

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

ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

**DEVICES AND METHODS
OF MEASUREMENTS**

Том 10

№ 2

Vol. 10

2019

ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Научно-технический журнал

Основан в 2010 г.

Учредитель

Белорусский национальный технический университет

Выходит 4 раза в год

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

Том 10

№ 2

2019

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)

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

Анищик В.М., д.ф.-м.н., профессор, профессор кафедры физики твердого тела Белорусского
государственного университета (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)

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

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

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 аппаратов и техники высоких
напряжений Люблинского технологического университета (г. Люблин, Польша)

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 лабораторией
элионики Института прикладных физических проблем имени А.Н. Севченко 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 имени 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)
Пилипенко В.А., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, заместитель директора ГЦ «Белмикрoанализ» НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» (г. Минск, Беларусь)
Плескачевский Ю.М., член-корреспондент НАН Беларуси, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой «Микро- и нанотехника» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)
Погребняк А.Д., д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой нанoeлектроники Сумского государственного университета (г. Сумы, Украина)
Распопов В.Я., д.т.н., профессор, заведующий кафедрой «Приборы управления» Тульского государственного университета (г. Тула, Россия)
Тимчик Г.С., д.т.н., профессор, декан приборостроительного факультета, Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского» (г. Киев, Украина)
Це Ли, заместитель директора Северо-Восточного НИИ техники датчиков (г. Харбин, КНР)
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 оптико-механического объединения (г. Минск, Беларусь)
Юмашев К.В., д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой «Экспериментальная и теоретическая физика» Белорусского национального технического университета (г. Минск, Беларусь)

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

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

Подписные индексы – 74835; 748352.

Ответственный секретарь редакции: Шахлевич Л.Н.

Редактор: Чабарова О.Л.

Набор и верстка выполнены в редакции журнала «Приборы и методы измерений»

Подписано в печать 18.06.2019. Формат бумаги 60×84 1/8. Бумага мелованная.

Гарнитура Times New Roman. Печать цифровая. Усл. печ. л. 12,09. Уч.-изд. л. 4,73. Тираж 150 экз.

Дата выхода в свет 21.06.2019. Заказ № 391.

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>

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

Volume 10

№ 2

2019

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, *Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Vice-Rector of Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)*

EDITORIAL BOARD

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

Victor M. Anishchik, *Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Department of Solid State Physics, Belarusian State University (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)*

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

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

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

Paweł Żukowski, *Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Department of Electrical Devices and High Voltages Technology, Lublin University of Technology (Lublin, Poland)*

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

Fadey F. Komarov, *Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Head of the Elionics Laboratory, A.N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems, 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, Rovira i Virgili University (Tarragona, Spain)

Vladimir A. Pilipenko, Corresponding Member of the 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, Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Micro- and Nanotechnics Department, Belarusian National Technical University (Minsk, Belarus)

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

Vladimir Ya. Raspopov, Doctor of Science (Engineering), Professor, Head of Control Devices Department, Tula State University (Tula, Russia)

Gryhoriy S. Tymchyk, Doctor of Science (Engineering), Professor, Dean of the Faculty of Instrumentation Engineering, National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute» (Kyiv, Ukraine)

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

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

Alexey P. Shkadarevich, Academician of the 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)

ADDRESS:

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

СОДЕРЖАНИЕ

Средства измерений

Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov

Compact 999.6 nm Actively Q-Switched Yb³⁺:LuAlO₃ Laser for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy.....	119
---	------------

А.В. Новиченко, Р.В. Лукашевич, К.Г. Сеньковский

Создание полей рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы для исследования энергетической зависимости чувствительности дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования.....	128
---	------------

Д.В. Адамчук, В.К. Ксенович

Управление электрическими и оптическими параметрами активных элементов датчиков влажности на основе пленок оксидов олова переменного состава.....	138
--	------------

Методы измерений, контроля, диагностики

В.А. Алексеев, М.Р. Зарипов, А.С. Перминов, Е.А. Ситникова, В.П. Усольцев, С.И. Юран

Повышение пиковой мощности импульсного источника лазерного излучения с применением кольцевой волоконной линии задержки.....	151
--	------------

M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya, A.V. Ventsuryk, K.P. Vonsevykh

Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector Method.....	160
---	------------

I.V. Gula, O.I. Polikarovskiy, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk

Measurements of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis.....	169
--	------------

А.А. Шейников, А.В. Исаев, В.В. Зеленко, Ю.В. Суходолов

Спектральный метод измерения изменений временных интервалов между периодическими последовательностями импульсов.....	178
---	------------

В.А. Фираго, А.И. Кубарко

Методика определения диаметра и площади внутреннего просвета видимых сосудов глаза.....	185
--	------------

М.А. Ходасевич, Е.А. Скорбанова, М.В.Роговая

Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для калибровки физико-химических показателей вин.....	198
---	------------

С.С. Щербаков

Измерение и анализ в реальном времени локальных повреждений при износоусталостных испытаниях.....	207
--	------------

CONTENTS

Measuring Instruments

- Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, Karine Hovhannesyan, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov*
Compact 999.6 nm Actively Q-Switched Yb³⁺:LuAlO₃ Laser for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy..... 119
- A.V. Novichenko, R.V. Lukashevich, K.G. Senkovsky*
Low Dose Rate X-Ray Radiation Fields Implementation for Study of Energy Response of the Dosimeters Based on Scintillation Detectors..... 128
- D.V. Adamchuck, V.K. Ksenevich*
Control of Electrical and Optical Parameters of Humidity Sensors Active Elements Based on Tin Oxides Films with Variable Composition..... 138

Methods of Measurements, Monitoring, Diagnostics

- V.A. Alekseev, M.R. Zaripov, A.S. Perminov, E.A. Sitnikova, V.P. Usol'tsev, S.I. Yuran*
Increasing of Pulsed Laser Source Peak Power by Use of Ring Fiber-Optic Delay Line..... 151
- M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya, A.V. Ventsuryk, K.P. Vonsevych*
Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector Method..... 160
- I.V. Gula, O.I. Polikarovskiy, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk*
Measurements of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis 169
- A.A. Sheinikov, A.V. Isaev, V.V. Zelenko, Yu.V. Sukhodolov*
Spectral Method of Measuring of Changes in Time Intervals between Periodic Pulse Sequences.... 178
- V.A. Firago, A.I. Kubarko*
Technique for Measuring of Internal Diameter and Area of Visible Vessels in the Eye..... 185
- M.A. Khodasevich, E.A. Scorbanov, M.V. Rogovaya*
Application of Multivariate Analysis of Broadband Transmission Spectra for Calibration of Physico-Chemical Parameters of Wines..... 198
- S.S. Sherbakov*
Measurement and Real Time Analysis of Local Damage in Wear-and-Fatigue Tests..... 207

Compact 999.6 nm Actively Q-Switched Yb³⁺:LuAlO₃ Laser for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy

Alexander Rudenkov¹, Viktor Kisel¹, Anatol Yasukevich¹, Karine Hovhannesian²,
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 29.03.2019

Accepted for publication 05.05.2019

Abstract

Compact actively Q-switched diode-pumped lasers 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 Yb³⁺:LuAlO₃ actively Q-switched laser.

One of the most promising crystalline hosts for rare-earth ions are Perovskite-like aluminate crystals. Yttrium aluminate crystal YAlO₃ (YAP) is a well-known host with good thermal and mechanical properties (thermal conductivity for undoped crystal is about 11 W/m·K and about 8 W/m·K for Yb(5 at.%):YAP) similar to those of YAG. The reduction in the thermal conductivity of doped laser crystal in comparison with host materials is small in the case of ions with close atomic mass and ionic radii such as for Yb³⁺ and Lu³⁺. This feature makes LuAlO₃ (LuAP) more promising host crystal for doping by Yb³⁺ ions in contrast to YAP especially for high output power laser systems.

In our work, for the first time to the best of our knowledge actively Q-switching laser operation of Yb³⁺:LuAP single crystal was demonstrated. The maximum average output power of 4.9 W at 50 kHz pulse repetition frequency (PRF) with opt.-to-opt. efficiency of 21 % was obtained with 30 % OC transmittance. Output power as high as 3.3 W with 333 μJ-laser pulses with duration of about 11.5 ns was demonstrated at 10 kHz PRF the corresponding pulse peak power was 29 kW. 97 μJ second harmonic pulses obtained with 29 % conversion efficiency at 10 kHz PRF.

Performed investigations show high potential of Yb³⁺:LuAP crystals as active elements of compact diode pumped actively Q-switched lasers due to high stimulated emission cross-section ($\approx 3.74 \cdot 10^{-20}$ cm²) at 999.6 nm wavelength and significant reduction of heat load on the active element when pumping around 980 nm and generation around 999 nm.

Keywords: Q-switched laser, ytterbium ions, diode pumping, lutetium aluminate crystals, second harmonic generation.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-119-127

Адрес для переписки:

Александр Руденков
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:

Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich,
Karine Hovhannesian, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov.
Compact 999.6 nm Actively Q-Switched Yb³⁺:LuAlO₃ Laser
for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 119–127.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-119-127

For citation:

Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich,
Karine Hovhannesian, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov.
Compact 999.6 nm Actively Q-Switched Yb³⁺:LuAlO₃ Laser
for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy.
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 119–127.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-119-127

УДК 621.373.826

Компактный лазер на кристалле $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAlO}_3$ с активной модуляцией добротности резонатора, излучающий на длине волны 999,6 нм для применения в лазерно-искровой эмиссионной спектроскопии

Александр Руденков¹, Виктор Кисель¹, Анатолий Ясюкевич¹, Карин Ованесьян², Ашот Петросян², Николай Кулешов¹

¹Центр оптических материалов и технологий, Белорусский национальный технический университет, пр-т Независимости, 65, Минск 220013, Беларусь

²Институт физических исследований Национальной академии наук Армении, 0203, Аштарак-2, Армения

Поступила 29.03.2019

Принята к печати 05.05.2019

Компактные лазеры с активной модуляцией добротности резонатора, построенные на материалах, легированных ионами Yb^{3+} , представляют практический интерес для широкого ряда научных, промышленных и биомедицинских применений. Целью данной работы являлось исследование режима активной модуляции добротности резонатора лазера на кристалле $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAlO}_3$.

Одними из наиболее перспективных матриц для легирования ионами редкоземельных элементов являются кристаллы алюминатов со структурой перовскита. Кристаллы иттриевого алюмината YAlO_3 (YAP) широко известны в качестве матриц благодаря хорошим термомеханическим свойствам (теплопроводность нелегированного кристалла около 11 Вт/м·К и около 8 Вт/м·К для $\text{Yb}(5 \text{ ат.}\%):\text{YAP}$), близким к кристаллам YAG. Снижение теплопроводности лазерного кристалла при легировании по сравнению с чистой матрицей мало в случае незначительно отличающихся атомных масс и ионных радиусов как в случае с ионами Yb^{3+} и Lu^{3+} . Данная особенность делает кристалл LuAlO_3 (LuAP) значительно более перспективной матрицей для ионов Yb^{3+} по сравнению с YAP особенно в случае лазерных систем с высокой средней выходной мощностью.

Режим активной модуляции добротности лазера на кристалле $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAP}$ исследован впервые в нашей работе. Максимальная средняя выходная мощность 4,9 Вт получена при частоте следования импульсов 50 кГц и оптической эффективности 21 % с применением выходного зеркала пропусканием 30 %. Выходная мощность 3,3 Вт, длительность импульса 11,5 нс получены при частоте следования импульсов 10 кГц, энергия импульса составила 333 мкДж, пиковая мощность 29 кВт. Импульсы энергией 97 мкДж при частоте следования 10 кГц получены на частоте второй гармоники с эффективностью преобразования 29 %.

Проведенные исследования показывают, что благодаря высокому поперечному сечению стимулированного излучения ($\approx 3,74 \cdot 10^{-20} \text{ см}^2$) на длине волны 999,6 нм, а также существенному снижению тепловой нагрузки на активный элемент при накачке в области 980 нм и генерации в области 999 нм, кристаллы $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAP}$ весьма перспективны в качестве активных элементов компактных твердотельных лазеров с диодной накачкой, работающих в режиме активной модуляции добротности.

Ключевые слова: модуляция добротности, ионы иттербия, диодная накачка, кристалл лютециевого алюмината, генерация второй гармоники.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-119-127

Адрес для переписки:

Александр Руденков
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:

Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, Karine Hovhannesian, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov.
Compact 999.6 nm Actively Q-Switched $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAlO}_3$ Laser for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy.

Приборы и методы измерений.

2019. – Т. 10, № 2. – С. 119–127.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-119-127

For citation:

Alexander Rudenkov, Viktor Kisel, Anatol Yasukevich, Karine Hovhannesian, Ashot Petrosyan, Nikolai Kuleshov.
Compact 999.6 nm Actively Q-Switched $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAlO}_3$ Laser for Laser-Induced Breakdown Spectroscopy.

Devices and Methods of Measurements.

2019, vol. 10, no. 2, pp. 119–127.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-119-127

Introduction

Compact diode-pumped Q-switched lasers with pulse repetition rate of tens kilohertz are of practical importance for materials processing, spectroscopy, range finding applications. The increasing demand for laser in materials processing can be attributed to several unique advantages like high processing speed, the ability of automation technological process, non-contact processing, elimination of subsequent finishing operation, reduced processing or operational cost, improved product quality, greater material utilization, and minimum heat affected zone [1–4].

