментному развитию существующей трещины. Исследования разрушений методом *EBSD* позволяют наблюдать характерные кристаллографические особенности металлов и регистрировать изменения структуры в области очага разрушения. В результате предварительного анализа установлено, что основной фазой исследуемого материала является фаза *Iron bcc (old)* – железо, имеющее ОЦК решетку.

Карты контрастов в методе *EBSD* характеризуют размер зерен, толщину их границ и деформацию материала.

Полученные карты контрастов показывают, что структура материала, находящегося в стороне от излома, имеет крупнозернистое строение, средний размер зерен колеблется от 130

до 160 мкм. Количество мелких зерен не превышает 2 %. Границы зерен четко выражены (рисунок 2b). Несколько другая картина наблюдается в структуре материала, находящегося непосредственно в районе излома. Внутри крупных зерен наблюдается появление новых границ, которые только начинают просматриваться. Это свидетельствует о том, что в данном случае идет процесс измельчения зерен. Размер зерен на этом участке колеблется от 3 до 100 мкм. Границы их утолщены, о чем свидетельствует малая контрастность кикучи-картин. Малая контрастность кикучи-картин говорит о высокой дефектности границ зерен как старых, так и вновь образовавшихся (рисунок 2a).



Рисунок 2 – Карта «Контраст Полос» (*a*, *b*) и характер разориентация зерен в плоскости *X* (*c*–*j*): *a*, *c* – участок под изломом; *b*, *d* – участок вдали от очага разрушения; *e*–*j* – углы Эйлера для карт разориентации зерен

Figure 2 – Map «Contrast of Strips» (*a*, *b*) and the misorientation of grains character in the *X*-plane (*c*–*j*): *a*, *c* – a site under fracture; *b*, *d* – a site away from the focus of fracture; e-j – Euler angles for maps of the misorientation of grains

Все вышесказанное свидетельствует о том, что перед разрушением мачты агрегата происходил процесс измельчения зеренной структуры, который в данном случае не прошел до конца. Все это свидетельствует о значительной деформации материала. Как видно из карт контрастов (рисунок 2a, b), с увеличением степени деформации материала контраст ухудшается вследствие большей напряженности кристаллической решетки при большей деформации. Кроме того, существуют различия в контрастности, обусловленной уровнем искажения решетки в теле и на границе зерен. В теле зерна они меньше, а у границ – больше.

Существенный вклад в определение свойств материала вносит разориентация зерен. Для визуализации разориентации зерен строят карты ориентировок (углов Эйлера). Такие карты можно построить в пространстве как углов Эйлера, так и обратных полюсных фигур. В пространстве Эйлера каждой точке на участке сканирования присваивается определенная ориентировка, характеризующаяся тремя углами Эйлера, которые дают однозначное положение элементарной ячейки в пространстве (рисунок 2c-j).

Альтернативой пространству углов Эйлера является пространство обратных полюсных фигур. В этом случае каждой точке сканирования присваиваются индексы Миллера, которые также дают представление об однозначном положении элементарной ячейки в пространстве. В вершинах треугольника (рисунок 2*e*-*j*) расположены индексы Миллера (111), (101), (001). Таким образом, если точка на поверхности исследуемого материала имеет ориентировку (111), то она окрашена в синий цвет, если (001) – в красный, а если (101) – зеленый. В случае, когда точка имеет отличную от данных ориентировку, она окрашена в соответствующий цвет. На рисунке 2d показаны карты ориентировок зерен для материала мачты в стороне от очага разрушения. Анализ представленных данных показывает, насколько однородно распределены ориентировки в исследуемом материале. В данном случае мы видим достаточно равномерное распределение ориентировок зерен по всем трем направлениям. В районе очага разрушения (рисунок 2с) появляются области, тяготеющие к ориентировке (101). Они окрашены в зеленый цвет. Это объясняется тем, что в металлах с ОЦК решеткой основной плоскостью скольжения является плоскость (101). Поэтому в районе излома наблюдается увеличение площади зеленых участков, на картах ориентировок. Это свидетельствует о том, что в районе разрушения прошли деформационные изменения структуры.

Метод *EBSD* позволяет количественно определять величину углов разориентации границ зерен. Границы разориентировки выше 15° относятся к большеугловым границам зерен (БУГ), а меньше 15° – к малоугловым (МУГ). Анализ полученных структур (рисунок 3a, b) показал, что в обоих образцах существуют замкнутые и незамкнутые границы зерен, причем на участке в стороне от излома количество незамкнутых границ очень незначительно и зерна в основном окружены БУГ. В этом образце основная масса границ (65,1 %) имеют угол разориентации порядка 1,5°.

В структуре образца в районе излома наблюдается очень большое количество незамкнутых границ зерен. 57 % остальных границ имеют разориентацию порядка 1,5° (МУГ). Большое количество оборванных границ зерен указывает на незавершенность процесса формирования дислокационной структуры и границ вследствие активных деформационных процессов. В нашем случае активные деформационные процессы вызваны достаточно быстрым протеканием процессов разрушения мачты. Это позволяет говорить об одномоментном разрушении и отсутствии усталостного разрушения (рисунок 3a, b). В зависимости от угла разориентации границы окрашены в тот или иной цвет.

Так, границы с углом разориентации до 10° проведены тонкими черными линиями, толстая черная линия – 10–20°, фиолетовый – 20–30°, синий – 30–40°, голубой – 40–50°, зеленый – свыше 50°.

Отличительная особенность пластической деформации металла состоит в том, что деформация начинается только в том случае, когда внешнее напряжение в кристалле достигает критического скалывающего напряжения или предела текучести в той плоскости и в том направлении, в котором оно осуществляется, что соответствует закону критического скалывающего напряжения (закон Шмида). При этом первой начнет действовать система, в которой раньше всего достигает своего максимального значения компонента внешнего напряжения. При определенных ориентировках кристалла сдвиг может начаться по нескольким системам скольжения. Фактор Шмида имеет максимальное значение 0,5. Макроскопический сдвиг возникает при выполнении условия,

когда напряжение сдвига в данной системе скольжения достигает максимального значения, так называемого критического напряжения сдвига. Интересную информацию дают карты напряжения сдвига (карты Шмида) для системы скольжения <111> (110) (рисунок 3*c*, *d*). Выбор такой системы справедлив потому, что в данном случае анализируется материал, имеющий ОЦКрешетку, а в металлах с ОЦК-решеткой скольжение происходит главным образом по плоскостям (110) в направлении <111>. Следовательно, в нашем случае такая система скольжения будет наиболее информативной, т. к. карты Шмида



показывают, в каком зерне раньше начнется деформация при одноосной нагрузке. В тех областях, где цвет зерна светло-зеленый, деформация начнется раньше, чем в темно-зеленых. Исходя из выше сказанного, можно с уверенностью говорить, что материал мачты, располагающийся в стороне от места разрушения, находится в деформированном состоянии (фактор Шмида составляет 0,3–0,45). Имеются зерна и темно-зеленого, и светло-зеленого цвета. Присутствие деформации зерен в данном случае объясняется технологией изготовления мачты, т. е. не был проведен отпуск материала после прокатки.



Рисунок 3 – Характер распределение фаз и углов разориентации зерен (*a*, *b*) и характер распределения напряжения сдвига («Фактор Шмида») (*c*, *d*): *a*, *c* – участок под изломом; *b*, *d* – участок вдали от очага разрушения

Figure 3 – The character of the distribution of the phases and the angles of grain misorientation (a, b) and the character of distribution of displacement stress («Schmid Factor») (c, d): a, c - a site under fracture; b, d - a site away from the focus of fracture

В районе разрушения фактор Шмида колеблется от 0,4 до 0,5. Все зерна на этом участке сильно деформированы (рисунок 3*c*, *d*).

Одним из факторов, характеризующих состояние материала, является характер распределения микронапряжений. Примененный метод исследований *EBSD* позволяет построить карты распределения микронапряжений на поверхности исследуемого образца. Самые высокие микронапряжения фиксируются на участках с высокой плотностью дислокаций, которая вызывает высокие внутренние искажения кристаллической решетки материала. В нашем случае из полученных картин распределения микронапряжений хорошо видно, что площадь микронапряжений в материале в стороне от излома несколько меньше в отличие от материала в районе разрушения (рисунок 4*a*, *b*). Это свидетельствует о более высокой плотности дислокаций в районе разрушения.



Рисунок 4 – Характер распределения микронапряжений (*a*, *b*) и характер распределения рекристаллизованных зерен (*c*, *d*)*: *a*, *c* – участок под изломом; *b*, *d* – участок вдали от очага разрушения

*На карте распределения рекристаллизованных зерен красным цветом обозначены деформированные зерна, синим – рекристаллизованные, желтым – зерна в исходном состоянии.

Figure 4 – The character of the distribution of microstresses (*a*, *b*) and the character of the distribution of recrystallized grains (*c*, *d*) *: *a*, *c* – a site under fracture; *b*, *d* – a site away from the focus of fracture

*On the map of the distribution of recrystallized grains, red indicates deformed grains, blue – recrystallized grains, yellow – grains in the original state.

Площадь, занимаемая микронапряжениями в районе разрушения, составляет более 60 % относительно всей площади исследования. Структура материала в районе разрушения характеризуется большим количеством сильно искаженных кристаллических решеток. Присутствие микронапряжений в материале в стороне от очага разрушения объясняется отсутствием отпуска данного материала после прокатки. Наличие таких напряжений позволяет предположить, что разрушение данной конструкции могло начаться на любом участке. Данное предположение подтверждает наличие точечных кольцевых микронапряжений (рисунок 4*a*, *b*).

В основе рекристаллизации зерен лежат следующие условия:

- зерна не должны иметь субструктуру;

- зерна должны быть окружены большеугло-

выми границами;

- зерна должны быть размером до 4 мкм.