Currently the most popular active media for such commercial systems are Nd³⁺-doped crystals (YAG, YVO₄ or YLF). Neodymium doped media have a number of advantages like 4-level laser scheme and high stimulated emission (SE) cross section ($\sim 10^{-19}$ cm²) that allow efficient laser action with comparatively low pump and laser beam intracavity intensities [5]. These systems can provide high single pulse energy [6] without damage of the intracavity optics but high quantum defect of Nd³⁺ ions leads to significant thermo-optic aberrations [7] that restrict the possibilities of power scaling, especially at high repetition rates. In order to obtain relatively high output powers, sophisticated cooling systems and powerful 808 nm AlGaAs diodes are used [8], which results in the drop of the cost efficiency. In contrast, Yb³⁺-based laser system have 3-level laser scheme and lower SE cross section [9] that result in a comparatively high pump and intracavity laser beam intensities for efficient laser operation. But this disadvantages almost zeroing when we operate with high pulse repetition frequency (PRF) and thus with reduced single pulse energy. Moreover, the utilization of Yb-doped material could improve the performance and cost of Q-switched laser system because of the substantial reduction of the thermal effects due to low quantum defect and high availability of InGaAs diodes.

It is evident that the issue of development of laser media with advanced thermo-optical properties and lasing performances remains relevant. One of the most promising crystalline hosts for satisfying these conditions are Perovskite-like aluminate crystals. Yttrium aluminate crystal YAlO₃ (YAP) is a well-known host for rare-earth ions [10–17]. The wide interest to YAP crystal is explained by its good thermal and mechanical properties similar to those of YAG [18]. Previously investigated Yb³⁺-doped yttrium aluminate crystal demonstrate

high termo-optical properties (thermal conductivity for undoped crystal is about 11 W/m·K and about 8 W/m·K for Yb(5 at.%):YAP [18, 19]) and wide absorption and stimulated emission cross-section spectra [20] that makes this crystal a promising material for high power lasers and amplifiers emitting in the 1 μm-spectral range.

The reduction in the thermal conductivity of doped laser crystal in comparison with host materials is small in the case of ions with close atomic mass and ionic radii such as for Yb³⁺ and Lu³⁺ [21–23]. This feature makes LuAP more promising host crystal for doping by Yb³⁺ ions in contrast to YAP especially for high output power laser systems.

Here we report on the crystal growth, spectroscopy, CW and Q-switched laser operation of the Yb³⁺-doped isostructural LuAlO₃ single crystal as a novel promising material for high power diode-pumped actively Q-switched lasers for the first time to the best of our knowledge.

Crystal growth

LuAP is a biaxial crystal of the “distorted perovskite” type (space group D_{2h}¹⁶-Pbnm). Unlike the stable aluminates based on large-size rare-earths (RAlO₃, R = Gd–Er), the end-member orthorhombic aluminates of smaller-size rare-earths (RAlO₃, R = Tm, Yb, Lu) are considered as metastable compounds, i. e., they have no stability regions in the subsolidus and cannot be sintered employing traditional solid state reaction techniques. In the flux growth, TmAlO₃ and YbAlO₃ phases have been observed together with the corresponding garnet phases, while LuAlO₃ could not be obtained; instead of this, Lu₃Al₅O₁₂ and Lu₂O₃ phases have been recognized [24]. The first reported LuAlO₃ single crystals were grown from the melt by Czochralski method [25]. Phase equilibria studies in the Lu₂O₃-Al₂O₃ system [26–29] have shown that the range of stability of the perovskite phase is quite narrow and its nucleation may occur only on cooling from the molten state, from temperatures well above the liquidus temperature. Based on solidification behavior of the LuAP melts, the schemes were developed for single crystal growth, the details of which can be found in [34]. LuAP:Yb single crystals for the present studies were grown by the vertical Bridgman method (or vertical directional crystallization) [30, 31] under Ar/H₂ atmosphere (5 vol% of H₂) using molybdenum containers 14 mm in diameter. High purity Lu₂O₃,

Yb_2O_3 and crystalline Al_2O_3 were used as starting components; the selected concentrations of Yb were 2, 5 and 10 at.%. Due to a very small size mismatch between Yb^{3+} ($r_{\text{VIII}} = 0.985 \text{ \AA}$) and Lu^{3+} ($r_{\text{VIII}} = 0.977 \text{ \AA}$) ions [32] (around 0.8 % with respect to Lu^{3+}), the distribution coefficient of Yb^{3+} ions in LuAlO_3 is close to unit and practically all Yb ions amount added to the melts is being incorporated into the lattice.

Spectroscopy

Polarized absorption spectra of Yb^{3+} (2 at.%):LuAP (corresponding ytterbium concentration was $4.02 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) at room temperature were registered by a Varian CARY-5000 spectrophotometer. Absorption cross-section spectra for three light polarizations parallel to the a, b and c crystallographic axes are shown in Figure 1.

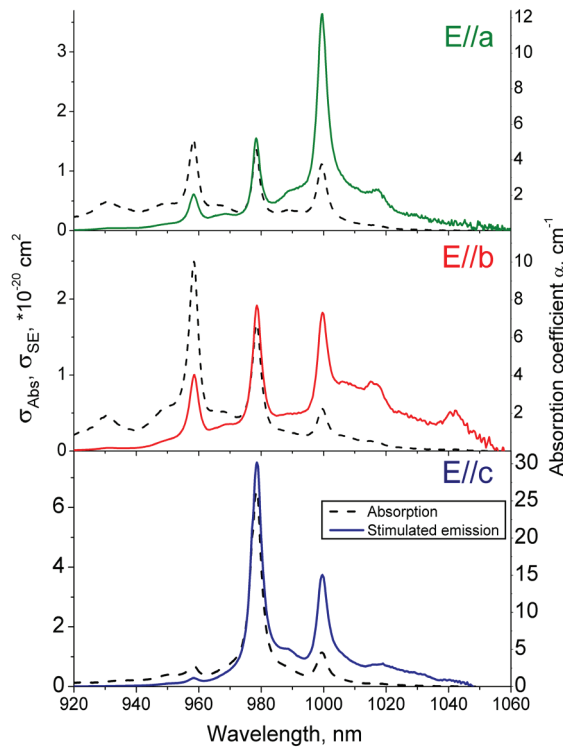


Figure 1 – Polarized absorption and stimulated emission cross-section spectra of Yb^{3+} :LuAlO₃ crystal (the spectra were obtained for Yb^{3+} (2 at.%):LuAlO₃)

Strong absorption is found for E//c light polarization with the peak absorption cross-section at 978.5 nm of about $6.6 \times 10^{-20} \text{ cm}^2$ and spectral bandwidth FWHM of 4 nm.

It is well known that radiation trapping strongly affects the measured lifetime of Yb-doped materials because of significant overlap of

the absorption and emission bands [33, 34]. The comparatively high index of refraction of LuAP ($n_0 = 1.923$) also increases the probability of reabsorption even in optically thin samples because of the total internal reflection. Thus the special methods discussed in the literature [33, 34] should be used to determine the luminescence lifetime accurately. In our experiments we used a fine powder of Yb:LuAP crystal immersed in glycerin. The diameter of the powder particles was measured to be approximately 30–40 μm , several times lower than absorption length of the most heavily doped Yb^{3+} (10 at.%):LuAP crystal (75 μm at 978.5 nm). The Yb ions contents in the samples were 2, 5 and 10 at.%. The samples were excited by 20 ns pulses at 978.5 nm and luminescence kinetics was registered with the use of a 0.3-m monochromator, fast Ge-photodiode with a rise time of $< 20 \text{ ns}$ and a 500 MHz digital storage oscilloscope. All the samples exhibited single exponential decays (see Figure 2b). Starting from certain powder content, the lifetime remained constant despite further dilution (Figure 2a), thus indicating that reabsorption effects became negligible. Emission lifetime for 10, 5, and 2 at.% Yb-doped crystals was measured to be $310 \pm 10 \mu\text{s}$, $380 \pm 10 \mu\text{s}$ and $475 \pm 10 \mu\text{s}$, respectively (see Figure 2c). Taking into account that similar concentration quenching was observed for Yb:YAP starting from about 4 at.% of Yb doping concentration [35], we believe that the measured value of $(475 \pm 5) \mu\text{s}$ corresponds to the radiative lifetime of Yb^{3+} -ions in LuAP.

The stimulated-emission cross sections were calculated by use of the modified reciprocity method in which it is not necessary to know the Stark level structure of the Yb^{3+} manifolds ($^2\text{F}_{5/2}$ and $^2\text{F}_{7/2}$) [36]:

$$\sigma_{SE}^{\alpha}(\lambda) = \frac{3 \cdot \exp(-hc/(kT\lambda))}{8\pi n^2 \tau_{rad} \cdot c \cdot \sum_{\beta} \int \lambda^{-4} \sigma_{ABS}^{\beta}(\lambda) \exp(-hc/(kT\lambda)) d\lambda} \sigma_{ABS}^{\alpha}(\lambda), \quad (1)$$

where τ_{rad} is the radiation lifetime of an active center; c is the light velocity; h and k are Planck and Boltzmann constants, respectively; T is the crystal temperature; n is the refractive index of a crystal; α and β denote the polarization state; and σ_{ABS} is the ground-state absorption cross section.

The stimulated-emission cross section spectra calculated with this method are presented in Figure 1.

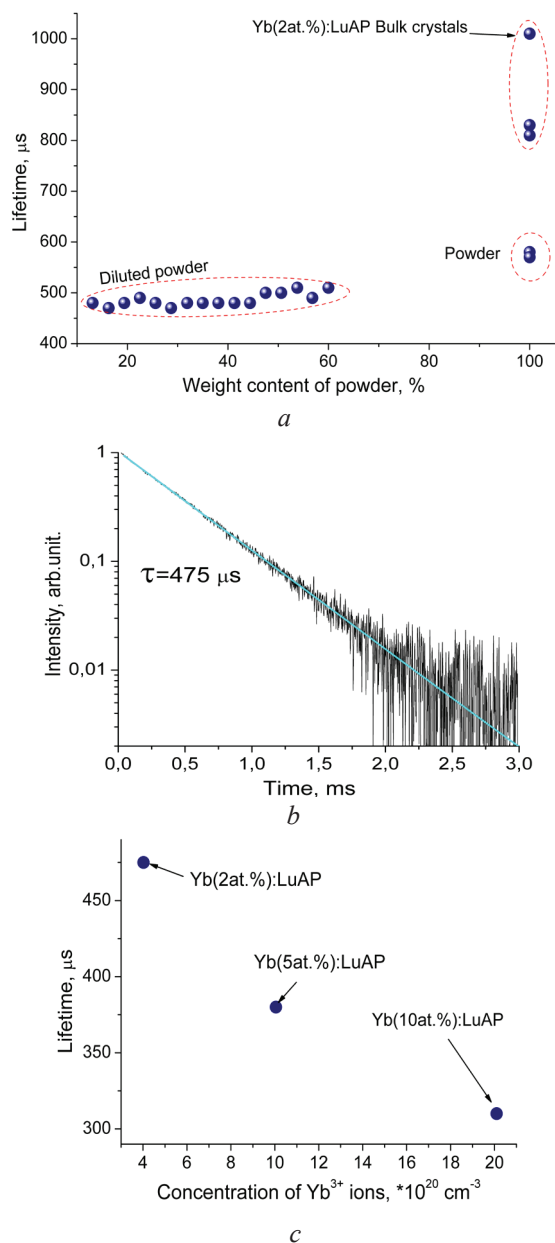


Figure 2 – Measured lifetime for different weight content of Yb(2 at.%):LuAP crystalline powder in glycerin suspension (a). Kinetics of luminescence decay (b) and measured Yb excited state lifetime for LuAP with different concentrations (c)

The most intensive stimulated emission (SE) cross-section band at 999.6 nm has peak value of about $3.74 \times 10^{-20} \text{ cm}^2$ for E//c-polarization. Such a high SE cross-section value is very suitable for actively Q-switched laser operation.

Continuous wave laser experiment

For laser operation the most interesting polarization states in the crystal are E//c and E//b (c and b are crystallographic axes) due to

high stimulated-emission cross sections values. In comparison with Yb-doped YAP, the crystal of Yb:LuAP exhibits slightly higher stimulated-emission cross section, a close radiative lifetime and a comparable stimulated emission bandwidth [20].

For a CW laser experiments a set up with X-folded cavity design was used (see Figure 3). It consisted of two curved mirrors M1 and M2 and two plane mirrors: OC and HR.

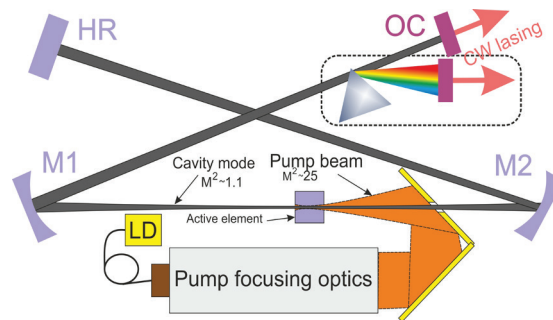


Figure 3 – Experimental setup of continuous wave diode-pumped Yb:LuAP laser: HR-highly reflective mirror, M1, M2-concave mirrors, OC-output coupler, LD-laser diode

The calculated TEM₀₀ mode diameter in the crystal was about 180 μm. As a pump source, a multiple single emitter InGaAs fiber-coupled laser diode (Ø105 μm, NA = 0.15) with a maximum output power of about 25 W was used. An “off-axis” pump layout was used for longitudinal pumping of the active element (see Figure 3). This pump arrangement was successfully tested in our previous work [36–39] and the main advantage of such a pump scheme is that all the cavity mirrors have highly reflecting coating at 900–1100 nm. The pump light was formed by a set of lenses into the spot with a diameter of about 180 μm (1/e²). A 2 mm long Yb(2 at.%):LuAlO₃ crystal was used as a gain medium. The crystal was a-cut to provide E//b and E//c polarized laser output. It was a slab with dimensions 2(a) × 5(b) × 1.5(c) mm³; both 5 × 2 mm² lateral faces were maintained at 15 °C by means of copper plates (indium foil was used to improve thermal contact) and thermo-electrical cooling elements with water-cooled heat sink, while 1.5 × 5 mm² working faces were antireflection coated for pump and laser radiation.

The dependencies of the laser output power on the absorbed pump power for E//b– and E//c– polarized outputs and different OCs are shown in Figure 4. Absorbed pump power was real-time measured during the laser action.

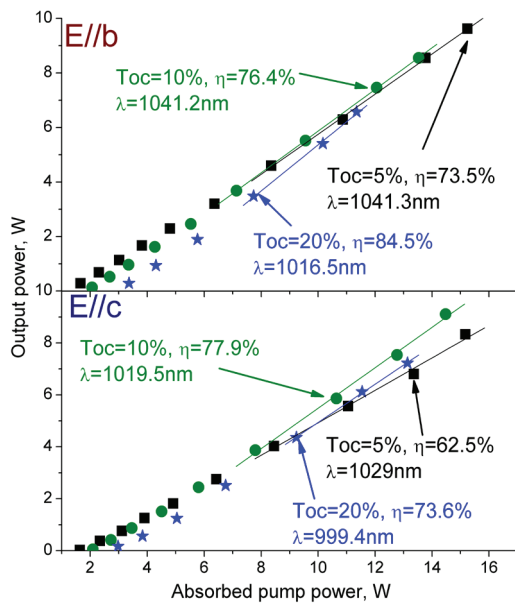


Figure 4 – CW laser performance of Yb:LuAP crystal for different polarizations and output coupler transmittances

The maximum CW output power of 9.6 W at absorbed pump power of 15.2 W with slope efficiency of 73.5 % was demonstrated for E//b polarization with 5 % OC transmittance. With output coupler transmission of 10 % and 20 % the laser output power slightly decreased to 8.6 W and 6.6 W, respectively, while the corresponding slope efficiencies increased to 76.4 % and 84.5 %. Similar output powers were demonstrated for E//c laser output. With 10 % output coupler transmittance 9.1 W of output power was obtained at 14.5 W of absorbed pump power with 77.9 % slope efficiency. Output powers of 8.3 W and 7.2 W with slope efficiencies of 62.5 % and 73.6 % were obtained for 5 % and 20 % OCs, respectively.

Actively Q-switched laser experiment

For actively Q-switched laser experiments a 3-mirror laser cavity was used (Figure 5) consisted of curved mirror and two plane mirrors, Pockels cell, Thin film polarizer and short wave filter. The calculated TEM₀₀ mode diameter in the crystal was about 180 μ m. As a pump source, a multiple single emitter InGaAs fiber-coupled laser diode (25 W, $\varnothing$ 105 μ m, NA = 0.15) was used.

For Q-switched laser experiments was used the same active element as for CW experiments. First we study CW performance with “short” laser cavity (Figure 5). To reduce intracavity energy

density in Q-switched regime 20 % and 30 % output couplers were used. The dependencies of the CW output power versus incident pump power are shown in Figure 6.

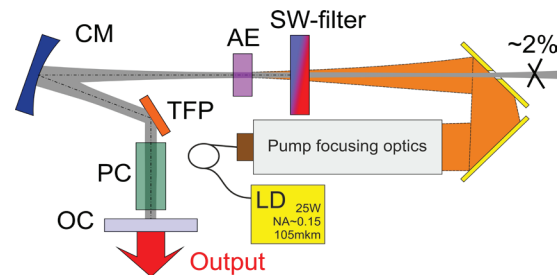


Figure 5 – Experimental setup of actively Q-switched diode-pumped Yb:LuAP laser: CM – concave mirror; AE – active element; SW – short wave filter; TFP – thin film polarizer; PC – Pockels cell; OC – output coupler; LD – laser diode

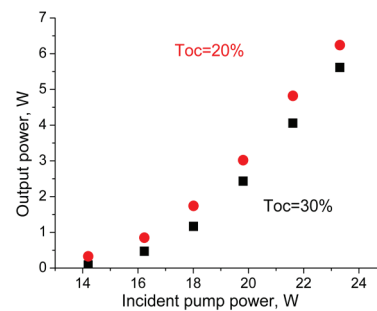


Figure 6 – Dependencies of CW output power versus incident pump power for Yb:LuAP laser (with “short” cavity)

Maximum CW output powers of 6.2 and 5.6 W obtained at 23.3 W of incident pump power for 20 % and 30 % OC transmittances, correspondingly.

The dependencies of the average output power and pulse duration (in actively Q-switched regime) on pulse repetition frequency (PRF) for E//c-polarized output and 30 % output coupler (OC) are shown in Figure 7.

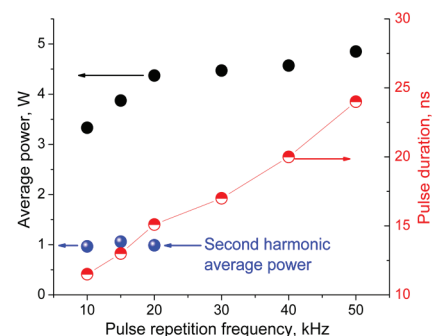


Figure 7 – Average output power and pulse duration vs PRF for actively Q-switched Yb³⁺:LuAP laser

The maximum average output power of 4.9 W at 50 kHz PRF with opt.-to-opt. efficiency of 21 % was demonstrated with 30 % OC transmittance. Output power as high as 3.3 W with pulse duration of about 11.5 ns was demonstrated at 10 kHz PRF with pulse energy of 333 μ J and peak power of 29 kW.

Second harmonic generation experiment

Second harmonic (SH) generation was investigated at low PRF by using 15 mm long LBO (Type I, $\theta=90^\circ$, $\phi=13^\circ$) nonlinear crystal. Maximum pulse energy of 97 μ J was obtained at 10 kHz PRF. Dependency of SH average power on PRF are shown in Figure 7 for PRF range 10–20 kHz. Fundamental and SH wave spectra shown in Figure 8.

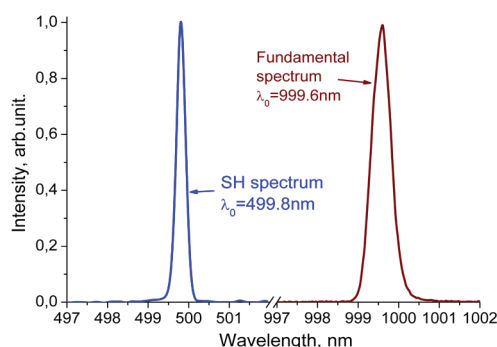


Figure 8 – Fundamental and SH spectra of actively Q-switched and frequency doubled $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAP}$ laser

Conclusion

In conclusion, for the first time to the best of our knowledge actively Q-switched laser operation with $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAP}$ single crystal was demonstrated. The maximum average output power of 4.9 W at 50 kHz PRF with opt.-to-opt. efficiency of 21 % was demonstrated with 30 % OC transmittance. Output power as high as 3.3 W with pulse duration of about 11.5 ns was demonstrated at 10 kHz PRF with pulse energy of 333 μ J and peak power of 29 kW. 97 μ J second harmonic pulses at 10 kHz PRF obtained with 29 % conversion efficiency.

Performed investigations show high potential of $\text{Yb}^{3+}:\text{LuAP}$ crystals as active elements of compact diode pumped actively Q-switched lasers due to high stimulated emission cross-section ($\approx 3.74 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$) at 999.6 nm wavelength, which also reduces heat load on the active element taking into account low quantum defect for pumping around 980 nm.

Acknowledgments

This work was supported by Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research grant F17ARM-006.

References

- Breitling D., Föhl C., Dausinger F., Kononenko T., Konov V. Drilling of metals. *Femtosecond Technology for Technical and Medical Applications*, ed. Dausinger F., Lichtner F., Lubatschowski H. Berlin, Springer, 2004, pp. 131–154. DOI: 10.1007/b96440
- 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, iss. 24, pp. 4169–4171. DOI: 10.1364/OL.35.004169
- Eidam Tino, Hanf Stefan, Seise Enrico, Andersen Thomas V., 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. DOI: 10.1364/OL.35.000094
- Cremers D.A., Radziemski L.J. Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy. *John Wiley & Sons*, New York, 2006.
- Wang Chunyu, Zang Huaguo, Li Xiaoli, Lu Yutian, Zhu Xiaolei. LD-pumped high repetition rate Q-switched Nd:YVO₄ laser by using La₃Ga₅SiO₁₄ single crystal electro-optic modulator. *Chin. Opt. Lett.*, 2006, vol. 4, iss. 6, pp. 329–331.
- Pati B., Wall K.F., Moulton P.F. A Diode-Pumped Q-Switched Nd:YLF Laser Using a Prismatic Pump Cavity. *Advanced Solid-State Photonics.*, ed. Zayhowski J. OSA Trends in Optics and Photonics, Optical Society of America, 2003, paper 432. DOI: 10.1364/ASSP.2003.432
- Peng Xiaoyuan, Asundi Anand, Chen Yihong, Xiong Zhengjun. Study of the Mechanical Properties of Nd:YVO₄ Crystal by use of Laser Interferometry and Finite-Element Analysis. *Appl. Opt.*, 2001, vol. 40, pp. 1396–1403. DOI: 10.1364/AO.40.001396
- Yan Xingpeng, Liu Qiang, Fu Xing, Chen Hailong, Wang Dongsheng, Gong Mali. Comparative investigation on performance of acousto-optically Q-switched dual-rod Nd:YAG–Nd:YVO₄ laser and dual-rod Nd:YVO₄–Nd:YVO₄ laser. *Appl. Opt.*, 2010, vol. 49, iss. 22, pp. 4131–4138. DOI: 10.1364/AO.49.004131
- DeLoach L.D., Payne S.A., Chase L.L., Smith L.K., Kway W.L., Krupke W.F. Evaluation of absorption and emission properties of Yb^{3+} doped crystals for laser applications. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 1993, vol. 29, iss. 4, pp. 1179–1191. DOI: 10.1109/3.214504

10. Wu Ruifen, Phua Poh Boon, Lai Kin Seng. Linearly polarized 100-W output from a diode-pumped Nd:YAlO₃ laser. *Appl. Opt.*, 2000, vol. 39, iss. 3, pp. 431–434. DOI: 10.1364/AO.39.000431
11. Zhu H.Y., Zhang G., Huang C.H., Wei Y., Duan Y.M., Chen W.D., Zhuang F.J. 6.2 W laser-diode end-pumped continuous-wave Nd:YAlO₃ laser at 1.34 μ m. *Optics Communications*, 2011, vol. 284, iss. 12, pp. 2985–2987. DOI: 10.1016/j.optcom.2011.01.080
12. Yiou Sylvie, Balembois François, Georges Patrick, Brun Alain. High-power continuous-wave diode-pumped Nd:YAlO₃ laser that emits on low-gain 1378- and 1385-nm transitions. *Appl. Opt.*, 2001, vol. 40, iss. 18, pp. 3019–3022. DOI: 10.1364/AO.40.003019
13. Fu X.H., Li Y.L., Tao Z.H., Zeng Y.H. Diode pumped CW Nd³⁺:YAlO₃ laser at 1339 nm. *Laser Physics*, 2011, vol. 21, iss. 5, pp. 877–879. DOI: 10.1134/S1054660X1109009X
14. Elder I.F., Payne M.J.P. YAP versus YAG as a diode-pumped host for thulium. *Optics Communications*, 1998, vol. 148, iss. 4–6, pp. 265–269. DOI: 10.1016/S0030-4018(97)00714-1
15. Li L.J., Yao B.Q., Wu D.Y., Wang J., Gang L., Wang Y.Z., Zhang Z.G. High Efficient Double End-Pumped b-cut Tm,Ho:YAlO₃ Laser. *Laser Physics*, 2011, vol. 21, iss. 3, pp. 446–449. DOI: 10.1134/S1054660X11050148
16. Li L.J., Yao B.Q., Qin J.P., Wu D.Y., Wang Y.M., Wang J., He Z.L., Liu W.Y., Chen J.J., Wang Y.Z., Zhang Z.G., Li A.H. High Power and Efficiency of a 2044-nm c-cut Tm, Ho:YAlO₃ Laser. *Laser Physics*, 2011, vol. 21, iss. 3, pp. 489–492. DOI: 10.1134/S1054660X11050173
17. Fibrich M., Jelínková H., Šulc J., Nejezchleb K., Škoda V. Diode-pumped Pr:YAP lasers. *Laser physics letters*, 2011, vol. 8, no. 8, pp. 559–568. DOI: 10.1002/lapl.201110025
18. Weber M.J., Bass M., Andringa K., Monchamp R.R., Comperchio E. Czochralski growth and properties of YAlO₃ laser crystals. *Applied Physics Letters*, 1969, vol. 15, iss. 10, 342 p. DOI: 10.1016/S0022-0248(99)00661-2
19. Aggarwal R.L., Ripin D.J., Ochoa J.R., Fan T.Y. Measurement of thermo-optic properties of Y₃Al₅O₁₂, Lu₃Al₅O₁₂, YAlO₃, LiYF₄, LiLuF₄, BaY₂F₈, KGd(WO₄)₂, and KY(WO₄)₂ laser crystals in the 80–300K temperature range. *Journal of Applied Physics*, 2005, vol. 98, iss. 10, pp. 103514. DOI: 10.1063/1.2128696
20. Kisel Viktor E., Kurilchik Sergey V., Yasukevich Anatol S., Grigoriev Sergey V., Smirnova Sofya A., Kuleshov Nikolay V. Spectroscopy and femtosecond laser performance of Yb³⁺:YAlO₃ crystal. *Opt. Lett.*, 2008, vol. 33, iss. 19, pp. 2194–2196. DOI: 10.1364/OL.33.002194
21. Klemens P.G. Thermal Resistance due to Point Defects at High Temperatures. *Phys. Rev.*, 1960, vol. 119, iss. 2, pp. 507–509. DOI: 10.1103/PhysRev.119.507
22. Gaumé Romain, Viana Bruno, Vivien Daniel, Roger Jean-Paul, Fournier Danièle. A simple model for the prediction of thermal conductivity in pure and doped insulating crystals. *Applied Physics Letters*, 2003, vol. 83, iss. 7, pp. 1355–1357. DOI: 10.1063/1.1601676
23. Peters R., Kränkel C., Fredrich-Thornton S.T., Beil K., Petermann K., Huber G., Heckl O.H., Baer C.R.E., Saraceno C.J., Südmeyer T., Keller U. Thermal analysis and efficient high power continuous-wave and mode-locked thin disk laser operation of Yb-doped sesquioxides. *Appl. Phys. B*, 2011, vol. 102, iss. 3, pp. 509–514. DOI: 10.1007/s00340-011-4428-0
24. Garton G., Wanklin B.M. The rare-earth aluminates. *J. Crystal Growth*, 1967, vol. 1, iss. 3, pp. 164–167. DOI: 10.1016/0022-0248(67)90028-0
25. Ivanov A.O., Morozova L.G., Mochalov I.V., Feofilov P.P. The luminescence of neodymium ions in single crystals of lutetium orthoaluminates. *Optics and spectroscopy*, 1975, vol. 38, iss. 2, pp. 405–407.
26. Shirvinskaya A.K., Popova V.F. The system of Lu₂O₃-Al₂O₃. *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, 1977, vol. 233, pp. 1110–1113.
27. Petrosyan A.G., Shirinyan G.O., Ovanesyan K.L., Kuzanyan A.S. Formation and properties of crystalline compounds in the Lu₂O₃-Al₂O₃ system. *Journal of Crystal Growth*, 1981, vol. 52, part 2, pp. 556–560. DOI: 10.1016/0022-0248(81)90339-0
28. Petrosyan A.G., Popova V.F., Gusarov V.V., Shirinyan G.O., Pedrini C., Lecoq P. The Lu₂O₃-Al₂O₃ system: Relationships for equilibrium-phase and supercooled states. *Journal of Crystal Growth*, 2006, vol. 293, iss. 1, pp. 74–77. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2006.05.017
29. Petrosyan A.G., Popova V., Ugolkov V.L., Romanov D.P., Ovanesyan K.L. A phase stability study in the Lu₂O₃-Al₂O₃ system. *J. Crystal Growth*, 2013, vol. 377, pp. 178–183. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2013.04.054
30. Petrosyan A.G. Crystal growth of laser oxides in the vertical Bridgman configuration. *Journal of Crystal Growth*, 1994, vol. 139, iss. 3–4, pp. 372–392. DOI: 10.1016/0022-0248(94)90190-2
31. Chernov A.A., Givargizov E.I., Bagdasarov Kh.S., Kuznetsov V.A., Dem'yanets L.N., Lobachev A.N. Modern Crystallography, ed. Vainshtain B.K. Nauka, Moscow, 1980; Springer-Verlag, Berlin, 1994. DOI: 10.1007/978-3-642-57254-8
32. Shannon R.D. Revised effective ionic radii and systematic studies of interatomic distances in halides and chalcogenides. *Acta Crystallogr. A.*, 1976, vol. 32, pp. 751–767. DOI: 10.1107/S0567739476001551
33. 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, iss. 17, pp. 1343–1345.