Анализ полученных результатов показывает, что в данном случае в стороне от излома (рисунок 4d) рекристаллизованные зерна занимают 5,6 % от общего объема, деформированные – 10,8 %, остальные зерна находятся в исходном состоянии (83,6 %). Принципиально другая картина наблюдается в структуре образца, расположенного непосредственно под изломом (рисунок 4c). Здесь рекристаллизованные зерна составляют только 0,7 % от объема, зерна в исходном состоянии – 1,8 %. Все остальные зерна подверглись деформации в процессе разрушения (97,5 %). По всей исследованной поверхности наблюдаются единичные, размером менее 1 мкм, субзерна, достаточно равномерно располагающиеся по поверхности исследованного участка.

Таким образом, видно, что при разрушении основным механизмом разрушения является деформация зеренной структуры.

Количественный анализ размера зерен показал, что как в исходном образце, так и в образце под изломом размер зерен лежит в пределах от 1 до 10 мкм. Под изломом наблюдается увеличение количества мелких зерен с 75 % от объема в исходном образце до 90 % в образце под изломом.

Коэффициент формы основной массы зерен (степень овальности) находится близко к кругу как в образце под изломом, так и в образце в стороне от излома. Это свидетельствует о том, что в процессе разрушения существенного изменения формы зерен не происходит (рисунок 5*a*, *b*).



Рисунок 5 – Распределение зерен по размерам (a, b); прямые (c, e) и обратные (d, f) полюсные фигуры участков для фазы *Iron bcc* (*old*): a, c, d – участок под изломом; b, e, f – участок вдали от очага

Figure 5 – Distribution of grains by size (a, b); direct (c, e) and inverse (d, f) pole pieces of the sections for the *Iron bcc* (*old*) phase: a, c, d - a site under fracture; b, e, f - a site away from the focus of fracture

Текстура материала на макроуровне характеризуется прямыми и обратными полюсными фигурами. На рисунке 5*c*, *e* представлены прямые полюсные фигуры для плоскостей (100), (110), (111) образцов стали, вырезанной в стороне от излома (рисунок 5*e*) и непосредственно под изломом (рисунок 5*c*). В стали, взятой в стороне от излома, наблюдается множество хаотично расположенных острых пиков большой интенсивности, что свидетельствует о кристаллографических механизмах формирования текстуры. Под текстурой следует понимать наличие в кристалле преимущественной ориентации. В образце, взятом непосредственно под изломом, наблюдается заметное снижение интенсивности пиков, что проводит к размытию текстур. Следовательно, в этом случае в процессе деформации были активно развиты некристаллографические механизмы: сдвиг по границам зерен и динамическая рекристаллизация. При этом нельзя исключить влияния кристаллографического скольжения, хотя его вклад в формирование текстуры менее выражен. Наличие одного острого текстурного максимума в плоскости (100) свидетельствует о присутствии в обоих случаях рекристаллизованных зерен, что подтверждено выше.

Анализ обратных полюсных фигур дает информацию не только о наличии текстуры в материале, но и о механизмах, протекающих в процессе обработки (рисунок 5d, f).

Анализ обратных полюсных фигур материала, взятого в стороне от излома (рисунок 5*f*), показал, что во всех трех направлениях (X, Y, Z) видна высокая полюсная плотность, что свидетельствует о наличии ярко выраженной текстуры в материале. Наличие высокой полюсной плотности в направлениях <100> и <111> говорит о присутствии текстуры прокатки в данном случае. Анализ образца, взятого под изломом (рисунок 5*d*), показал, что полюсная плотность выхода нормалей плоскостей существенно снизилась и изменила положение. Это свидетельствует о присутствии некристаллографических механизмов деформации.

Заключение

Дополнительное применение метода дифракции обратно рассеянных электронов (*EBSD*) при определении причин разрушения металлических конструкций дает наиболее полную картину происходящих изменений в структуре материала в процессе разрушения.

Установлено, что в материале мачты присутствуют различия в структурных преобразованиях. Так, участок под изломом значительно деформирован, практически отсутствуют зерна в изначальном состоянии, установлено появление и развитие субзеренной структуры. Установлена связь между степенью деформации и картами контрастов: с увеличением степени деформации материала контраст ухудшается. Выявлено, что в районе очага разрушения появляются области, относящиеся к ориентировке (101), т. к. для ОЦК решетки основной плоскостью скольжения является плоскость (101). Анализ распределения микронапряжений показал, что материал в районе разрушения характеризуется большим количеством сильно искаженных кристаллических решеток. Также установлено, что даже материал, находящийся в стороне от излома, имеет достаточно высокую степень деформации, а это значит, что мачта изготовлена из проката, для которого не проводили отпуск, и разрушение могло начаться практически в любой точке.

Список использованных источников

1. Атлас производственных разрушений различных конструкций / А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск : Беларуская наука, 2016. – 325 с.

2. Возможности метода дифракции обратно рассеянных электронов для анализа структуры деформированных материалов / В.Н. Варюхин, Е.Г. Пашинская, А.В. Завдовеев, В.В. Бурховецкий. – Киев : Наукова думка, 2014. – 104 с.

3. *Meibom, A.* Heidelbach Revealing hidden microstructures using forescatter detectors / Anders Meibom, Florian // HKL Technology. – 2001. – P. 11.

4. *Cuthbert, S.* Ultra high pressure phase transformations in eclogite rocks / S. Cuthbert, T. Carswell // HKL Technology. – 2001. – No. 10.

5. *Ubhi, H.S.* Understanding the Deformation of Quartz Rocks / H.S. Ubhi // HKL Technology. – 2001. – No. 9.

6. *Heidelbach, F.* Contrasting grain types in a ceramic thick film / F. Heidelbach // HKL Technology. – 2001. – No. 8.

7. *Blackford, J.* Grain size, grain boundary and quantitative texture analysis of a Cu thin film / J. Blackford // HKL Technology. -2001. - No. 7.

8. *Xiang, X.-D.* Combinatorial Materials Synthesis and Screening: An Integrated Materials Chip Approach to Discovery and Optimization of Functional Materials / X.-D. Xiang // Annual Review of Materials Science. – 1999. – No. 29.

9. *Zhao, J.C.* A combinatorial approach for efficient mapping of phase diagrams and properties / J.C. Zhao // Journal of Materials Research. – 2001. – No. 16.

10. *Woodfield*, *A.P.* The influence of Microtexture on Fatigue Behavior in Titanium Alloys / A.P. Woodfield, J.A. Sutliff // Microscopy and Microanalysis. – 1997. – Vol. 3, Supp. 2. – 571 p.

11. Yamrom, B. Visualizing Polycrystalline Orientation Microstructure with Spherical Color Maps / B. Yamrom, J.A. Sutliff, A.P. Woodfield // Visualization 94, Proceedings of Visualization 94'. – Washington, 1994. – P. 46–51.

12. *Chen, C.P.* Investigating Laser Beam Welded Duplex Stainless Steel / C.P. Chen // HKL Technology. – 2001. – No. 3.

References

1. Il'yushchenko A.F., Markova L.V., Chekan V.A., Fomikhina I.V., Koleda V.V. *Atlas proizvodstvennykh razrushenii razlichnykh konstruktsii* [Atlas of industrial destructions of various structures]. Belarusskaya nauka Publ., 2016, p. 325 (in Russian).

2. Varukhin V.N., Pashinskaya E.G., Zavdoveev A.V., Burkhovetsky V.V. Vozmozhnosti metoda difraktsii obratno rasseyannykh elektronov dlya analiza struktury deformirovannykh materialov [Possibilities of diffraction method for backscattered electrons for analyzing the structure of deformed materials]. Naukova dumka Publ., 2014, p. 104 (in Russian).

3. Meibom A., Florian Dr. Heidelbach Revealing hidden microstructures using forescatter detectors. *HKL Technology*, 2001, no. 11.

4. Cuthbert S., Dr. Carswell T. Ultra high pressure phase transformations in eclogite rocks. *HKL Technology*, 2001, no. 10.

5. Ubhi H.S. Understanding the Deformation of Quartz Rocks. *HKL Technology*, 2001, no. 9.

6. Heidelbach F. Contrasting grain types in a ceramic thick film. *HKL Technology*, 2001, no. 8.

7. Blackford J. Grain size, grain boundary and quantitative texture analysis of a Cu thin film. *HKL Technology*, 2001, no. 7.

8. Xiang X.-D. Combinatorial materials synthesis and screening: An Integrated Materials Chip Approach to Discovery and Optimization of Functional Materials. *Annual Review of Materials Science*, 1999, no. 29.

9. Zhao J.C. A combinatorial approach for efficient mapping of phase diagrams and properties. *Journal of Materials Research*, 2001, no. 16.

10. Woodfield A.P., Sutliff J.A. The influence of Microtexture on Fatigue Behavior in Titanium Alloys. *Microscopy and Microanalysis*, 1997, vol. 3, supp. 2.

11. Yamrom B., Sutliff J.A., Woodfield A.P. Visualizing Polycrystalline Orientation Microstructure with Spherical Color Maps. *Visualization 94, Proceedings of Visualization 94'*, Washington, 1994, pp. 46–51.

12. Chen C.P. Investigating Laser Beam Welded Duplex Stainless Steel. *HKL Technology*, 2001, no. 3.

УДК 621. 382.8.002

Измерение локальных остаточных напряжений в полупроводниковых кремниевых структурах

Сенько С.Ф., Зеленин В.А.

Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, ул. Купревича, 10, г. Минск 220141, Беларусь

Поступила 08.06.2018 Принята к печати 01.08.2018

Распределение остаточных напряжений в многослойной полупроводниковой структуре носит сложный характер и оказывает существенное влияние на характеристики и выход годных приборов. В связи с этим их исследование является одной из актуальных задач современного приборостроения. Цель настоящей работы заключалась в разработке методов оценки фактического распределения остаточных напряжений как по площади полупроводниковой структуры, так и в ее элементах.