DOI: 10.1364/OL.19.001343

34. 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, iss. 13, pp. 1908–1910.

DOI: 10.1364/OL.32.001908

35. Boulon G., Guyot Y., Canibano H., Hraiech S., Yoshikawa A. Characterization and comparison of Yb³⁺-doped YAlO₃ perovskite crystals (Yb:YAP) with Yb³⁺-doped Y₃Al₅O₁₂ garnet crystals (Yb:YAG) for laser application. *J. Opt. Soc. Am. B*, 2008, 25, 884–896.

DOI: 10.1364/JOSAB.25.000884

36. Kovalyov A.A., Preobrazhenskii V.V., Putyato M.A., Rubtsova N.N., Semyagin B.R., Kisel V.E., Rudenkov A.S., Kuleshov N.V., Pavlyuk A.A. Efficient high-power femtosecond Yb³⁺:KY(WO₄)₂ laser. *Laser*

Phys. Lett., 2015, vol. 12, no. 7, pp. 075801.

DOI: 10.1088/1612-2011/12/7/075801

37. 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.

DOI: 10.1023/B:JAPS.0000032875.04400.a0

38. Rudenkov Alexander, Kisel Viktor, Yasukevich Anatol, Hovhannesyan Karine, Petrosyan Ashot, Kuleshov Nikolai. Yb³⁺:CaYAlO₄-based chirped pulse regenerative amplifier. *Opt. Lett.*, 2016, vol. 41, iss. 10, pp. 2249–2252. **DOI:** 10.1364/OL.41.002249

39. 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, iss. 13, pp. 2415–2418. **DOI:** 10.1364/OL.42.002415

УДК 53.089.68

Создание полей рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы для исследования энергетической зависимости чувствительности дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования

А.В. Новиченко, Р.В. Лукашевич, К.Г. Сеньковский

Научно-производственное унитарное предприятие «АТОМТЕХ»,
ул. Гикало, 5, г. Минск 220005, Беларусь

Поступила 20.03.2019

Принята к печати 24.05.2019

Измерение мощности дозы на уровне естественного радиационного фона является важным элементом радиационного мониторинга окружающей среды. Проверка энергетической зависимости показаний высокочувствительных дозиметрических средств измерений на основе неорганических сцинтилляционных детекторов в области низких энергий возможна при создании эталонных полей рентгеновского излучения с низкими уровнями мощности дозы (до 5 мкЗв/ч). Целью данной работы являлось создание и исследование эталонных полей рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы и узким спектром в диапазоне энергий от 15 до 250 кэВ с использованием фильтров из особо чистых металлов в составе формирователя поля рентгеновского излучения установки УПР-АТ300.

Для определения основных характеристик созданных полей рентгеновского излучения использовались разработанные в УП «АТОМТЕХ» высокочувствительные блоки-компараторы фотонного излучения на основе сцинтилляционных NaI(Tl) детекторов. Проверка энергетической зависимости блока-компаратора осуществлялась с помощью эталонного дозиметра ДКС-АТ5350/1 и ионизационной камеры ТМ32003 с чувствительным объемом 10000 см³.

Исследованы характеристики полей рентгеновского излучения, полученные на поверочной установке рентгеновского излучения УПР-АТ300 с целью проверки энергетической зависимости показаний высокочувствительных дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования. Показана возможность калибровки высокочувствительных дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных детекторов в энергетическом диапазоне до 250 кэВ в пучках рентгеновского излучения.

Ключевые слова: мощность дозы, блок-компаратор, сцинтилляционный детектор, энергетическая зависимость, рентгеновская трубка.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-128-137

Адрес для переписки:

А.В. Новиченко
УП «АТОМТЕХ»,
ул. Гикало, 5, г. Минск 220005, Беларусь
e-mail: Novichenko_AV@atomtex.com

Address for correspondence:

A.V. Novichenko
SPE «ATOMTEX»,
Gikalo str., 5, Minsk 220005, Belarus
e-mail: Novichenko_AV@atomtex.com

Для цитирования:

А.В. Новиченко, Р.В. Лукашевич, К.Г. Сеньковский.
Создание полей рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы для исследования энергетической зависимости чувствительности дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 128–137.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-128-137

For citation:

A.V. Novichenko, R.V. Lukashevich, K.G. Senkovsky.
[Low Dose Rate X-Ray Radiation Fields Implementation for Study of Energy Response of the Dosimeters Based on Scintillation Detectors].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 128–137 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-128-137

Low Dose Rate X-Ray Radiation Fields Implementation for Study of Energy Response of the Dosimeters Based on Scintillation Detectors

A.V. Novichenko, R.V. Lukashevich, K.G. Senkovsky

Scientific production unitary enterprise «ATOMTEX»,
Gikalo str., 5, Minsk 220005, Belarus

Received 20.03.2019

Accepted for publication 24.05.2019

Abstract

Near background low dose rate measurements are important part of the environmental radiation monitoring. It is possible to fulfill energy response verification for the high sensitive dosimeters based on inorganic scintillation detectors in low energy region when creating reference X-ray fields with dose rates up to 5 $\mu\text{Sv/h}$. The aim of this work was to create and study reference X-ray fields with low dose rate and narrow spectrum in the energy range from 15 to 250 keV using high-purity metal filters as a part of X-ray irradiator of AT300 X-ray calibration facility.

To determine the main characteristics of created X-ray fields highly sensitive comparators of photon radiation based on NaI(Tl) scintillation detectors was used. The comparators were developed in «ATOMTEX». To verify comparators energy response the reference AT5350/1 dosimeter and ionization chamber TM32003 with sensitive volume 10000 cm^3 were used.

Characteristics of X-ray fields that were created on the AT300 X-ray calibration facility to verify the energy response of high sensitive dosimeters based on scintillation detectors were investigated. The possibility to calibrate high sensitive dosimetric measuring instruments based on scintillation detectors in the energy range up to 250 keV in X-ray beams was shown.

Keywords: dose rate, comparator, scintillation detector, energy response, X-ray tube.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-128-137

Адрес для переписки:

А.В. Новиченко
УП «АТОМТЕХ»,
ул. Гикало, 5, г. Минск 220005, Беларусь
e-mail: Novichenko_AV@atomtex.com

Address for correspondence:

A.V. Novichenko
SPE «ATOMTEX»,
Gikalo str., 5, Minsk 220005, Belarus
e-mail: Novichenko_AV@atomtex.com

Для цитирования:

А.В. Новиченко, Р.В. Лукашевич, К.Г. Сеньковский.
Создание полей рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы для исследования энергетической зависимости чувствительности дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 128–137.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-128-137

For citation:

A.V. Novichenko, R.V. Lukashevich, K.G. Senkovsky.
[Low Dose Rate X-Ray Radiation Fields Implementation for Study of Energy Response of the Dosimeters Based on Scintillation Detectors].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 128–137 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-128-137

Введение

Измерение мощности дозы на уровне естественного радиационного фона является важным элементом радиационного мониторинга окружающей среды. При этом необходимо получать информацию о малейшем превышении техногенного радиационного фона по отношению к естественному радиационному фону. Применение сцинтилляционных блоков детектирования в качестве дозиметрических средств измерений для задач радиационного мониторинга является наиболее приемлемым по причине их высокой чувствительности и высокой временной стабильности.

Для решения задач радиационного мониторинга необходимо использовать дозиметрические средства измерений с известной дозовой характеристикой и энергетической зависимостью чувствительности¹. Исследование энергетической зависимости чувствительности дозиметрических средств измерений при их производстве и настройке подразумевает использование источников рентгеновского и гамма-излучения в широком диапазоне энергий (например, от 40 кэВ до 3 МэВ). Как правило, дозиметрические средства измерений калибруются или поверяются на эталонных дозиметрических установках с использованием источников гамма-излучения [1]. Набор гамма-источников, входящий в состав эталонных установок, ограничен стоимостью или периодом распада радионуклидов. На практике в большинстве случаев в состав эталонных дозиметрических установок входят такие источники гамма-излучения, как: ²⁴¹Am (59,6 кэВ), ⁵⁷Co (122 кэВ), ¹³⁷Cs (662 кэВ) и ⁶⁰Co (1173 и 1333 кэВ). Учитывая сложную энергетическую зависимость чувствительности сцинтилляционных блоков детектирования, необходимо проведение дополнительных исследований энергетической зависимости блоков детектирования. Нередки случаи, когда калибровка дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования проводится только с использованием источников гамма-излучения ²⁴¹Am и ¹³⁷Cs, что приводит к ошибочным результатам измерений в диапазонах 40–60 кэВ и 80–300 кэВ. Становится очевидным, что необходимо использовать эталонные рентгеновские установки, имеющие широкий набор качеств

излучений в диапазоне от единиц килоэлектрон-вольт до 300 кэВ [2, 3]. Однако определение энергетической зависимости чувствительности сцинтилляционных блоков детектирования с использованием эталонных рентгеновских установок является нетривиальной задачей, так как при их высокой чувствительности к рентгеновскому излучению ограничивается динамический диапазон измерения мощности дозы.

Проверка энергетической зависимости показаний дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования в диапазоне низких энергий возможна на рентгеновских поверочных установках при создании качеств излучений с низкой мощностью дозы (например, 0,1–5 мкЗв/ч). Для этого необходимо выполнить специальные исследования создаваемых полей излучений и иметь высокочувствительное средство измерений, откалиброванное в подобных полях. Применение эталонного средства измерений на эталонных рентгеновских установках методом замещения позволит проводить исследования энергетической зависимости высокочувствительных дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования.

Целью работы являлась разработка и создание полей рентгеновского излучения с малой мощностью дозы для исследования энергетической зависимости дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных блоков детектирования с применением блоков-компараторов.

Проблематика

Стандартные эталонные серии качеств фильтрованного рентгеновского излучения, описанные в государственном стандарте СТБ ИСО², позволяют создавать минимальную мощность дозы порядка 190 мкЗв/ч на расстоянии 1000 мм от фокуса рентгеновской трубки. Данная мощность дозы является слишком высокой для проверки энергетической зависимости блоков детектирования на основе неорганических сцинтилляционных детекторов. Проведение измерений на больших расстояниях от фокуса рентгеновской трубки приведет к искажению энергетического спектра из-за поглощения излучения в воздухе, и как следствие, приведет к ошибкам при расчете мощности дозы излучения.

¹Средства измерений ионизирующих излучений. Общие технические условия: ГОСТ 27451-87

²Государственный стандарт Республики Беларусь СТБ ИСО 4037-1:2014

Сцинтилляционные детекторы, такие как NaI(Tl), имеют весьма значительную зависимость чувствительности от энергии излучения. На рисунке 1 представлена полученная нами зависимость чувствительности сцинтилляционного NaI(Tl) детектора размерами $\varnothing 40$ мм, $h = 40$ мм. Поэтому для проверки энергетической зависимости блоков детектирования на основе неорганических сцинтилляционных детекторов следует использовать качества излучения близкие к моноэнергетическому. Из-за высокой чувствительности неорганических сцинтилляционных детекторов к фотонному излучению качества излучения должны обладать как можно меньшей мощностью дозы.

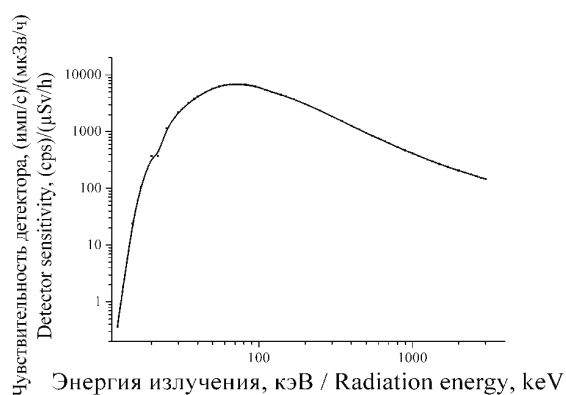


Рисунок 1 – Зависимость чувствительности NaI(Tl) детектора ($\varnothing 40$ мм, $h = 40$ мм) от энергии фотонов

Figure 1 – The NaI(Tl) detector ($\varnothing 40$ мм, $h = 40$ мм) sensitivity as a function of photon energy

Основной задачей при формировании серии качеств излучения с низкой мощностью дозы являлось получение набора качеств излучения со значениями мощности дозы порядка 1 мкЗв/ч на расстоянии 1000 мм от фокуса рентгеновской трубки и энергетическим разрешением в пределах 20 % в диапазоне эффективных энергий от 15 до 250 кэВ.

Блоки-компараторы рентгеновского и гамма-излучения

Для проведения калибровки эталонных полей рентгеновского и гамма-излучения эталонных дозиметрических установок были разработаны высокочувствительные блоки-компараторы фотонного излучения [4] на базе серийно выпускаемых сцинтилляционных блоков детектирования рентгеновского и гамма-излучения со сцинтилляционными NaI(Tl) детекторами

в рамках научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ.

Накопленная при регистрации фотонного излучения информация обрабатывается соответствующим программным обеспечением и выводится на экран персонального компьютера (ПК) в виде мощности дозы и аппаратурных спектров фотонного излучения.

При измерении мощности дозы использован спектрометрический метод преобразования аппаратурных спектров непосредственно в мощность дозы с помощью функции радиационного отклика, значения которой зависят от амплитуды регистрируемых импульсов [5, 6].

Алгоритм работы блока-компаратора обеспечивает непрерывность процесса измерения, вычисление значений мощности дозы и оперативное отображение получаемой информации на экране ПК, статистическую обработку результатов измерений, сохранение результатов измерений мощности дозы фотонного излучения. Блоки-компараторы позволяют измерять воздушную керму, амбиентный эквивалент дозы и экспозиционную дозу.

Калибровка блоков-компараторов выполнена во Всесоюзном научно-исследовательском институте имени Д.И. Менделеева на государственных эталонах Российской Федерации, в том числе на государственном первичном эталоне единиц кермы в воздухе, мощности кермы в воздухе, экспозиционной дозы, мощности экспозиционной дозы и потока энергии рентгеновского и гамма-излучений ГЭТ 8-2011 в диапазоне энергий от 8 до 222 кэВ [4].

Исследование характеристик полей рентгеновского излучения

Поля рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы создавались на установке поворотной рентгеновского излучения УПР-АТ300. На расстоянии 1000 мм от фокуса рентгеновской трубки на рабочем столе подвижной платформы системы позиционирования на центральной оси пучка излучения располагался блок-компаратор БКМР-АТ1104 или блок-компаратор БКМГ-АТ1102. С помощью формирователя поля рентгеновского излучения устанавливалась фильтрация для каждого качества излучения. Для получения низких уровней мощности дозы применялись дополнительные фильтры, которые устанавливались в специальный отсек формирователя

поля и ослабляли интенсивность исходного пучка до нужного уровня. Напряжение на рентгеновской трубке и ток катода задавались с помощью пульта управления высоковольтного генератора.

Для получения требуемых мощности дозы и энергетического разрешения для качеств с энергиями от 15 до 100 кэВ [7] применялись металлические фильтры размерами 100 × 100 мм из особо чистых олова, меди и алюминия различной толщины. Для проверки основных характеристик качеств излучения в данном энергетическом диапазоне применялся блок-компаратор БКМР-АТ1104 на основе сцинтилляционного NaI(Tl) детектора с бериллиевым окном (Ø 9 мм, $h = 2$ мм). Для формирования качеств излучения с энергиями от 150 до 250 кэВ применялись металлические фильтры из особо чистых свинца, олова, меди и алюминия. Для проверки основных характеристик качеств

излучения в данном энергетическом диапазоне применялся блок-компаратор БКМГ-АТ1102 на основе сцинтилляционного NaI(Tl) детектора (Ø 40 мм, $h = 40$ мм).

Эффективная энергия излучения определялась по слою половинного ослабления (СПО). Сужение спектра излучения осуществлялось уменьшением напряжения на рентгеновской трубке и увеличением фильтрации для получения необходимой эффективной энергии.

Энергетическое разрешение определялось по числовым данным спектров по формуле:

$$R_E = \frac{\Delta E}{E} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где ΔE – ширина спектра на половине максимальной ординаты спектра; E – энергия пика спектра излучения.

Основные характеристики качеств АТ-ХЛ серии представлены в таблице 1.

Таблица 1/Table 1

Характеристики серии качеств АТ-ХЛ

Characteristics of AT-XL series

Качество излучения Radiation quality	Энергия, кэВ Energy, keV	Фильтрация, мм Filtration, mm				СПО, мм HVL, mm	Разрешение, % Resolution, %
		Al	Cu	Sn	Pb		
AT-XL15	15	2,184	0,048	–	–	0,33 Al	23
AT-XL20	21	2,184	0,256	–	–	0,86 Al	23,8
AT-XL30	29	2,184	0,759	–	–	2,1 Al	20
AT-XL40	39	5,972	1,512	–	–	4,25 Al	17,1
AT-XL55	54,5	2,184	4,47	–	–	0,38 Cu	15
AT-XL70	69,7	3,67	8,988	–	–	0,72 Cu	16
AT-XL100	99,8	4,991	18,006	1,031	–	1,71 Cu	19
AT-XL150	150	4,991	20,037	13,126	–	3,98 Cu	18,1
AT-XL200	200	21	12,04	13,99	3,065	5,4 Cu	19
AT-XL250	250	21	12,04	15,164	4,99	6,24 Cu	23,9

Для проверки значений мощности дозы исследуемых качеств излучения, полученных с помощью блоков-компараторов, проводились сравнения их показаний методом непосредственного сличения с показаниями эталонного дозиметра ДКС-АТ5350/1 с ионизационной камерой ТМ32003 с высокой степенью линейности (до 3 %) в диапазоне энергий от 0,025 до 1,3 МэВ. Рабочий объем сферической

ионизационной камеры ТМ32003 составляет 10 л, внешний диаметр равен 276 мм [8].

Предварительно ионизационная камера ТМ32003 была откалибрована в полях рентгеновского излучения в диапазоне энергий от 30 до 263 кэВ. Качества излучения для калибровки ионизационной камеры подбирались таким образом, чтобы эффективная энергия находилась максимально близко к значениям

эффективных энергий исследуемых качеств. Выбранные качества излучения соответствовали эталонным качествам фильтрованного рентгеновского излучения с низкой мощностью кермы в воздухе и с узким энергетическим разрешением. При определении калибровочных коэффициентов для ионизационной камеры ТМ32003 исследуемых качеств излучения применялся метод интерполяции по известным значениям калибровочных коэффициентов для данной камеры, полученных при известных энергиях эталонных качеств излучения. Значения калибровочных коэффициентов представлены в таблице 2.

Измерения мощности дозы проводились на расстоянии 2500 мм от фокуса рентгеновской трубки с использованием вольфрамовой диафрагмы диаметром 51 мм. Таким образом, формировалось эталонное равномерное рентгеновское поле излучения диаметром 300 мм, что было необходимо для полного и равномерного облучения всего чувствительного объема ионизационной камеры [9].

На рабочем столе системы позиционирования располагались ионизационная камера ТМ32003 и блок-компаратор на равных расстояниях от фокуса рентгеновской трубки.

На расстоянии 1000 мм от фокуса рентгеновской трубки проводилась лазерная привязка позиции центров детекторов. Далее рабочий стол с помощью пульта управления передвигался на расстояние 2500 мм от фокуса рентгеновской трубки для обеспечения равномерного поля излучения для ионизационной

камеры. Проводились измерения мощности дозы на разных качествах излучения и определялись отклонения показаний блока-компаратора от ионизационной камеры. Значения мощности дозы считывались с блока-компаратора с помощью специализированной программы на компьютере. Показания ионизационной камеры считывались с измерительного блока ДКС-АТ5350/1. В таблице 3 представлены результаты сличения ионизационной камеры ТМ32003 и блока-компаратора БКМГ-АТ1102.

Таблица 2/Table 2

Значения калибровочных коэффициентов для ионизационной камеры ТМ32003 для исследуемых качеств излучения

The calibration factor values of ionization chamber ТМ32003 for studied qualities

Качество излучения Radiation quality	Энергия излучения, кэВ Radiation energy, keV	Калибровочный коэффициент, Гр/Кл Calibration factor, Gy/C
АТ-ХЛ40	39	$3,084 \cdot 10^3$
АТ-ХЛ55	54,5	$3,074 \cdot 10^3$
АТ-ХЛ70	69,7	$3,095 \cdot 10^3$
АТ-ХЛ100	99,8	$3,113 \cdot 10^3$
АТ-ХЛ150	150	$3,122 \cdot 10^3$
АТ-ХЛ200	200	$3,141 \cdot 10^3$
АТ-ХЛ250	250	$3,162 \cdot 10^3$

Таблица 3/Table 3

Результаты измерений мощности дозы

Dose rate measurement results

Качество излучения Radiation quality	Эффективная энергия, кэВ Effective energy, keV	Н*(10), мкЗв/ч Н*(10), $\mu\text{Sv/h}$		Относительное отклонение, % Relative deviation, %
		БКМГ-АТ1102	ТМ32003	
АТ-ХЛ55	54,5	3,247	3,297	1,54
АТ-ХЛ70	69,7	2,52	2,519	-0,04
АТ-ХЛ100	99,8	7,052	7,213	2,28
АТ-ХЛ150	150	6,828	6,7	-1,87
АТ-ХЛ200	200	9,821	10,17	3,55
АТ-ХЛ250	250	20,323	21,638	6,47

Анализ полученных результатов указывает на хорошую сходимость значений для ионизационной камеры ТМ32003 и блока-компаратора БКМГ-АТ1102 в исследуемом диапазоне энергий, что характеризует адекватность использования блока-компаратора для калибровки данных полей излучения по мощности дозы.

Оценка неопределенности измерений околофоновых полей фотонного излучения по мощности дозы с использованием эталонного средства измерений

За неопределенность результата калибровки околофоновых полей, формируемых с использованием рентгеновского излучения, принимается относительная расширенная неопределенность U , %, – относительная суммарная стандартная неопределенность u_c с коэффициентом охвата $k = 2$, который при нормальном распределении соответствует доверительной вероятности 95 %.

Расчет расширенной неопределенности производится в соответствии с выражением:

$$U = k \cdot u_c, \quad (2)$$

где u_c – относительная стандартная неопределенность измерения мощности дозы для эталонного средства измерений, %.

Относительная стандартная неопределенность измерения мощности дозы рассчитывается в соответствии с выражением:

$$u_c = \sqrt{u_{(\dot{H}_m - \dot{H}_0)}^2 + u_{ct}^2 + u_r^2 + u_{ng}^2 + u_{nd}^2}, \quad (3)$$

где $u_{(\dot{H}_m - \dot{H}_0)}$ – относительная неопределенность измерения мощности дозы (относительно показаний эталонного средства измерений); u_{ct} – неопределенность блока-компаратора, связанная с основной погрешностью эталонного средства измерений; u_r – неопределенность, связанная с определением расстояния «источник-детектор»; u_{ng} – неопределенность, связанная с нестабильностью градуировочной характеристики преобразования эталонного средства измерений за время непрерывной работы; u_{nd} – неопределенность, связанная с нестабильностью показаний

эталонного средства измерений при измерении мощности дозы за время непрерывной работы.

Результаты сличения блока-компаратора с ионизационной камерой показывают, что в исследуемом диапазоне энергий изменение спектральной характеристики излучения при одинаковых нагрузках не влияет существенно на показания блока-компаратора. Таким образом, относительная стандартная неопределенность измерения мощности дозы с использованием блока-компаратора рассчитывается на основании расширенной неопределенности измерения мощности дозы и коэффициента охвата $k = 2$ согласно свидетельству о калибровке блока-компаратора.

Неопределенность, связанная с определением расстояния «источник-детектор», рассчитывается в соответствии с руководством по эксплуатации установки УПР-АТ300. Согласно данному руководству погрешность определения расстояния от анода рентгеновской трубки до центра детектора составляет $\pm 0,2$ %. При измерении минимальных значений мощности дозы блок-компаратор устанавливался на расстоянии 1000 мм от анода рентгеновской трубки. Таким образом, погрешность определения расстояния составила ± 2 мм.

Согласно паспортным данным на блок-компаратор, погрешность нестабильности градуировочной характеристики преобразования блок-компаратора за время непрерывной работы составляет $\pm 0,5$ %. Поскольку характер распределения погрешности является равновероятным (прямоугольным), то относительная стандартная неопределенность будет равна $0,5/\sqrt{3} = 0,29$ %.