Оценку распределения остаточных напряжений по площади структуры проводили на основе определения локальной деформации отдельных участков этой структуры методом оптической топографии. В основу методики положено последовательное измерение интенсивности элементов светотеневого изображения структуры вдоль выбранного направления с последующим расчетом микрогеометрического профиля и радиуса кривизны. Оценку остаточных напряжений в топологических элементах системы Si–SiO₂ проводили путем расчета интерференционных картин, полученных в зазоре пленка–подложка после отделения края пленки от подложки по периметру вскрытого окна.

С привлечением метода конечных элементов получены аналитические выражения, связывающие характеристики изображений полупроводниковых структур с величиной их деформации, что позволяет с привлечением известных соотношений вычислить локальные механические напряжения выбранного участка структуры. Приведены примеры расчета реальных структур.

Предложенные методики расчета остаточных напряжений в полупроводниковых кремниевых структурах позволяют учитывать характер и форму изгиба подложек, а также оценить их величину в топологических элементах реальных полупроводниковых приборов.

Ключевые слова: полупроводниковые структуры, оптическая топография, остаточные напряжения, методы контроля.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262

| Адрес для переписки: Сенько С.Ф. Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, ул. Купревича, 10, г. Минск 220114, Беларусь e-mail: senkosf@tut.by | Address for correspondence: Sianko S.F. Physical Technical Institute of the National Academy of sciences of Belarus Kuprevich str., 10, Minsk 220141, Belarus e-mail: senkosf@tut.by | | | |
|--|---|--|--|--|
| Для цитирования: | For citation: | | | |
| Сенько С.Ф., Зеленин В.А. | Sianko S.F., Zelenin V.A. | | | |
| Измерение локальных остаточных напряжений | [Control of local stress in semiconductor silicon structures]. | | | |
| в полупроводниковых кремниевых структурах. | Devices and Methods of Measurements. | | | |
| Приборы и методы измерений. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 254–262 (in Russian). | | | |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 254–262. | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262 | | | |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262 | | | | |

Control of local stress in semiconductor silicon structures

Sianko S.F., Zelenin V.A.

Physical Technical Institute of the National Academy of sciences of Belarus, Kuprevich str., 10, Minsk 220141, Belarus

Received 08.06.2018 Accepted for publication 01.08.2018

Abstract

Residual stress distribution in multilayer semiconductor structure is complicated and has a significant impact on device characteristics and yield, therefore their study is one of the actual tasks of modern device engineering. Purpose of the present work was to develop methods of estimation of actual residual stress distribution at the whole area of semiconductor structure and its elements as well.

The estimation of residual stress distribution at the area of semiconductor structure was carried out on the basis of determining of local deformation of some areas of the structure by Makyoh topography. This method is based on consequent measurements of intensity of Makyoh image elements of the structure along the chosen direction followed by calculation of micro-geometrical profile and curvature radius.

The estimation of residual stress of topological elements $Si-SiO_2$ system was carried out by means of calculation of interference pictures obtained in a film-substrate gap after separating of film edge from substrate along open window perimeter.

Analytical expressions relating semiconductor structure image characteristics with their deformation were developed by means of finite elements method. The expressions allow determining of local residual stress of chosen area of the structure. The examples of stress calculations in real structures are given.

Proposed residual stress calculation methods allow to take into consideration character and curvature form of substrate, and also to estimate their magnitude in real topological elements of semiconductor circuits.

Keywords: semiconductor structures, Makyoh topography, residual stress, methods of measurements.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262

| Адрес для переписки: | Address for correspondence: |
|--|--|
| Сенько С.Ф. | Sianko S.F. |
| Физико-технический институт Национальной академии наук | Physical Technical Institute of the National Academy of sciences |
| Беларуси, | of Belarus |
| ул. Купревича. 10. г. Минск 220114. Беларусь | Kuprevich str., 10, Minsk 220141, Belarus |
| e-mail: senkosf@tut.by | e-mail: senkosf@tut.by |
| Для цитирования: | For citation: |
| Сенько С.Ф., Зеленин В.А. | Sianko S.F., Zelenin V.A. |
| Измерение локальных остаточных напряжений | [Control of local stress in semiconductor silicon structures]. |
| в полупроводниковых кремниевых структурах. | Devices and Methods of Measurements. |
| Приборы и методы измерений. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 254–262 (in Russian). |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 254–262. | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262 |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262 | |

Введение

В основе массового производства кремниевых интегральных схем (ИС) лежит планарная технология, основанная на многократном и последовательном формировании на кремниевой пластине различных функциональных слоев требуемой топологии. Система Si-SiO, на всех этапах развития электроники всегда являлась объектом особого внимания исследователей [1, 2]. Одной из причин этого является тот факт, что формирование пленок SiO₂ проводится при температурах T вплоть до 1200 °C, а их обработка, в частности, формирование топологического рисунка, при температурах, близких к комнатной. При этом вследствие наличия градиентов температуры, различия температурных коэффициентов линейного расширения а пленки и подложки, а также существенного отличия в их толщинах, при нагреве или охлаждении в изготавливаемых структурах возникают механические напряжения о. Пластическая деформация материалов, структурно-фазовые превращения в пленке и образование дефектов в подложке приводят к изменению значений о. Формирование топологического рисунка в нанесенной пленке приводит к нарушению ее сплошности и существенному перераспределению остаточных напряжений с их концентрацией по границам вскрытых областей. При высокотемпературном формировании последующего слоя возникшие в структуре остаточные напряжения частично релаксируют, но при охлаждении до комнатной - повышаются и перераспределяются в соответствии с температурным коэффициентом линейного расширения вновь нанесенного слоя и сформированным в нем топологическим рисунком.

Таким образом, итоговое распределение остаточных напряжений в многослойной структуре носит сложный характер, обусловленный как свойствами формируемых слоев, так и особенностями топологического рисунка в них. Превышение величины остаточных напряжений сверх некоторого критического уровня приводит к возникновению различного рода дефектов, например, микротрещин, дислокаций в материале подложки, закороток и обрывов металлизации, и т. д., что существенно ухудшает параметры изготавливаемых структур и снижает выход годных приборов [3–8]. В связи с этим оценка величины локальных остаточных напряжений в элементах ИС и их распределения по площади полупроводниковой пластины является одной из актуальных задач современного приборостроения.

Цель настоящей работы заключалась в разработке методов контроля фактического распределения остаточных напряжений как по площади структуры, так и в отдельных ее элементах.

Основы контроля остаточных напряжений в полупроводниковых структурах

Расчет напряжений в однородном материале можно осуществить на основе измерения его относительной деформации по формуле [3]:

$$\sigma = -\frac{l - l_0}{l} \cdot \frac{E}{1 - \mu},\tag{1}$$

где *l* – размер контролируемого элемента до деформации; *l*₀ – размер после деформации; *E*, µ – модуль Юнга и коэффициент Пуассона исследуемого материала.

Наличие остаточных напряжений в полупроводниковой пластине приводит к ее изгибу. В случае равномерного изгиба пластины толщиной D величину деформации $(l - l_0)$ для ее поверхностных слоев можно рассчитать на основе измерения радиуса ее кривизны R:

$$l - l_0 = \frac{\pi D \arcsin \frac{r}{R}}{360},\tag{2}$$

где *r* – радиус пластины. Для сферически изогнутых структур радиус кривизны *R* можно определить из соотношения [4]:

$$R = \frac{r^2}{2\delta},\tag{3}$$

где r – радиус структуры; δ – стрела прогиба. Величину R можно также определить интерферометрическими методами при формировании колец Ньютона, либо лазерными – на основании измерения смещения Δx отраженного луча на экране при перемещении контролируемой пластины на расстояние x по формуле [1]:

$$R = \frac{2hx}{\Delta x},\tag{4}$$

где *h* – расстояние от пластины до экрана.

Подавляющее большинство методов контроля остаточных напряжений в структурах пленка-подложка основаны на измерении их упругой деформации, в частности радиуса кривизны *R* структур с последующим расчетом напряжений с использованием формул Стоуни [4–8]. В зависимости от способа определения *R* различают дисковый метод, метод изгиба стержня и др.

Измерение напряжений в структуре круглая полупроводниковая подложка–пленка, как правило, проводят дисковым методом на основе определения изменения радиуса кривизны R структур вследствие изгиба, обусловленного осаждением или выращиванием пленки на одной стороне подложки-основы. Остаточные напряжения σ в пленке в этом случае определяют по формуле [4]:

$$\sigma = \frac{E_s D_s^2}{6(1-\mu_s)Rt},\tag{5}$$

где E_s , μ_s – модуль Юнга и коэффициент Пуассона материала подложки; D_s – толщина подложки; t – толщина пленки.

Для учета первоначального прогиба структур измерения проводят до (R_1) и после (R_2) проведения технологической операции осаждения пленки в одних и тех же точках на пластине. В этом случае выражение (5) преобразуется к следующему виду:

$$\sigma = \frac{E_s D_s^2 (R_1 - R_2)}{6(1 - \mu_s) R_1 R_2 t}.$$
(6)

Данное соотношение удобно также использовать для расчета суммарных напряжений в пленках. В этом случае радиус кривизны измеряют до и после удаления исследуемой пленки.

Существенным недостатком рассматриваемых методов является то, что они основаны на предположении о равномерном изгибе всей пластины, не учитывают реальную форму изогнутой поверхности, перераспределение остаточных напряжений по площади структуры и их концентрацию по границам вскрытых в SiO₂ окон. В итоге полученные усредненные результаты контроля величины напряжений в пленках могут отличаться от локальных на порядок и более. В связи с этим были разработаны новые методы контроля остаточных напряжений, основанные на локальном измерении деформаций.

Определение изгиба полупроводниковой структуры и локальных напряжений в пределах одного кристалла

Реальную форму изгиба полупроводниковых структур можно легко определить методом оптической топографии, известным также как метод *Makyoh* топографии [9–11]. Оптическая схема контроля приведена на рисунке 1.



Рисунок 1 – Оптическая схема контроля поверхностей методом оптической топографии: 1 – источник света; 2 – контролируемая структура; 3 – экран

Figure 1 – Scheme of Makyoh topography imaging: 1 – light source; 2 – target structure; 3 – screen

Свет от гомоцентрического источника 1 падает на поверхность контролируемой структуры 2, отражается от нее и попадает на экран 3, формируя на нем светотеневое изображение контролируемой поверхности. Исходная структура 2 до деформации ($R_1 = \infty$) и ход отраженных от нее лучей изображены пунктирными линиями. Изображение всей поверхности структуры $X_0 X_3^*$ и её фрагмента $X_1 X_2$ в случае отсутствия деформации на экране 3 обозначены как $x_0 x_3^*$ и $x_1 x_2^*$. Изгиб структуры приводит к смещению отраженных из точек x_3^* и x_2^* лучей в точки x₃ и x₂, соответственно. Смещение $\Delta x_1 = (x_0 x_3 - x_0 x_3^*)$ в этом случае отражает деформацию структуры в целом, а смещение $\Delta x_2 = (x_1 x_2 - x_1 x_2^*)$ – деформацию локального участка поверхности Х₁Х₂. В первом приближении радиус кривизны структуры в целом или ее выбранного фрагмента, как следует из работы [11], можно также определить с помощью выражения (4). При этом очевидно, что значения R_2 , вычисленные для всей поверхности X_0X_3 и её фрагмента X_1X_2 на основании смещений Δx_1 и Δx_2 , будут значительно отличаться.

Обширные исследования деформации полупроводниковых пластин и структур показали, что радиус кривизны при движении вдоль выбранного направления на поверхности является постоянно меняющейся величиной. В наиболее общем случае можно говорить лишь о радиусе кривизны и механических напряжениях в выбранной точке поверхности в выбранном направлении. Разрешающая способность метода оптической топографии по размерам дефектов в плане составляет доли мм, что для исходных полупроводниковых пластин позволяет выделить области контроля площадью порядка 10⁻² мм². Для пластин со сформированными на них структурами (топологическими элементами ИС) контролируемая область локализована в пределах одного кристалла ИС. В работе [11] нами приведено выражение для профиля контролируемой поверхности вдоль выбранного направления Х, полученное путем последовательного вычисления отклонения элементов поверхности от идеальной плоскости на основе измерения относительной интенсивности соответствующих им элементов изображения:

$$Z_{n} = \frac{x^{2}}{4khJ_{0}} \left[\sum_{i=1}^{n} J_{i} + 2\sum_{i=1}^{n-1} \left(\sqrt{J_{i}} \sum_{l=i+1}^{n} \sqrt{J_{l}} \right) - \sqrt{J_{0}} \sum_{i=1}^{n} (2i-1)\sqrt{J_{i}} \right], (7)$$

где Z_n – отклонение высоты профиля для *n*-го элемента поверхности; *x* – размер элемента изображения вдоль выбранного направления *X*; *k* – общее увеличение изображения, обусловленное ходом лучей; *h* – расстояние от контролируемой поверхности до экрана; J_0 – среднее значение интенсивности изображения вдоль выбранного направления *X*; J_i и J_i – значение интенсивности изображения контролируемой поверхности для *i*-го и *l*-го элемента вдоль выбранного направления *X*; *n* – количество элементов изображения.

Разработанное программное обеспечение контроля позволяет получать профили контролируемой поверхности в соответствии с выбранным направлением. На основании полученных профилей проводится расчет радиуса кривизны поверхности и величины механических напряжений в соответствии с выражениями (1) и (2).

На рисунке 2a приведена топограмма исходной эпитаксиальной структуры (ЭС – кремниевая пластина с выращенной на ней эпитаксиальной пленкой) ориентации (111), а на рисунке 2b – ее топограмма после термообработки. Базовый срез в плоскости (11 $\overline{2}$) расположен в нижней части изображения. На рисунке 2c приведены геометрические профили этой ЭС вдоль

кристаллографических направлений [101] и [112] полученные методами компьютерной диагностики в соответствии с выражением (7), а на рисунке 2*d* – распределение вогнутых и выпуклых участков по площади ЭС. Вогнутые участки отмечены знаком «–», а выпуклые – знаком «+». Линии перегиба (границы вогнутых и выпуклых областей) обозначены сплошными линиями, а области максимальной деформации, помеченные знаками «– –» и «+ +», выделены пунктирными линиями.





Рисунок 2 – Оптическая топограмма эпитаксиальной структуры до (a) и после (b) термообработки, ее геометрические профили (c) и распределение вогнутых «--» и выпуклых «+» участков по площади структуры (d)

Figure 2 – Makyoh topogram of epitaxial structure before (*a*) and after (*b*) heat treatment, its geometrical profile (*c*) and distribution of concave (–) and convex (+) zones by structure area (*d*)

Из приведенных данных видно, что ЭС изогнута в виде розетки, при этом характер изгиба вдоль направлений типа <110> и <112> существенно отличается. Линии перегиба достаточно симметричны относительно центра пластины и в совокупности образуют шестилепестковую розетку. Наблюдаемая картина изгиба обусловлена сжатием холодного края ЭС при еще горячем ее центре. Вдоль направлений типа <1 10> ЭС вогнута по дуге без точек перегиба и имеет стрелу прогиба, равную 90 мкм, а вдоль направлений типа <112> изгиб характеризуется наличием двух выпуклостей с максимумами, расположенными на расстоянии половины радиуса от центра ЭС, и двух точек перегиба. Высота выпуклостей в направлении [112] составляет приблизительно 140 и 100 мкм. Расчет радиусов кривизны в центре ЭС дает значения 6,8 м вдоль направления [101] и 1,7 м вдоль направления [112]. Соответствующие этим значениям R остаточные напряжения, вычисленные по формулам (1) и (2), составляют 5,5 и 25,1 МПа, соответственно.

Таким образом, несмотря на изотропность значений модуля Юнга и коэффициента Пуассона для кремния ориентации (111), фактическое распределение остаточных напряжений имеет выраженную анизотропную картину: в направлениях типа <112> уровень остаточных напряжений существенно выше, чем в направлениях типа <110>.

Приведенный пример наглядно демонстрирует возможности метода оптической топографии для контроля механических напряжений в полупроводниковых пластинах и структурах. В частности, он позволяет установить особенности и характер деформации полупроводниковых структур. Так, в приведенном примере для пластин ориентации (111) в направлениях типа <110> радиус кривизны максимален, а для направлений типа <112> минимален. Это можно объяснить тем, что направления типа <112> в пластинах ориентации (111) являются линиями пересечения рабочей поверхности с плоскостями типа {110}, энергия деформации в которых минимальна. Именно в этих направлениях, как видно из приведенного рисунка, расположены линии скольжения.

Контроль остаточных напряжений в топологических элементах

Основной вклад в величину остаточных напряжений кремниевых структур вносят напряжения, возникающие в системе Si–SiO₂.

Именно границы вскрытых окон в SiO₂ являются источниками дислокаций в кремнии, которые в дальнейшем приводят к деградации изготавливаемых приборов. Это связано с тем, что, несмотря на хорошую совместимость, кремний и его диоксид имеют различные значения а. Так, $\alpha_{Si(100)}$ составляет 2,5 × 10⁻⁶ K⁻¹, а $\alpha_{Si0_2} - 1.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, что с учетом использования температур формирования SiO, до 1200°C приводит к возникновению высоких остаточных напряжений при последующем охлаждении. Их релаксация через дефектообразование в кремнии и полиморфные превращения в SiO₂ определяется кинетикой данных процессов и зависит от режимов проведения различных технологических операций и взаимного влияния топологических слоев. Поэтому фактические значения напряжений можно определить только экспериментальным путем.

Определение локальных напряжений в структурах $Si-SiO_2$ базируется на методах, включающих селективное травление границы их раздела по краю вскрытых окон, определение относительного удлинения свободного края оксида по распределению интерференционных максимумов [2]. Интерференционная картина в структуре Si-SiO₂ и схема изгиба края диоксида кремния приведены на рисунке 3.



Рисунок 3 – Интерференционная картина в зазоре Si–SiO₂ (*a*) и схема изгиба края диоксида кремния (*b*): 1 – пленка диоксида кремния; 2 – отделенный от кремниевой подложки край диоксида кремния; 3 – окно в диоксиде кремния

Figure 3 – Interference picture in $\text{Si}-\text{SiO}_2$ gap (*a*) and scheme of silicon dioxide bend edge (*b*): 1 – silicon dioxide film; 2 – separate edge of silicon dioxide from silicon substrate; 3 – window in a silicon dioxide

Конечную длину края отделенной пленки в соответствии с рисунком 3 определяют по формуле:

$$l = \sqrt{l_1^2 + \frac{\lambda^2}{4}} + \sum_{i=2}^n \sqrt{(l_i - l_{i-1})^2 + \frac{\lambda^2}{4}},$$
(8)

где l_1 – расстояние от точки отсчета до первой линии интерференции; *i* – номер линии; *n* – количество линий; $(l_i - l_{i-1})$ – расстояние между двумя линиями интерференции с номерами *i* и (*i*-1); λ – длина волны света, в котором наблюдалась интерференционная картина (для зеленого λ = 0,54 мкм). Величину напряжений в оксиде определяют по формуле (1). Итоговая формула для расчета напряжений с учетом (8) имеет вид:

$$\sigma = \pm \left(1 - \frac{l_0}{\sqrt{l_1 + \frac{\lambda^2}{4} + \sum_{i=2}^n \sqrt{(l_i - l_{i-1})^2 + \frac{\lambda^2}{4}}}}\right) \times \frac{E_f}{1 - \mu}.$$
 (9)

Расчет остаточных напряжений в топологическом элементе, приведенном на рисунке 3, дает значения 51 МПа. Визуальная экспресс-оценка величины локальных остаточных напряжений при этом может быть проведена путем сравнения плотности интерференционных линий, наблюдаемых по контурам окон различной конфигурации и размеров – при уменьшении расстояния между интерференционными максимумами величина напряжений возрастает.