Согласно паспортным данным блока-компаратора, погрешность нестабильности показаний компаратора при измерении мощности дозы гамма-излучения за время непрерывной работы блока-компаратора составляет $\pm 1,0$ %. Поскольку характер распределения погрешности также принимаем за прямоугольный, то относительная стандартная неопределенность будет равна $1,0/\sqrt{3} = 0,58$ %.

Расширенная неопределенность с учетом калибровочного коэффициента для блока-компаратора представлена в таблице 4.

Таблица 4/Table 4

Значения относительной стандартной и расширенной неопределенностей
Relative standard and extended uncertainty values

Качество излучения Radiation quality	$\dot{H}^*(10)$, мкЗв/ч $\dot{H}^*(10)$, $\mu\text{Sv/h}$	$U_{H^*}(\dot{H}^*(10))$, %	Калибровочный коэффициент Calibration factor	$U_{H^*}(\dot{H}^*(10))$, мкЗв/ч $U_{H^*}(\dot{H}^*(10))$, $\mu\text{Sv/h}$
AT-XL55	1,051	6,23	0,995	0,065
AT-XL70	0,985	6,74	0,98	0,065
AT-XL100	1,104	6,62	0,98	0,071
AT-XL150	0,584	6,66	0,993	0,038
AT-XL200	1,641	6,17	1,005	0,102
AT-XL250	18,08	6,208	1,015	1,139

Анализ полученных результатов показывает, что значения расширенной неопределенности не превышают 7 % для исследуемых качеств излучения. Основной вклад в расширенную неопределенность вносит неопределенность, связанная с основной погрешностью блок-компаратора.

Результаты и их обсуждение

Результаты измерения низких уровней мощности дозы на расстоянии 1000 мм от анода рентгеновской трубки с учетом расширенной неопределенности измерений представлены в таблице 5.

Таблица 5/Table 5

Значения мощности дозы с учетом расширенной неопределенности
Dose rate given with expanded uncertainty

Качество излучения Radiation quality	Мощность дозы, мкЗв/ч Dose rate, $\mu\text{Sv/h}$
AT-XL55	$1,051 \pm 0,065$
AT-XL70	$0,985 \pm 0,065$
AT-XL100	$1,104 \pm 0,071$
AT-XL150	$0,584 \pm 0,038$
AT-XL200	$1,641 \pm 0,102$
AT-XL250	$18,08 \pm 1,015$

Аппаратурные спектры излучения получены с помощью блоков-компараторов рентгеновского и гамма-излучений (рисунок 2а). Спектры излучения, представленные в логарифмическом масштабе, позволяют визуально оценить схожесть энергетического разрешения серии качеств (рисунок 2б).

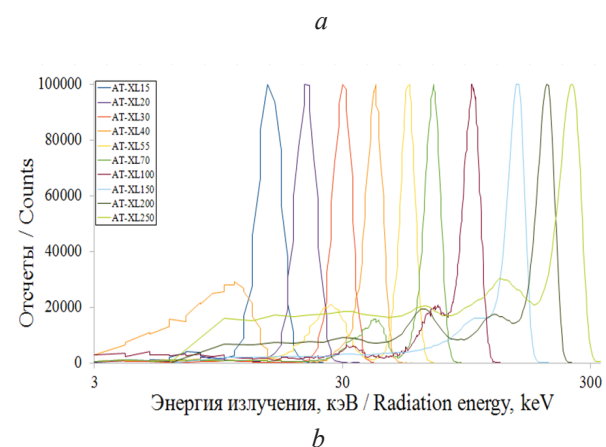
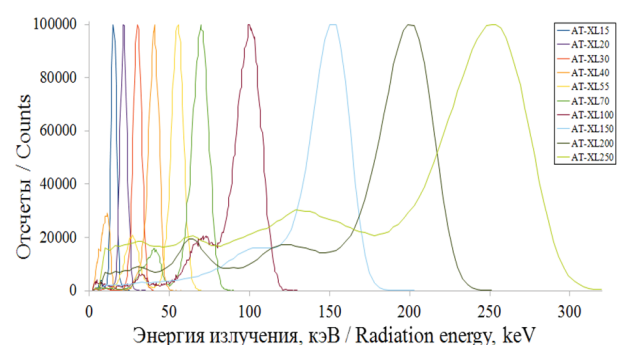


Рисунок 2 – Аппаратурные спектры для серии качеств AT-XL, измеренные блоками-компараторами БКМР-AT1104 и БКМГ-AT1102 в линейном (а) и в логарифмическом масштабе (б)

Figure 2 – Instrumental spectra of the AT-XL radiation qualities, measured with BKMR-AT1104 and BKMG-AT1102 comparators in linear scale (a) and logarithmic scale (b)

Из анализа полученных данных следует, что энергетическое разрешение полученных качеств находится в пределах от 15 до 24 %.

Заключение

Поверочная установка рентгеновского излучения УПР-АТ300 с применением набора фильтров из особо чистых свинца, олова, меди и алюминия позволяет сформировать дозиметрические поля с низкими уровнями мощности дозы и узким спектром и обеспечить исследования и проверки энергетической зависимости чувствительности дозиметрических средств измерений на основе сцинтилляционных и других высокочувствительных детекторов.

Значение мощности дозы для качества излучения с энергией 250 кэВ на расстоянии 1000 мм от анода рентгеновской трубки получилось значительно выше 1 мкЗв/ч. Однако достичь меньшего значения мощности дозы можно переместив детектор на расстояние 2500 мм. Поскольку энергия излучения достаточно высокая, перемещение на большее расстояние не приведет к ошибкам определения эффективной энергии и мощности дозы из-за незначительного ослабления излучения в воздухе.

Созданные поля рентгеновского излучения позволяют проводить исследования высокочувствительных сцинтилляционных дозиметрических средств измерений на расстояниях 1000 мм и 2500 мм от фокуса рентгеновской трубки при мощности дозы в пределах единиц мкЗв/ч в диапазоне энергий от 55 до 250 кэВ, что охватывает рабочий диапазон энергий большинства дозиметрических приборов на основе сцинтилляционных блоков детектирования.

Качества рентгеновского излучения с низкой мощностью дозы в диапазоне энергий от 15 до 40 кэВ требуют проведения дополнительных исследований с применением блока-компаратора рентгеновского излучения БКМР-АТ1104. Для подтверждения достоверности показаний блока-компаратора требуется провести сличения с показаниями ионизационной камеры с известным откликом в данном диапазоне энергий. Однако нижняя граница рабочего диапазона энергий для большинства ионизационных камер соответствует 50 кэВ. Таким образом, для сличения блока-компаратора с ионизационной камерой в диапазоне низких энергий, предварительно требуется откалибровать ионизационную камеру ТМ32003 в диапазоне от 15 до 40 кэВ и провести аналогичные исследования.

Список использованных источников

1. Дозиметрическая установка гамма-излучения УДГ-АТ110 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://atomtex.com/sites/default/files/catalogue_ru.pdf – Дата доступа: 25.01.2019.
2. Национальный эталон единиц кермы и мощности кермы в воздухе [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.belgim.by/1431> – Дата доступа: 25.01.2019.
3. Установка поверочная рентгеновского излучения УПР-АТ300 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://atomtex.com/sites/default/files/catalogue_ru.pdf – Дата доступа: 25.01.2019.
4. Лукашевич, Р.В. Сцинтилляционные блоки-компараторы для измерений мощности кермы в воздухе в диапазоне от 0,03 нГр/с до 50 нГр/с. / Р.В. Лукашевич [и др.] // Метрология и приборостроение. – 2017. – Т. 75, № 1. – С. 33–37.
5. Лукашевич, Р.В. Применение спектрометрического метода расчета мощности дозы для создания высокочувствительных образцовых средств измерения на базе сцинтилляционных блоков детектирования / Р.В. Лукашевич, Г.А. Фоков // Приборы и методы измерений. – 2017. – Т. 8, № 3. – С. 246–253.
DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-3-246-253
6. Moriuchi, S. Development of a dosimetric system using spectrometric technique suitable for operational radiation dose measurements and evaluation / S. Moriuchi, M. Tsutsumi, K. Saito // 10-th Intern. congress of the International Radiation Protection Association IRPA-10 : proc. congress, Hiroshima, 14–19 May 2000 / Japan Health Physics Society. – Tokyo, 2000. – P–3b–197.
7. Behrens, R. The influence of the air density on the spectral properties of X-ray radiation qualities with mean energies from 6 keV to 90 keV. / R. Behrens // Rad. Prot. Dos. – 1999. – Vol. 86, no. 2. –P. 123–128.
DOI: 10.1093/oxfordjournals.rpd.a032931
8. Ionizing radiation. Detectors. Including code of practice / PTW – Freiburg. – 2018. – 49 p.
9. Implementation of the International Code of Practice on dosimetry in diagnostic radiology. – Vienna : International Atomic Energy Agency, 2011.

References

1. *Dozimetricheskaya ustanovka gamma-izlucheniya UDG-AT110* [AT110 Gamma radiation dosimetry unit]. Available at: http://atomtex.com/sites/default/files/catalogue_ru.pdf (accessed 25.01.2019).
2. *National standard of kerma units and air kerma rate*. Available at: <http://www.belgim.by/1431> (accessed 25.01.2019).
3. *Ustanovka poverochnaya rentgenovskogo izlucheniya UPR-AT300* [AT300 X-Ray calibration

facility]. Available at: http://atomtex.com/sites/default/files/catalogue_ru.pdf (accessed 25.01.2019).

4. Lukashevich R., Guзов V.D., Kozhemyakin V.A., Oborin A.V. [Scintillation comparators for measuring air kerma rate in the range from 0,03 to 50 nGy/s]. *Metrologiya i priborostroenie* [Metrology and instrumentation], 2017, vol. 75, no. 1, pp. 33–37 (in Russian).

5. Lukashevich R., Fokov G. [Application of the spectrometric method for calculating the dose rate for creating calibration highly sensitive instruments based on scintillation detection units]. *Devices and Methods of Measurements*, 2017, vol. 3, no. 8, pp. 246–253 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-3-246-253

6. Moriuchi S., Tsutsumi M., Saito K. Development of a dosimetric system using spectrometric

technique suitable for operational radiation dose measurements and evaluation. 10-th Intern. congress of the International Radiation Protection Association IRPA-10 : proc. congress, Hiroshima, 14–19 May 2000 / Japan Health Physics Society, Tokyo, 2000, pp. 3b–197.

7. Behrens R. The influence of the air density on the spectral properties of X-ray radiation qualities with mean energies from 6 keV to 90 keV. *Rad. Prot. Dos.*, 1999, vol. 86, no. 2, pp. 123–128.

DOI: 10.1093/oxfordjournals.rpd.a032931

8. Ionizing radiation. Detectors. Including code of practice / PTW – Freiburg. – 2018. – 49 p.

9. Implementation of the International Code of Practice on dosimetry in diagnostic radiology. – Vienna: International Atomic Energy Agency, 2011.

УДК 539.23

Управление электрическими и оптическими параметрами активных элементов датчиков влажности на основе пленок оксидов олова переменного состава

Д.В. Адамчук, В.К. Ксеневиц

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

Поступила 29.04.2019

Принята к печати 10.06.2019

Цель работы – разработка методики синтеза пленок оксидов олова различного стехиометрического состава, характеризующихся высокими электропроводностью и коэффициентом пропускания света в УФ- и видимом диапазоне электромагнитного спектра, для дальнейшего их применения в качестве датчиков влажности и газов, а также электродов для электро- и фотокаталитических преобразователей.

Нестехиометрические пленки $\text{SnO}/\text{SnO}_2/\text{SnO}_{2-\delta}$ были синтезированы методом реактивного магнетронного распыления олова на стеклянные подложки в плазме аргона с добавлением кислорода и последующим термическим окислением формируемых слоев на воздухе. Для изменения структурных, оптических и электрических свойств пленок и подбора оптимальных параметров синтеза варьировались содержание кислорода в процессе напыления и температура отжига на воздухе в диапазонах 0–2 об. % и 200–450 °С соответственно. Характеризация пленок проводилась с использованием 4-х зондового метода измерений электрического сопротивления, рентгеновской дифракции и оптической спектроскопии пропускания света.

В результате комплексного анализа структурных, оптических и электрических свойств пленок установлено, что для получения наиболее прозрачных и проводящих покрытий, перспективных для использования в качестве датчиков влажности и газов, а также в фотоэлектрических устройствах, оптимальными параметрами синтеза являются: содержание кислорода в аргоновой плазме в процессе напыления $\approx 0,8\text{--}1,2$ об. %, температура отжига на воздухе $\approx 350\text{--}375$ °С. При этом формируется поликристаллическая пленка, в которой преобладает фаза диоксида олова, содержащая структурные дефекты (кислородные вакансии), обеспечивающие сочетание высоких электропроводности и коэффициента пропускания в видимой и УФ-области электромагнитного спектра.

Ключевые слова: реактивное магнетронное распыление, оксид олова, стехиометрический состав, спектры пропускания, электропроводность.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-138-150

Адрес для переписки:

В.К. Ксеневиц
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, г. Минск 220030, Беларусь
e-mail: ksenevich@bsu.by

Address for correspondence:

V.K. Ksenevich
Belarusian State University,
Nezavisimosty Ave., 4, Minsk 220030, Belarus
e-mail: ksenevich@bsu.by

Для цитирования:

Д.В. Адамчук, В.К. Ксеневиц.
Управление электрическими и оптическими параметрами активных элементов датчиков влажности на основе пленок оксидов олова переменного состава.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 138–150.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-138-150

For citation:

D.V. Adamchuk, V.K. Ksenevich
[Control of Electrical and Optical Parameters of Humidity Sensors Active Elements Based on Tin Oxides Films with Variable Composition].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 138–150 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-138-150

Control of Electrical and Optical Parameters of Humidity Sensors Active Elements Based on Tin Oxides Films with Variable Composition

D.V. Adamchuck, V.K. Ksenevich

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

Received 29.04.2019

Accepted for publication 10.06.2019

Abstract

The aim of this work is development of technique for synthesis of tin oxides films with various stoichiometric composition, characterized by high electrical conductivity and light transmittance in the UV and visible range of the electromagnetic spectrum, for their further application as humidity and gas sensors, as well as electrodes for electro- and photocatalytic converters.

Nonstoichiometric $\text{SnO}/\text{SnO}_2/\text{SnO}_{2-\delta}$ films were synthesized by reactive magnetron sputtering of tin onto glass substrates in argon plasma with oxygen addition and with subsequent thermal oxidation of the formed layers in air. To change the structural, optical, and electrical properties of the films and to find out the optimal synthesis parameters, the oxygen content during the deposition process and the annealing temperature in air were varied in the range of 0–2 vol. % and of 200–450 °C, respectively. The characterization of the films was carried out using a 4-probe method for measuring the electrical resistance, X-ray diffraction, and optical spectroscopy of light transmission.

As a result of a comprehensive analysis of the structural, optical and electrical properties of the films, it was found that the optimal synthesis parameters to obtain the most transparent and conductive coatings promising for use as humidity, gas sensors and in photovoltaic devices are the following: oxygen content in argon plasma during sputtering process is $\approx 0,8\text{--}1,2$ vol. %, the annealing temperature in air is $\approx 350\text{--}375$ °C. In this case a polycrystalline film with high electrical conductivity and high transmittance in the visible and UV regions of the electromagnetic spectrum with prevailing of tin dioxide phase with structural defects (oxygen vacancies) is formed.

Keywords: reactive magnetron sputtering, tin oxide, stoichiometric composition, transmission spectra, electrical conductivity.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-138-150

Адрес для переписки:

В.К. Ксеневиц
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, г. Минск 220030, Беларусь
e-mail: ksenevich@bsu.by

Address for correspondence:

V.K. Ksenevich
Belarusian State University,
Nezavisimosty Ave., 4, Minsk 220030, Belarus
e-mail: ksenevich@bsu.by

Для цитирования:

Д.В. Адамчук, В.К. Ксеневиц.
Управление электрическими и оптическими параметрами активных элементов датчиков влажности на основе пленок оксидов олова переменного состава.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 138–150.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-138-150

For citation:

D.V. Adamchuck, V.K. Ksenevich
[Control of Electrical and Optical Parameters of Humidity Sensors Active Elements Based on Tin Oxides Films with Variable Composition].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 138–150 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-138-150

Введение

Перспективность изучения прозрачных проводящих металлооксидных полупроводников обуславливается возможностью их практического применения в современной электронике и оптоэлектронике для создания гибких дисплеев, сенсорных панелей, прозрачных проводящих покрытий, энергосберегающих окон и др. [1]. В соединениях с кислородом олово проявляет две степени окисления (+2 и +4), поэтому существуют две устойчивые оксидные фазы: монооксид олова (SnO) и диоксид олова (SnO_2). SnO_2 широко используется в различных устройствах, например в качестве активного материала газоанализаторов [2, 3], датчиков влажности [4], катализаторов [5], электродов литий-ионных [6–8] и натрий-ионных [9] аккумуляторов и суперконденсаторов [11], оптических сенсоров [12] и оптико-электронных устройств [13], прозрачных проводящих электродов [15, 16]. Стехиометрический диоксид олова является широкозонным полупроводником ($E_g \approx 3,5\text{--}4$ эВ) и по величине электропроводности близок к диэлектрикам. Электрическая проводимость нестехиометрического диоксида олова существенным образом зависит от концентрации точечных дефектов (кислородных вакансий и вакансий в подрешетке олова), которые выступают в качестве доноров или акцепторов. В частности, высокая концентрация кислородных вакансий приводит к высокой электрической проводимости n -типа нестехиометрического диоксида олова [15–17]. Кроме того, отклонение от стехиометрического состава по кислороду на поверхности диоксида олова ($\text{SnO}_{2-\delta}$) приводит к возможности адсорбирования полярных молекул с образованием слабых связей, посредством которых возможен перенос электронов к адсорбированным комплексам [18].

Перечисленные характеристики позволяют использовать нестехиометрический диоксид олова в качестве электродов для электро- и фотокаталитических преобразователей. Следует отметить, что эффективность процесса анодного окисления как органических, так и неорганических веществ, растворенных в воде на неметаллических (оксидных) анодах, всегда выше эффективности анодного окисления на металлических анодах [19]. Это обусловлено формированием на поверхности оксидного полупроводника барьерных адсорбционных слоев, состоящих из адсорбированных моногидратных центров и молекул воды [20],

увеличивающих эффективность протекания окислительно-восстановительных реакций.

Для ряда практических применений перспективным является использование смешанных оксидных материалов SnO/SnO_2 . В частности, структуры на основе p - n -перехода между двумя фазами оксида олова предложено использовать для создания датчиков температуры [17], а также фотокаталитических преобразователей [21]. Следует отметить, что фазовый переход монооксида олова в диоксид олова еще не достаточно хорошо изучен [22]. Поэтому разработка методов синтеза пленок смешанного состава SnO/SnO_2 и исследование их структурных, электрических и оптических свойств представляет интерес как для практических применений, так и для изучения фазового перехода $\text{SnO} \rightarrow \text{SnO}_2$.

Существует большое количество методик синтеза легированных и нелегированных тонких пленок из оксидов олова. Так, известны методы распылительного пиролиза [23], золь-гель методики [24], имеющие в своей схеме, как правило, стадии разложения термически нестабильных соединений олова, метод химического осаждения из газовой фазы (CVD), лазерная абляция [25], твердофазный синтез [26], магнетронное [24, 25] и электронно-лучевое [28] распыление. Тонкие пленки оксида олова чаще всего синтезируют в одной из фаз SnO и/или SnO_2 [29]. Альтернативным методом получения пленок SnO_2 является термическое окисление тонких пленок напыленного металла [30, 31]. Этот метод отличается простотой процесса испарения металлического олова благодаря низкой температуре плавления и достаточно легкого последующего окисления.

Цель работы – разработка методики синтеза пленок оксидов олова различного стехиометрического состава, характеризующихся высокими электропроводностью и коэффициентом пропускания света в УФ- и видимом диапазоне электромагнитного спектра, для дальнейшего их применения в качестве датчиков влажности и газов, а также электродов для электро- и фотокаталитических преобразователей.

Методики синтеза пленок и измерений их параметров

Предлагаемая в настоящей работе методика, позволяющая синтезировать пленки оксидов олова смешанного состава (SnO/SnO_2), состоит из нескольких этапов:

1) реактивное магнетронное напыление тонкой пленки, состоящей из металлического олова и оксидов олова;

2) проведение окислительного отжига на воздухе.

В качестве рабочего газа использовались аргон либо смесь аргона с кислородом, содержание которого варьировалось в диапазоне 0,4–2 об. %. В качестве мишени использовалось металлическое олово чистотой не менее 99,99 %. В процессе распыления атомы олова реагируют с кислородом, что приводит к образованию на подложке пленки из металлооксидных соединений. Метод реактивного магнетронного распыления характеризуется высокой скоростью осаждения и хорошей адгезией пленок. Изменение фазового состава, кристаллической структуры и толщины пленок может осуществляться посредством варьирования потенциала смещения, давления и состава газовой среды, а также времени распыления [32]. Одним из главных достоинств реактивного магнетронного распыления является возможность низкотемпературного осаждения. Это позволяет формировать нестехиометрические поликристаллические слои на различных подложках. Для напыления использовался вакуумный универсальный пост ВУП-5М. Напыление проводилось на постоянном токе при давлении рабочего газа 5–7 Па и напряжении постоянного смещения 200 В. Расстояние между мишенью и подложкой составляло 3 см. Толщина напыляемых пленочных покрытий регулировалась длительностью процесса распыления при фиксированном значении подаваемого напряжения смещения. Магнитная система магнетрона ВУП-5М концентрирует плазму тлеющего разряда в основном вне центра мишени, над которым размещается подложка [32]. Это позволяет уменьшить распыление атомов с поверхности растущей пленки, однако особенностью функционирования данной системы является ее требовательность к чистоте рабочего газа, который из-за расположения плазмы вне центра мишени большее время взаимодействует с распыляемым материалом. Следует отметить, что скорость осаждения в случае реактивного напыления существенно уменьшается (от 25 нм/мин при напылении в среде чистого аргона до 10 нм/мин при добавлении 2 об. % кислорода).

Для дальнейшего окисления полученных пленок проводился двухстадийный отжиг на

воздухе. Первая стадия включала нагрев пленки до 200 °С (вблизи температуры плавления Sn) и изотермический отжиг на протяжении 2 ч. Вторая стадия заключалась в нагреве до температур 300–450 °С и изотермическом отжиге в течение 1 ч.

Изменение и контроль температуры и времени окисления пленок позволяет воспроизводимо варьировать содержание кислорода в системе Sn–O (степень нестехиометричности по кислороду), так как в процессе окисления проходят все возможные фазовые превращения от металлического олова до высших оксидов с различной степенью дефектности по стехиометрическому составу [33].

Регистрация оптических спектров пропускания и отражения пленок, нанесенных на стеклянные подложки, проводилась с использованием спектрофотометра *PHOTON RT* в спектральном диапазоне 200–3000 нм. Спектральное разрешение прибора составляет 1,2 нм, погрешность измерения $\leq 0,05$ %.

Обработка спектров пропускания проводилась с использованием конвертной методики, описанной в [34–36]. Данная методика применяется при условии слабого поглощения тонкой пленкой и высокой прозрачности подложки, толщина которой намного больше толщины пленки. По измеренным спектрам пропускания были построены конвертные кривые $T_M(\lambda)$ и $T_m(\lambda)$ путем экстраполяции экспериментальных значений интерференционных максимумов и минимумов на спектрах пропускания. Зависимость показателя преломления от длины волны $n(\lambda)$ исследуемых тонких пленок определялась из соотношения [34, 35]:

$$n(\lambda) = \left[\left(\frac{2n_s(T_M(\lambda) - T_m(\lambda))}{T_M(\lambda)T_m(\lambda)} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \right) + \sqrt{\left(\frac{2n_s(T_M(\lambda) - T_m(\lambda))}{T_M(\lambda)T_m(\lambda)} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \right)^2 - n_s^2} \right]^{1/2} \quad (1)$$

В формуле (1) n_s – показатель преломления подложки, который определяется из уравнения:

$$n_s = \frac{1}{T_s} + \sqrt{\frac{1}{T_s^2} - 1}, \quad (2)$$

где T_s – коэффициент пропускания подложки.

Для стеклянных подложек, использованных в данной работе, $T_s = 0,9$. Таким образом, из уравнения (2) получается, что $n_s = 1,595$. По рассчитанным зависимостям показателя преломления получены спектры поглощения по формуле [35, 36]:

$$a(\lambda) = \frac{1}{d} \ln \left[\frac{(n(\lambda) - 1)(n(\lambda) - n_s) \left[\left(\frac{T_m(\lambda)}{T_m(\lambda)} \right)^{1/2} + 1 \right]}{(n(\lambda) + 1)(n(\lambda) + n_s) \left[\left(\frac{T_m(\lambda)}{T_m(\lambda)} \right)^{1/2} - 1 \right]} \right]. \quad (3)$$

Для определения толщины исследуемых пленок использовалось уравнение [34]:

$$d = \frac{a\lambda_1\lambda_2}{2[n(\lambda_1)\lambda_2 - n(\lambda_2)\lambda_1]}, \quad (4)$$

где λ_1 и λ_2 – длины волн, которые соответствуют соседним экстремальным точкам на спектре пропускания.

Коэффициент поглощения α выражается как функция энергии падающего фотона $h\nu$ [37]:

$$\alpha = \frac{A(h\nu - E_g)}{h\nu}, \quad (5)$$

где A и n – постоянные; E_g – ширина запрещенной зоны. $A = 1$ для двух соседних экстремумов одного типа (max – max, min – min) и $A = 0,5$ для двух соседних экстремумов противоположного типа (max – min, min – max).

Для прямых переходов $n = 1/2$ или $n = 2/3$, а для непрямых переходов $n = 2$ или 3 , в зависимости от того, разрешены они или запрещены соответственно. SnO_2 является материалом с прямой запрещенной зоной. Ширина запрещенной зоны может быть получена посредством линейной аппроксимации края полосы пропускания на графике зависимости $(a h \nu)^2$ от энергии фотона ($h\nu$).

Рентгеноструктурный анализ пленок диоксида олова проведен с помощью рентгеновского дифрактометра *Ultima IV RIGAKU* в конфигурации параллельного пучка с использованием монокроматизированного медного излучения $\text{CuK}\alpha$ (0,15406 нм) и высокоскоростного рентгеновского детектора *D/teX*.

Обсуждение экспериментальных результатов

В ходе разработки методики синтеза пленок оксидов олова различного стехиометрического и фазового состава методом магнетронного распыления с последующим отжигом на воздухе нами

обнаружено, что одним из наиболее критичных параметров, позволяющих управлять величиной электропроводности и коэффициента пропускания в видимом и УФ-диапазоне электромагнитного спектра в широком диапазоне, является величина объемного содержания кислорода в аргон-кислородной плазме в процессе напыления. Так, при распылении олова в плазме аргона (без добавления кислорода) сопротивление пленок несущественно зависит от температуры последующего отжига на воздухе, как видно из рисунка 1, на котором показаны зависимости поверхностного сопротивления синтезированных пленок оксидов олова от температуры окислительного отжига на воздухе. На данном рисунке показаны значения поверхностного сопротивления синтезированных пленок, полученных магнетронным напылением в атмосфере аргона (кривая 1) и реактивным магнетронным напылением (при добавлении в инертную среду 1 об. % и 2 об. % кислорода – кривые 2 и 3 соответственно). Видно, что добавление в плазму аргона небольшого количества кислорода ($\approx 0,8$ –1,2 об. %) позволяет подобрать температуру отжига на второй стадии (≈ 350 –375 °C), обеспечивающую получение наиболее проводящих пленок. При дальнейшем увеличении содержания кислорода в аргон-кислородной плазме последующий отжиг на воздухе не позволяет получать высокопроводящие оксидные пленки.