Так, на рисунке 4а-с приведены изображения топологических элементов кремниевой структуры с отделенными по границам окон краями оксидной пленки толщиной 0,8 мкм, полученной на подложке ориентации (001). Интерференционные картины в регулярной структуре тестовых элементов (рисунок 4с) в смежных окнах чередуются в шахматном порядке, однако регулярность чередования нарушается. Исследование периодически расположения таких нарушений регулярности при помощи оптической топографии показало, что они, как правило, совпадают с направлениями линий перегиба подложки. Расчет значений остаточных напряжений в изображенных элементах дал величины от 23 до 75 МПа.



Рисунок 4 – Интерференционные картины в зазоре Si–SiO₂ в зависимости от формы топологических элементов

Figure 4 – Interference pictures in $Si-SiO_2$ gap depending on topological elements shape

На рисунке 5а приведена оптическая топограмма деформированной полупроводниковой структуры, а на рисунке 5b – результаты расчета остаточных напряжений в однотипных топологических элементах квадратной формы (рисунок 3) по всей ее площади в форме карты напряжений. Для наглядности области относительно невысоких значений напряжений даны оттенками коричневого, а области повышенных значений – оттенками синего. Расчет же значений напряжений в зависимости от формы элементов в пределах одного кристалла дал величины от 15 до 350 МПа. Анализ характера коробления структуры показывает, что выпуклым областям структуры, для которых свойственны напряжения растяжения в подложке, соответствуют пониженные значения σ в пленке SiO₂, а вогнутым областям структуры с напряжениями сжатия в подложке – повышенные напряжения в пленке. Рассчитанные на основании измерения радиуса кривизны подложки после удаления оксидной пленки в соответствии с соотношением (6) напряжения в подложке составили при этом от +18 до -7 МПа.



а



Рисунок 5 – Топограмма пластины с КМДП структурами (*a*) и диагностическая карта распределения механических напряжений (*b*)

Figure 5 – Topogram of wafer with CMOS structures (*a*) and diagnostic card of residual stress distribution (*b*)

Таким образом, рассмотренные методы контроля величины локальных остаточных механических напряжений являются взаимодополняющими и позволяют получить наиболее полную картину их распределения по площади полупроводниковой структуры.

Заключение

Предложены методики расчета остаточных напряжений в полупроводниковых кремниевых структурах, учитывающие характер и форму изгиба подложек, а также форму вскрытых в оксидной пленке окон. Получены аналитические выражения, связывающие искажение изображения элементов структуры на топограммах с остаточными напряжениями, усредненными по площади этих элементов, а также выражения для расчета остаточных напряжений в топологических элементах полупроводниковых структур. Приведены примеры расчета уровня остаточных напряжений в реальных структурах. Показано, что распределение остаточных напряжений по площади полупроводниковой пластины, рассчитанное на основании локального изгиба структуры, преимущественно совпадает с распределением остаточных напряжений, рассчитанных в отдельных элементах. При этом остаточные напряжения в пределах одного и того же кристалла на различных топологических элементах могут отличаться на порядок и более.

Полученные результаты могут быть использованы как в исследовательских целях, так и в условиях серийного производства для оперативного контроля напряжений и устранения причин их возникновения.

Список использованных источников

1. Яцунский, И. Влияние окисления на дефектообразование в легированном кремнии : монография / И. Яцунский, О. Кулинич, В. Смынтына. – Lambert Academic Publishing, 2011. – 188 с.

2. Зеленин, В.А. Новые методы и приборы контроля в технологии микроэлектроники / В.А. Зеленин, С.Ф. Сенько // Технологии Физтеха. Юбилейный сборник трудов : в 2 т. / коллектив авторов ; общ. ред. академик НАН Беларуси С.А. Астапчик. – Т. 1. – Минск : Экоперспектива, 2003. – С. 234–253.

3. Сенько, С.Ф. Количественный контроль топографических дефектов полупроводниковых пластин кремния / С.Ф. Сенько, А.С. Сенько, В.А. Зеленин // Доклады БГУИР. – 2018. – № 5 (115). – С. 12–18.

4. *Касимов,* Ф.Д. Расчет упругих механических напряжений в неоднородных полупроводниковых структурах / Ф.Д. Касимов, А.Э. Лютфалибекова // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2002. – № 2. – С. 13–14.

5. *Айвазян, Г.Е.* Об определении внутренних напряжений в системе пленка – подложка / Г.Е. Айвазян // Известия НАН РА и ГИУА. Сер. ТН. – 2000. – Т. LIII, № 1. – С. 63–67.

6. *Ayvazyan, G.E.* Anisotropic Warpage of Wafers with Anodized Porous Silicon Layers / G.E. Ayvazyan // Phys. Stat. Sol. (a). – 1999. – Vol. 175. – P. 7–8.

7. *Ullman, J.* Reduction of Intrinsic Stress in Cubic Boron Nitride Films / J. Ullman, A.J. Kellock, J.E. Baglin // Thin Solid Films. – 1999. – Vol. 341. – P. 238–245.

8. Дюжев, Н.А. Методика измерения механических напряжений в тонких пленках на пластине с помощью оптического профилометра / Н.А. Дюжев, А.А. Дедкова, Е.Э. Гусев, А.В. Новак // Известия вузов. Электроника. – 2016. – № 4. – С. 367–372.

9. *Riesz, F.* Geometrical optical model of the image formation in Makyoh (magic-mirror) topography /

F. Riesz // J. Phys. D: Appl. Phys. - 2000. - Vol. 33. - P. 3033-3040.

10. *Riesz, F.* Makyoh Topography for the Study of Large-Area Extended Defects in Semiconductors / F. Riesz // Phys. Stat. Sol. (a). – 1999. – Vol. 171, no. 1. – P. 403–409.

References

1. Yazhunskiy I., Kulinich O., Smyntyna V. *Vliyanie* okisleniya na defektoobrazovanie v legirovannom kremnii [Influence of oxidation on defects formation in dopped silicon]. Lambert Academic Publishing, 2011, 188 p. (in Russian).

2. Zelenin V.A., Senko S.F. [New methods and control devices in microelectronics]. *Tekhnologii Fiz-tekha. Yubileinyi sbornik trudov.* [FTI Technology. Jubilee collection works]. In 2 parts. Part. 1. Under red. academician S.A. Astapchik, Minsk, Ekoperspektiva Publ., 2003, pp. 234–253.

3. Sianko S.F., Sianko A.S., Zelenin V.A. [Quantitative characterization of topographic defects of semiconductor silicon wafers]. *Doklady BGUIR*, 2018, vol. 115, no. 5, pp. 12–18 (in Russian). 4. Kasimov F.D., Lyutfalibekova A.E. [Calculation of elastic stresses in heterogeneous semiconductor structures]. *Tekhnologiya i konstruirovanie v elektronnoi apparature*, 2002, no. 2, pp. 13–14 (in Russian).

5. Ayvazyan G.E. [About the determination of internal stress in the film – substrate system]. *Izv. NAN RA I GIUA. Ser. TN*, 2000, vol. LIII, no. 1, pp. 63–67 (in Russian).

6. Ayvazyan G.E. Anisotropic Warpage of Wafers with Anodized Porous Silicon Layers. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1999, vol. 175, pp. 7–8.

7. Ullman J., Kellock A.J., Baglin J.E. Reduction of Intrinsic Stress in Cubic Boron Nitride Films. *Thin Solid Films*, 1999, vol. 341, pp. 238–245.

8. Dyuzhev N.A., Dedkova N.A., Gusev E.E., Novak A.V. [The method of measurement of mechanical stresses in thin films on the plate using an optical profilometer]. *Izvestiya vuzov. Elektronika*, 2016, no. 4, pp. 367–372 (in Russian).

9. Riesz, F. Geometrical optical model of the image formation in Makyoh (magic-mirror) topography. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2000, vol. 33, pp. 3033–3040.

10. Riesz F. Makyoh Topography for the Study of Large-Area Extended Defects in Semiconductors. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1999, vol. 171, no. 1, pp. 403–409.

УДК 531.7

Оценка погрешности определения физико-механических характеристик материалов при их контроле методом индентирования

Крень А.П.¹, Мацулевич О.В.¹, Делендик М.Н.²

¹Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, ул. Академическая, 16, г. Минск 220072, Беларусь

²Филиал Белорусского национального технического университета «Межотраслевой институт повышения квалификации и переподготовки кадров по менеджменту и развитию персонала», ул. Минина, 23/2, Минск 220014, Беларусь

Поступила 14.07.2018 Принята к печати 16.08.2018

Активное внедрение в практику контроля методов индентирования, в частности для измерения физико-механических характеристик металлов, полимеров, биологических тканей требует разработки методик оценки погрешности получаемых результатов. При этом сложившаяся традиционная система оценки погрешности с применением мер не всегда пригодна для использования в испытательных и научно-исследовательских лабораториях. Целью данной работы являлась разработка применимой на практике и опирающейся на отечественную нормативную базу методики оценки погрешности косвенных измерений физико-механических характеристик материалов и проверка предлагаемого подхода с использованием экспериментальных значений твердости и модуля упругости, полученных при статическом индентировании для различных металлов.

Показано, что поскольку первичным источником информации о материале является диаграмма вдавливания, представляющая собой зависимость нагрузки от глубины внедрения индентора в исследуемый материал, то подтверждение метрологических характеристик измерительной техники, использующейся для индентирования, лучше осуществлять по параметрам развиваемого усилия и перемещения, а точность определения свойств оценивать через погрешность косвенных измерений. Приведены основные формулы для расчета твердости и модуля упругости, позволяющие установить величины, наибольшим образом влияющие на величину погрешности. Расчет погрешности проведен на основе определяемых границ случайной и неисключенной систематической погрешности.

Достоинством разработанной методики является тот факт, что оценка точности измерений физикомеханических характеристик производится на основании экспериментальных данных и не требует создания дополнительного метрологического обеспечения. Предложенный подход представляется целесообразным распространить на определение погрешности других характеристик: предела текучести, показателя деформационного упрочнения, ползучести, релаксации, определяемых методами индентирования.

Ключевые слова: индентирование, погрешность, косвенные измерения, твердость, модуль упругости.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

| Адрес для переписки: | Address for correspondence: | | | |
|---|--|--|--|--|
| Крень А.П. | Kren A.P. | | | |
| Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, ул. Академическая, 16, г. Минск 220072, Беларусь e-mail: alekspk@iaph.bas-net.by | Institute of Applied Physics of the National Academy of Science of Belarus, Akademicheskaya str., 16, Minsk 220072, Belarus e-mail: alekspk@iaph.bas-net.by | | | |
| Для цитирования: | For citation: | | | |
| Крень А.П., Маиулевич О.В., Делендик М.Н. | Kren A.P., Matsulevich O.V., Delendik M.N. | | | |
| Оценка погрешности определения физико-механических | [Error estimation of the physical and mechanical characteristics | | | |
| характеристик материалов при их контроле | measurements by indentation]. | | | |
| методом индентирования. | Devices and Methods of Measurements. | | | |
| Приборы и методы измерений. | 2018, vol. 9, no. 3, pp. 263–271 (in Russian). | | | |
| 2018. – T. 9, № 3. – C. 263–271. | DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271 | | | |
| DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271 | | | | |

Error estimation of the physical and mechanical characteristics measurements by indentation

Kren A.P.¹, Matsulevich O.V.¹, Delendik M.N.²

¹Institute of Applied Physics of the National Academy of Science of Belarus, Akademicheskaya str., 16, Minsk 220072, Belarus ²Branch of the Belarusian National Technical University «Intersectoral Institute for Staff Training and Retraining on Management and Personnel Development», Minina str., 23/2, Minsk 220014, Belarus

Received 14.07.2018 Accepted for publication 16.08.2018

Abstract

The active application in the practice of testing the indentation methods, in particular to measure the physical and mechanical properties of metals, polymers, biological technologies demands to development techniques for the measurement error estimation. At the same time existing traditional measurement error evaluation system, based on the using of the reference blocks, is not always suitable for use in testing and research laboratories. The aim of this work was development the technique for estimating the indirect measurements error of materials physical and mechanical characteristics that can be applied in practice and based on the existing standards. Checking of the proposed approach using the experimental values of the hardness and elastic modulus obtained during static indentation for various metals.

It is shown that since the initial information about the material is an indentation curve representing the dependence of the load versus penetration depth of the indenter into the material tested, then it is better to confirm the metrological characteristics of the indentation measuring devices using the applied force and achieved displacement, but to estimate the accuracy of determining the properties through the error of indirect measurements. The equations for calculating the hardness and modulus of elasticity are derived. It allows to determine the component value most influencing the error magnitude. The calculation of error on the base of the value of boundary of a random and non-exclusive systematic error was carrying out.

The advantage of the developed technique is the fact that the measurement of the physical and mechanical characteristics is based on the experimental data and does not require the creation of the additional metrological assurance. The proposed approach seems appropriate to extend for the determination of the measurement error of other characteristics: the yield point, the strain hardening exponent, creep, relaxation, determined by the indentation methods.

Keywords: indentation, measurement error, indirect measurement, hardness, elastic modulus.

DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

| Адрес для переписки: | Address for correspondence: | | | |
|--|---|--|--|--|
| Крень А.П. | Kren A.P. | | | |
| Институт прикладной физики Национальной академии | Institute of Applied Physics of the National Academy of Science | | | |
| наук Беларуси, | of Belarus, | | | |
| ул. Академическая, 16, г. Минск 220072, Беларусь | Akademicheskaya str., 16, Minsk 220072, Belarus | | | |
| e-mail: alekspk@iaph.bas-net.by | e-mail: alekspk@iaph.bas-net.by | | | |
| Для цитирования: Крень А.П., Мацулевич О.В., Делендик М.Н. Оценка погрешности определения физико-механических характеристик материалов при их контроле методом индентирования. Приборы и методы измерений. 2018. – Т. 9, № 3. – С. 263–271. DOI: 10.21122/220.9506-2018-9-3-263-271 | <i>For citation:</i> Kren A.P., Matsulevich O.V., Delendik M.N. [Error estimation of the physical and mechanical characteristics measurements by indentation]. <i>Devices and Methods of Measurements.</i> 2018, vol. 9, no. 3, pp. 263–271 (in Russian). DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271 | | | |

Введение

В настоящее время методы индентирования [1-3] широко вошли в практику контроля свойств самых различных материалов: полимеров, композитов, металлов, бетонов, биологических тканей. Они позволяют получить исходную информацию для опредефизико-механических характеристик ления (модуля упругости Е₁₇, твердости индентирования H_{IT}, параметров релаксации R_{IT} и ползучести С₁₇, коэффициента деформационного упрочнения f и др.) на основании уже имеющихся расчетных формул или установленных ранее корреляционных зависимостей. В то же время оценка погрешности определения данных характеристик представляет собой определенную сложность.

Испытания материалов индентированием уже достаточно стандартизованы в части установления требований к оборудованию и методикам измерений. Вступивший в действие ГОСТ Р 8.907¹ (аналога в Республике Беларусь в настоящее время нет) повторил для шкал индентирования существующую поверочную схему, применяемую для шкал Бринелля, Роквелла, Виккерса с применением мер твердости. Такой подход является, безусловно, правильным, но не решает всех возникающих проблем. Стандарт ограничил диапазон измерения твердости по шкалам индентирования от 1 до 70, а по шкале Мартенса от 0,01 до 70 единиц. В то же время ГОСТ Р 8.748², СТБ 2495³ позволяют проводить измерения в гораздо более широком диапазоне, определяющемся лишь чувствительностью используемого оборудования. Кроме того, следует понимать, что указанные стандарты не устанавливают строго величину нагрузки и геометрические размеры сферического индентора, и физически на одном и том же материале можно получить разные значения твердости, поскольку ее значение будет зависеть от соотношения упругой и пластической деформации при вдавливании. Более того, в международной и отечественной практике существуют и давно применяются и другие нормативные документы, например ГОСТ 4670⁴, устанавливающий требования к контролю твердости индентированием и не предполагающий применение мер.

Таким образом, даже при измерении твердости не всегда можно оценить погрешность ее определения традиционными методами из-за отсутствия мер. Еще более сложная ситуация с оценкой точности определения указанных ранее характеристик $(E_{IT}, R_{IT}, C_{IT}$ и др.) на основании данных, получаемых приборами, реализующими инструментальное индентирование. Для воспроизведения этих физико-механических характеристик меры или стандартные образцы ввиду многообразия материалов и их свойств создавать нецелесообразно. В то же время любой потребитель результатов испытаний должен иметь сведения о том, с какой точностью проведены измерения.

По своей сути методы индентирования близки к методам определения механических свойств материалов (прочности, предела текучести и др.) на испытательных машинах. Поэтому для применения приборов, реализующих принцип индентирования, наиболее оптимальным представляется проводить подтверждение их метрологических характеристик по параметрам развиваемого усилия и перемещения, а точность определения свойств оценивать через погрешность косвенных измерений.

Целью данной работы являлась разработка применимой на практике и опирающейся на отечественную нормативную базу методики оценки погрешности косвенных измерений физико-механических характеристик материалов и проверка предлагаемого подхода с использованием экспериментальных значений твердости и модуля упругости, полученных при статическом индентировании различных металлов.

¹Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования: ГОСТ Р 8.907-2015. – Введ. 01.08.2016. – М. : ФГУП «ВНИИФТРИ», 2015. – 6 с.

²Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний: ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002). – Введ. 01.05.2013. – М. : ФГУП «ВНИИФТРИ», 2011. – 28 с.

³Контроль неразрушающий. Определение физикомеханических характеристик конструкционных материалов методами индентирования: СТБ 2495-2017. – Введ. 01.09.2017. – Минск : ИПФ НАН Беларуси, 2016. – 40 с.

⁴Пластмассы. Определение твердости. Метод вдавливания шарика: ГОСТ 4670-2015. – Введ. 01.06.2017. – М. : ФГУП «ВНИИ СМТ», 2014. – 12 с.

Методика определения физикомеханических характеристик и применяемое оборудование

Метод инструментального статического индентирования основывается на непрерывной регистрации и анализе процесса вдавливания индентора в образец из конструкционного материала. В ходе испытаний регистрируется диаграмма вдавливания, представляющая собой зависимость нагрузки *P* на индентор от глубины его внедрения *h* в исследуемый материал. Непрерывное измерение значений нагрузки и глубины внедрения позволяет определить основные параметры образующегося отпечатка, необходимые для расчета твердости, модуля упругости и других физико-механических характеристик (рисунок 1).



Рисунок 1 – Типичные диаграммы вдавливания (*a*) и схематичное представление поперечного сечения отпечатка при деформировании (*b*): 1 – индентор; 2 – поверхность отпечатка после снятия нагрузки; 3 – поверхность отпечатка при максимальной глубине вдавливания индентора

Figure 1 – Typical diagram of dynamic indentation (*a*) and a schematic representation of the cross section of the impression during straining (*b*): 1 – indenter; 2 – surface of the imprint after unloading; 3 – surface of the imprint at the maximal penetration of the indenter

Твердость H_{IT} является характеристикой сопротивления материала деформированию и рассчитывается по формуле [4–5]:

$$H_{IT} = \frac{P_{\text{max}}}{A_c},\tag{1}$$

где A_c – площадь поперечного сечения контактной поверхности между наконечником и испытуемым образцом.

Для индентора сферической формы с диаметром D величина A_c с достаточной степенью точности рассчитывается как:

$$A_c = \pi D h_c, \tag{2}$$

где h_c – глубина контакта индентора с материалом, которая в сумме с глубиной прогиба контура отпечатка h_c равна максимальной глубине вдавливания h_{max} .

Используя положения [6], можно получить:

$$h_c = 0, 5(h_{\max} + h_p),$$
 (3)

где h_p – глубина отпечатка, остающегося на поверхности после снятия нагрузки.

В этом случае, решая совместно (1)–(3), получим:

$$H_{IT} = \frac{2P_{\max}}{\pi D(h_{\max} + h_p)}.$$
(4)

Статический модуль упругости *E*_{*IT*} определяется согласно следующему выражению [7]:

$$E_{IT} = \frac{3}{8} \frac{P_{\max}(1-\mu)}{(h_{\max} - h_c)\sqrt{Dh_c}},$$
(5)

где µ – коэффициент Пуассона материала испытуемого образца.

Если учесть (3), то можно получить:

$$E_{IT} = \frac{3\sqrt{2}}{4} \frac{P_{\max}(1-\mu)}{\left(h_{\max} - h_p\right)\sqrt{D(h_{\max} + h_p)}}.$$
 (6)

Значения µ допускается принимать, исходя из справочных данных или по результатам испытаний, согласно существующим методикам. Таким образом, имеются однозначные зависимости для расчета искомых величин (модуля упругости и твердости), при этом значения аргументов, входящих в эти уравнения, определяются в ходе прямых измерений.

При проведении экспериментов использовалась испытательная машина *Time WD*, имеющая пределы допускаемой относительной погрешности измерения нагрузки ±1,0 %. Измерение глубины вдавливания осуществлялось с помощью растрового фотоэлектрического датчика РФ200, имеющего пределы допускаемой погрешности измерения перемещений ±1 мкм. В качестве индентора использовались твердосплавные шарики, применяемые в твердомере Бринелля, поэтому значения их диаметров с допускаемыми погрешностями принимались согласно паспортным данным.

Определение характеристик проводилось на образцах из материалов, приведенных в таблице 1, с шероховатостью поверхности *Ra* 0,8 – 1,6. Значения коэффициента Пуассона принимались согласно [8, 9]: для стали – 0,28, алюминия и никеля – 0,33, титана – 0,43, вольфрама – 0,29.

Таблица 1/Table 1

Значения параметров для расчета твердости и модуля упругости Value of the parameters for the hardness and elastic modulus calculation

| Материал | Параметр | Значение | Инструментальная погрешность Instrumental error | | |
|----------|----------------------------------|----------|--|---------------------------------|--|
| Material | Parameter | Value | Абсолютная Absolute | Относительная, % Relative, % | |
| | P _{max} , H/N | 29420 | 294,2 | 1,00 | |
| Сталь | $h_{ m max}$, мкм/ $\mu{ m m}$ | 568 | 1 | 0,18 | |
| Steel | $h_{_p}$, мкм/ $\mu\mathrm{m}$ | 535 | 1 | 0,19 | |
| | <i>D</i> , мм/mm | 10 | 0,005 | 0,05 | |
| | P _{max} , H/N | 9807 | 98,07 | 1,00 | |
| Алюминий | $h_{ m max}$, мкм/ $\mu{ m m}$ | 433 | 1 | 0,23 | |
| Aluminum | $h_{_p}$, мкм/ $\mu \mathrm{m}$ | 400 | 1 | 0,25 | |
| | <i>D</i> , мм/mm | 10 | 0,005 | 0,05 | |
| | P _{max} , H/N | 29420 | 294,2 | 1,00 | |
| Алюминий | $h_{ m max}$, мкм/ $\mu{ m m}$ | 700 | 1 | 0,14 | |
| Aluminum | $h_{_p}$, мкм/ $\mu \mathrm{m}$ | 619 | 1 | 0,16 | |
| | <i>D</i> , мм/mm | 10 | 0,005 | 0,05 | |
| | P _{max} , H/N | 7355 | 73,55 | 1,00 | |
| Никель | $h_{ m max}$, мкм/ $\mu{ m m}$ | 330 | 1 | 0,30 | |
| Nickel | $h_{_p}$, мкм/ $\mu \mathrm{m}$ | 316 | 1 | 0,32 | |
| | <i>D</i> , мм/mm | 5 | 0,005 | 0,10 | |
| | P _{max} , H/N | 29420 | 294,2 | 1,00 | |
| Вольфрам | $h_{ m max}$, мкм/ $\mu{ m m}$ | 255 | 1 | 0,39 | |
| Wolfram | $h_{_p}$, мкм/ $\mu \mathrm{m}$ | 226 | 1 | 0,44 | |
| | <i>D</i> , мм/mm | 10 | 0,005 | 0,05 | |
| | P _{max} , H/N | 7355 | 73,55 | 1,00 | |
| Титан | $h_{ m max}$, мкм/ $\mu{ m m}$ | 263 | 1 | 0,38 | |
| Titanium | $h_{_p}$, мкм/ $\mu \mathrm{m}$ | 235 | 1 | 0,43 | |
| | <i>D</i> , мм/mm | 5 | 0,005 | 0,10 | |

Результаты измерений и расчет погрешности

При определении характеристик методом инструментального индентирования необходимо выполнять измерения в различных местах образца, чтобы остающиеся отпечатки не оказывали влияния на последующие измерения. Поскольку образцы изначально имеют определенный разброс физико-механических свойств, связанный с неоднородностью структуры металла, то измерения нагрузки Р и глубины вдавливания h являются невоспроизводимыми. Вычисление искомой величины (*H*₁₇ и *E*₁₇) по усредненным значениям аргументов при невоспроизводимых косвенных измерениях не проводится. В таких случаях ее значения принято рассчитывать для каждого наблюдения с последующим усреднением. Соответственно, средние значения нагрузки Р и глубины h при расчете твердости и модуля упругости не используются. Приведенные в таблице 1 значения Р и h показаны для понимания диапазонов их изменения при проведении испытаний и оценки абсолютных и относительных погрешностей их измерения.

За абсолютную погрешность измерения Δz некоторого параметра в таблице 1 (условно обозначим Z) принимали инструментальную погрешность Δ_{in} (основную погрешность соответствующего средства измерения). Абсолютная Δ_{z} и относительная δ_{z} погрешности связаны известной формулой:

$$\delta_z = \frac{\Delta_z}{Z} 100 \%. \tag{7}$$

Из таблицы 1 видно, что относительная погрешность измерения диаметра *D* настолько мала по сравнению с погрешностями других аргументов, что ей можно пренебречь.

Расчет погрешности измерения H_{IT} и E_{IT} (условно обозначим Y) проведем, руководствуясь требованиями МИ 2083⁵ на основе границ случайных и неисключенных систематических погрешностей.

Формула для определения границ неисключенной систематической погрешности Θ_{y}

⁵Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения косвенные. Определение результатов измерений и оценивание их погрешностей: МИ 2083-90. – Введ. 01.01.1992. – М. : НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 1991. – 10 с. результата косвенного измерения при нелинейной зависимости между искомой величиной и непосредственно измеряемыми аргументами имеет вид:

$$\Theta_{Y} = k \sqrt{\sum_{i=1}^{m} \left(\frac{\partial Y}{\partial z_{i}}\right)^{2}} \Theta_{zi}^{2}, \qquad (8)$$

где Θ_{zi} – границы неисключенных систематических погрешностей аргументов; $\frac{\partial Y}{\partial z_i}$ – частные производные функции искомой величины по соответствующим аргументам; *m* – количество аргументов; *k* – поправочный коэффициент, принимаемый равным 1,1 при доверительной вероятности *P* = 0,95.

В качестве Θ_{zi} будем принимать значения инструментальных погрешностей измерений аргументов, приведенные в таблице 1.

Доверительные границы случайной погрешности результата измерения ε_{γ} при невоспроизводимых косвенных измерениях определим по формуле:

$$\varepsilon_{Y} = t_{P,n} S\left(\tilde{Y}\right),\tag{9}$$

где $t_{P,n}$ – коэффициент Стьюдента, при доверительной вероятности P = 0.95 и количестве измерений n = 10 принимаемый равным 2,26; $S(\tilde{Y})$ – среднее квадратическое отклонение результата косвенного измерения рассчитаем как:

$$S\left(\tilde{Y}\right) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(Y_{i} - \overline{Y}\right)^{2}}{n(n-1)}},$$
(10)

где Y_i – результаты вычислений искомой величины по отдельным измерениям; $\overline{Y} = \sum_{i=1}^{n} \frac{Y_i}{n} - cped-$ нее значение искомой величины.

В соответствии с МИ 2083 погрешность результата косвенного измерения Δ_{γ} определяется в зависимости от соотношения $\Theta_{\gamma}/S_{\gamma}$ между неисключенной систематической погрешностью искомой величины и ее средним квадратическим отклонением. Если $\Theta_{\gamma}/S_{\gamma}$ находится в диапазоне от 0,8 до 8, что справедливо для всех испытанных образцов, Δ_{γ} вычисляется по формуле:

$$\Delta_{\gamma} = K(\varepsilon_{\gamma} + \Theta_{\gamma}), \tag{11}$$

где K – коэффициент, определяемый согласно МИ 2083 в зависимости от принятой доверительной вероятности и отношения Θ_y/S_y .

В таблицах 2 и 3 приведены средние по 10 измерениям значения твердости и модуля упругости испытанных образцов, рассчитанные по формулам (4) и (6), а также погрешности измерения данных характеристик, рассчитанные по формулам (8–11).

Таблица 2/ Table 2

| Результаты измерения твердости образцов |
|---|
| Results of the hardness measurements |

| Материал Material | $\overline{H}_{_{IT}}$, MIIa/MPa | Θ _{H_{IT}} , MΠa/MPa | $\Theta_{H_{IT}}, \%$ | $S_{_{\!H_{IT}}},$ МПа/МРа | ε _{H_{IT}} , MПа/MPa | ε _{<i>H_{IT}</i>} , % | Δ _{H_{IT}} , MΠa/MPa | $\Delta_{H_{IT}}$, % |
|----------------------|--------------------------------------|--|-----------------------|-------------------------------|--|--|--|-----------------------|
| Сталь Steel | 1698,04 | 18,83 | 1,11 | 16,60 | 37,53 | 2,21 | 41,70 | 2,46 |
| Алюминий Aluminum | 749,50 | 8,36 | 1,12 | 6,17 | 13,94 | 1,86 | 16,50 | 2,20 |
| Алюминий Aluminum | 1419,97 | 15,71 | 1,11 | 10,81 | 24,42 | 1,72 | 29,70 | 2,09 |
| Никель Nickel | 1449,64 | 16,32 | 1,13 | 14,75 | 33,34 | 2,30 | 36,75 | 2,54 |
| Вольфрам Wolfram | 3893,84 | 44,65 | 1,15 | 31,19 | 70,48 | 1,81 | 85,19 | 2,19 |
| Титан Titanium | 1880,46 | 21,50 | 1,14 | 16,14 | 36,48 | 1,94 | 42,91 | 2,28 |

Таблица 3/ Table 3

Результаты измерения модуля упругости образцов Results of the elastic modulus measurements

| Материал Material | $\overline{E}_{_{IT}}$, ГПа/GРа | $\Theta_{_{E_{IT}}},$ ΓΠα/GPa | $\Theta_{E_{IT}}, \%$ | $S_{E_{IT}}$, ГПа/GРа | ε _{<i>E_{IT}</i>, ГПа/GРа} | € _{<i>E</i>_{<i>IT</i>}, %} | $\Delta_{\!_{E_{IT}}}$, ГПа/GРа | $\Delta_{E_{IT}}, \%$ |
|----------------------|-------------------------------------|----------------------------------|-----------------------|---------------------------|---|--|-------------------------------------|-----------------------|
| Сталь Steel | 205,0 | 9,92 | 4,84 | 5,27 | 11,91 | 5,81 | 15,50 | 7,56 |
| Алюминий Aluminum | 73,17 | 3,54 | 4,84 | 1,80 | 4,08 | 5,57 | 5,41 | 7,39 |
| Алюминий Aluminum | 71,07 | 1,57 | 2,21 | 0,92 | 2,09 | 2,94 | 2,64 | 3,71 |
| Никель Nickel | 207,73 | 23,20 | 11,17 | 12,13 | 27,42 | 13,2 | 35,94 | 17,3 |
| Вольфрам Wolfram | 348,34 | 19,08 | 5,48 | 9,85 | 22,26 | 6,39 | 29,35 | 8,43 |
| Титан Titanium | 116,53 | 6,60 | 5,67 | 3,47 | 7,83 | 6,72 | 10,25 | 8,79 |

Обсуждение результатов

Как видно из данных таблиц 2 и 3 (без учета образца из никеля), неисключенная систематическая погрешность составляет от 1,11 % до 1,15 % при измерении твердости и от 2,21 % до 5,67 % при измерении модуля упругости. Более высо-

кие значения $\Theta_{E_{IT}}$ обусловлены в первую очередь характером зависимости модуля упругости от измеряемых аргументов, а именно наличием в знаменателе формулы (6) разности двух достаточно близких величин (h_{max} и h_p). С этим же в определенной степени связаны и более высокие значения случайной погрешности измерения
модуля упругости. Даже незначительный разброс измеренной глубины вдавливания, вызванный главным образом ограниченной жесткостью конструкции, сложностью строго перпендикулярного приложения нагрузки и неоднородностью образцов, при подстановке $h_{\rm max}$ и h_p в формулу (6) приводит к существенному росту среднего квадратичного отклонения $S_{E_{TT}}$.

Общая погрешность измерения (за исключением никеля) составила от 2,09 % до 2,54 % для твердости и от 3,71 % до 8,79 % для модуля упругости. При этом указанные значения получены при основной погрешности датчика глубины вдавливания ±1 мкм. При использовании датчика с погрешностью ±2 мкм максимальная величина $\Theta_{E_{IT}}$ составит около 11 %, а при использовании экстензометра с погрешностью ±1 % от измеряемой величины максимальное значение Θ_{Err} составит уже 26 %. Соответственно, увеличится и среднее квадратичное отклонение измеряемых характеристик. Поэтому при реализации метода инструментального индентирования очень важна точность и стабильность регистрации глубины вдавливания индентора. Особого внимания заслуживают испытания высокопластичных материалов, для которых характерна значительная остаточная деформация h_p и, соответственно, малая разность $(h_{max} - h_p)$. Результаты определения модуля упругости никеля (таблица 3) показывают, что даже при измерении глубины вдавливания с погрешностью ± 1 мкм величина $\Theta_{E_{IT}}$ превышает 10 %, а полная погрешность измерения $\Delta_{E_{IT}}$ составляет 17,3 %. Для таких материалов необходимо использование прецизионных средств измерения глубины вдавливания с основной погрешностью в пределах ±0,5 мкм. В этом случае полная погрешность не превысит 10 %.

При этом если говорить о модуле упругости, то в настоящее время нельзя сказать, что какойто из методов его определения: ультразвуковой, путем испытаний образцов на растяжение-сжатие или индентированием – является более достоверным. В то же время определенные индентированием значения E_{IT} являются близкими к известным справочным значениям для испытанных металлов, что подтверждает достоверность метода. Важно также отметить, что значения модуля упругости для металлов не зависят от величины нагрузки (как показано на примере алюминия), в отличие от твердости, для которой ее величина определяется достигаемой при индентировании деформацией, которая при различной нагрузке будет разной.

Заключение

Показано, что действующий в настоящее время подход для оценки погрешности измерения физико-механических характеристик материалов методами индентирования с использованием мер не всегда применим на практике. Впервые предложена методика расчета погрешности на основе границ случайной и неисключенной систематической погрешностей косвенных измерений, опирающаяся на отечественную нормативную базу и не требующая создания дополнительного метрологического обеспечения.

Методика экспериментально апробирована на примере определения твердости и модуля упругости металлических материалов при статическом индентировании. Проведенные расчеты позволили оценить численные значения погрешности косвенных измерений твердости и модуля упругости и установить степень влияния точности регистрации перемещения индентора на ее величину.

Предложенный подход представляется целесообразным распространить на определение погрешности других характеристик: предела текучести, показателя деформационного упрочнения, ползучести, релаксации, определяемых методами индентирования.

References

1. Argatov I. Indentation Testing of Biological Material. Springer, 2018, 376 p. **doi:** 10.1007/978-3-319-78533-2

2. Herrmann K. Hardness Testing: Principles and Applications, ASM International Publ., 2011, 225 p.

3. Abetkovskaia S.O., Chizhik S.A., Rudnitsky V.A., Kren A.P. Evaluation of viscoelastic properties of materials by nanoindentation. *Journal of Friction and Wear*, 2010, vol. 31, issue 3, pp. 180–183. **doi:** 10.3103/S106836661

4. Fischer-Cripps Anthony C. Nanoindentation. Springer Science and Business Media, 2004, 264 p. **doi:** 10.1007/978-1-4757-5943-3

5. Kren A.P., Protasenya T.A. Determination of the physic and mechanical characteristics of isotropic pyrolitic graphite by dynamic indentation method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2014, vol. 50, no. 7, pp. 419–425. **doi:** 10.1134/S1061830914070079

6. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 1992, vol. 7, issue 6, pp. 1564–1583. **doi:** 10.1557/JMR.1992.1564

7. N'Jock M.Y., Roudet F., Idriss M., Bartier O., Chicot D. Work-of-indentation coupled to contact stiffness for calculating elastic modulus by instrumented indentation. *Mechanics of Materials*, 2016, vol. 94, pp. 170–179. **doi:** 10.1016/j.mechmat.2015.12.003

8. Koster W., Franz H. Poisson's ratio for metals and alloys. *Metallurgical reviews*, 1961, vol. 6,

pp. 1–56. doi: 10.1179/mtlr.1961.6.1.1

9. Lee H.M., Lee W.J. Poisson's ratio of pure metals and their non-metallic compounds. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1991, vol. 25, issue 4, pp. 965–968. **doi:** 10.1016/0956-716X(91)90258-3

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ СТАТЕЙ

Статьи, направленные в редакцию журнала, должны удовлетворять требованиям «Инструкции о порядке оформления квалификационной научной работы (диссертации)...», утвержденной Постановлением ВАК РБ от 28.02.2014 г. № 3

 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 в электронном виде в формате текстового редактора Word for Windows. Объём 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 делается 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 чётким. Фотографии представляются в электронном виде (формат tif, разрешение не менее 300 dpi). Все рисунки нумеруются и сопровождаются подрисуночными подписями. Фрагменты рисунка обозначаются строчными курсивными латинскими буквами – «а», «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 MathType, 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: русский алфавит не используется; греческие буквы, математические символы, символы химических элементов (в т.ч. в индексе) набираются прямо; латинские буквы – переменные и символы физических величин (в т.ч. в индексе) набираются курсивом; векторы – жирным шрифтом (стрелки вверху 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; самоцитирование – не более 20 %.

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. 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, Abstract (200–250 words), Keywords (not more than 5 words), Introduction, the Text of the paper with tables, diagrams and figures (if there are any), Conclusion with clearly stated inferences, List of References, List of Symbols and Abbreviations (if it is necessary). Title, Authors' names and affiliation(s), Abstract, Keywords 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 graphical formats tif, 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 taped in MathType.

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, self-citations – not more than 20 %/

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 publisher.

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 author's original paper.

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