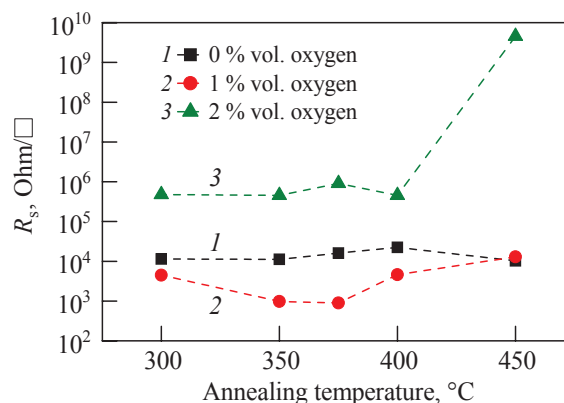
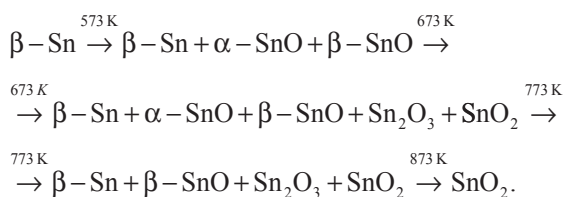


Рисунок 1 – Зависимость поверхностного сопротивления пленок, синтезированных в аргонной плазме при различном содержании кислорода, от температуры окислительного отжига на второй стадии: 1 – 0 об.% кислорода, 2 – 1 об.% кислорода, 3 – 2 об.% кислорода

Figure 1 – Dependence of surface resistivity films synthesized in argon plasma with different oxygen content on the second stage annealing temperature: 1 – 0 % vol. oxygen, 2 – 1 % vol. oxygen, 3 – 2 % vol. oxygen

Полученные нами результаты связаны с особенностями окислительного процесса в пленках. В результате термического нагрева тонкой металлической пленки возможно протекание нескольких одновременных процессов, наиболее важными из которых являются изменения фазового состава пленок и концентрации точечных дефектов (в частности, кислородных вакансий). Следует отметить, что плотность оксидной пленки отличается от плотности олова не более чем на 10 %, т. е. не происходит ее существенной деформации из-за возникающих механических напряжений в результате окисления. При этом образующийся оксидный слой на поверхности кристаллитов препятствует дальнейшему окислению металла [33]. В результате диффузионного окисления происходит образование структурных дефектов, в первую очередь кислородных вакансий. С увеличением температуры увеличивается скорость диффузионного движения атомов, что приводит к росту количества дефектов. При увеличении времени отжига происходит постепенное восстановление стехиометрии пленок по кислороду.

В работе [33] работ показано, что в процессе отжига при T меньших температуры плавления Sn на поверхности металлических кристаллитов формируется высокоомная оксидная оболочка. При температурах отжига выше 250–300 °C окислительный процесс проходит в основном по диффузионному механизму. Особенностью этого механизма является преимущественная диффузия ионов олова через оксидную оболочку к поверхности кристаллитов, где олово взаимодействует с кислородом. В результате этого процесса нарушается стехиометрия оксидной оболочки, возрастает число кислородных вакансий, которые являются основным типом дефектов в таких пленках оксида олова, и, как следствие, электропроводность пленки увеличивается. В работе [10] показано, что при температуре 600 °C происходит окисление металлического олова Sn в диоксид олова SnO₂. При этом сообщается, что не было обнаружено никаких промежуточных фаз, таких как SnO и Sn₃O₄. В статье [38] приводится механизм окисления металлического олова:



В работе [39] указывается, что термическое окисление пленок Sn может давать разные фазы оксидов олова в зависимости от условий окисления. Фаза SnO может быть получена путем термического окисления при температуре 210 °C, фаза SnO₂ – термическим окислением при температуре 500 °C после образования фазы монооксида SnO и ее последующего окисления. Термическое окисление в диапазоне температур 200–500 °C после предварительного отжига при температуре вблизи 200 °C позволяет сформировать многофазную пленку из оксидов олова (SnO, Sn₃O₄, SnO₂) при достаточно низкой температуре окислительного отжига (<450 °C). Пленки преимущественно из одной фазы SnO₂ формируются при более высоких температурах (≈480–500 °C).

На рисунке 2 представлены рентгенограммы пленок, полученных при различном содержании кислорода в плазме в процессе напыления и при различных температурах последующего окислительного отжига. На рентгеновских спектрах обнаружены совокупности дифракционных рефлексов, соответствующих как монооксиду олова SnO тетрагональной структуры, так и диоксиду олова SnO₂ тетрагональной структуры типа рутила [40–43], соответствующие рефлексы показаны на вставке к рисунку.

Размер областей когерентного рассеяния (кристаллитов) в нестехиометрических пленках SnO₂ без учета внутренних микронапряжений оценивался по соотношению Дебая–Шеррера [40]:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (6)$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения; β – полная ширина дифракционной линии на высоте половинной интенсивности (в радианах); θ – угловое положение дифракционного максимума, коэффициент $K = 0,94$.

С помощью приведенного выше соотношения был оценен размер кристаллитов диоксида олова в пленках, который оказался равен 10–15 нм для образцов, полученных напылением в плазме аргона. Размер кристаллитов при этом несущественно растет при увеличении температуры отжига. Образцы, полученные в плазме аргона с содержанием кислорода 1 %, после отжига при температуре 300 °C имеют аморфную структуру, при увеличении температуры происходит кристаллизация, размер кристаллитов при этом составляет порядка 5–7 нм. Увеличение содержания кислорода в плазме приводит к формированию аморфной пленки вне зависимости от температуры отжига.

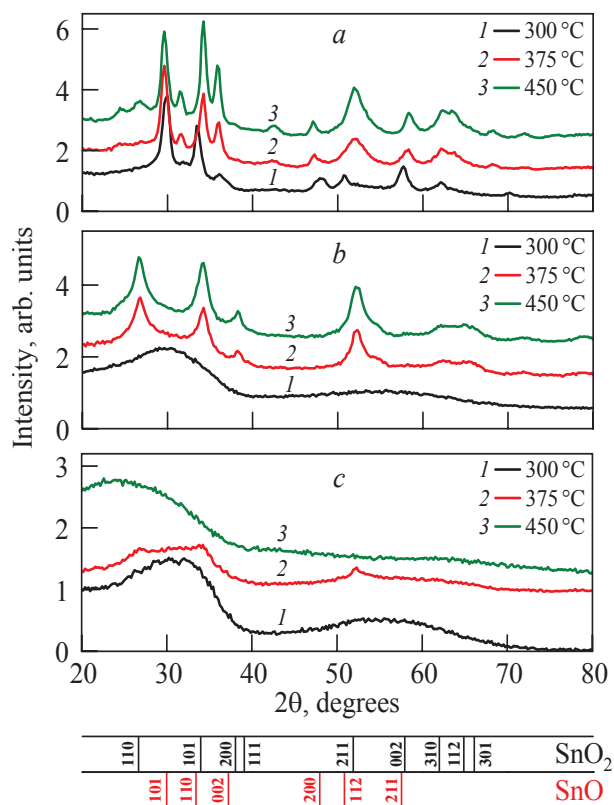


Рисунок 2 – Рентгеноструктурные спектры пленок, синтезированных в плазме аргона с различным содержанием кислорода (об. %): *a* – 0, *b* – 1, *c* – 2, при различных температурах отжига (°C) на второй стадии: 1 – 300, 2 – 375, 3 – 450

Figure 2 – X-ray diffraction patterns for films samples synthesized in argon plasma with different oxygen content (vol. %): *a* – 0, *b* – 1, *c* – 2, and at different second stage annealing temperature (°C): 1 – 300, 2 – 375, 3 – 450

Кристаллическая структура синтезированной пленки также оказывает непосредственное влияние на оптические характеристики полученных пленок смешанного фазового состава. На рисунке 3 показаны типичные спектры поглощения пленок, полученных в атмосфере аргона и подвергнутых отжигу при различных температурах на второй стадии.

В результате термического отжига на воздухе пленок, полученных в плазме аргона, формируются поликристаллические пленки нестехиометрического диоксида олова, в составе которых присутствуют фазы монооксида олова и структурные дефекты, преимущественно кислородные вакансии, которые обеспечивают электропроводность образцов. В пленке, полученной после отжига при температуре 300 °C, обнаружены высокоинтенсивные рефлексы, соответствующие фазе монооксида олова. Высокое содержание фазы

монооксида олова в пленке приводит к результирующей величине ширины запрещенной зоны, характерной для кристаллического монооксида олова. С увеличением температуры отжига наблюдается увеличение интенсивности пиков, соответствующих фазе диоксида олова. При этом наблюдается увеличение ширины запрещенной зоны и уменьшение коэффициента поглощения.

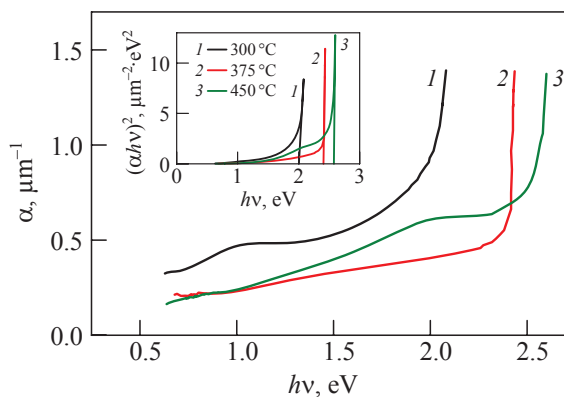


Рисунок 3 – Спектры поглощения пленок, синтезированных в плазме аргона и подвергнутых отжигу при различных температурах на второй стадии

Figure 3 – Adsorption spectra for films samples synthesized in argon plasma at different second stage annealing temperature

На рисунке 4 показаны спектры поглощения для пленок, полученных при напылении в атмосфере аргона с содержанием кислорода 1 об. %, при различных температурах окислительного отжига.

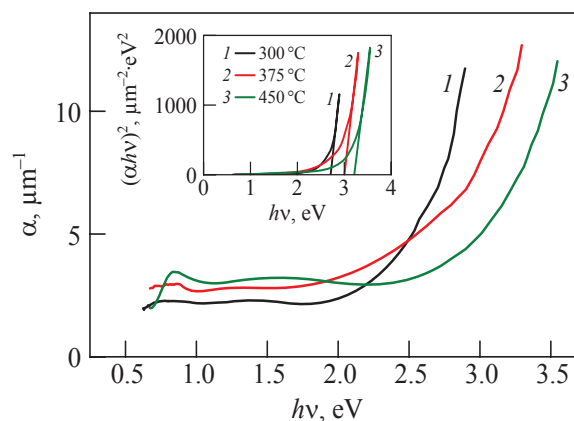


Рисунок 4 – Спектры поглощения пленок, синтезированных в аргон-кислородной плазме (с содержанием кислорода 1 об. %), подвергнутых отжигу при различных температурах на второй стадии

Figure 4 – Adsorption spectra for films synthesized in argon-oxygen plasma (with 1 vol. % oxygen content) at different second stage annealing temperature

Термический отжиг пленок, полученных в среде аргона с добавлением 1 % кислорода, приводит к формированию при температуре 300 °С аморфного покрытия. Увеличение температуры приводит к увеличению ширины запрещенной зоны, которая становится приблизительно равной запрещенной зоне кристаллического диоксида олова, что также свидетельствует о полном окислении пленки. Пленки, полученные после отжига при температуре 375 °С, характеризуются минимальным сопротивлением. Это указывает на то, что в них сформировано максимальное количество кислородных вакансий. Дальнейшее увеличение температуры отжига на второй стадии приводит к увеличению сопротивления, что обусловлено уменьшением концентрации кислородных вакансий.

На рисунке 5 показаны спектры поглощения для пленок, полученных при напылении в атмосфере аргона с содержанием кислорода 2 об. %, при различных температурах окислительного отжига.

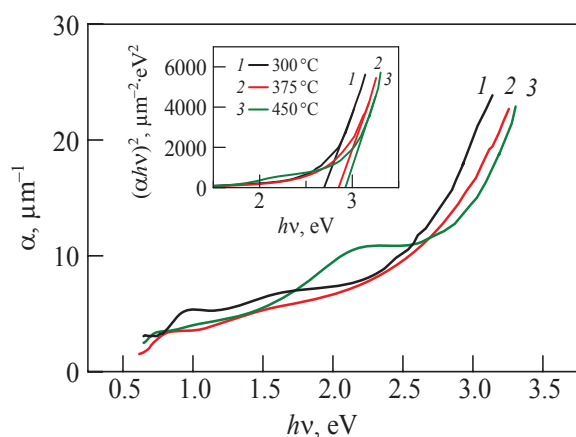


Рисунок 5 – Спектры поглощения пленок, синтезированных в аргон-кислородной плазме (с содержанием кислорода 2 об. %), подвергнутых отжигу при различных температурах на второй стадии

Figure 5 – Adsorbtion spectra for films synthesized in argon-oxygen plasma (with 2 vol.% oxygen content) at different second stage annealing temperature

Анализ спектров поглощения позволяет сделать вывод, что отжиг пленок, полученных при содержании кислорода 2 об. %, приводит к формированию аморфных покрытий, с шириной запрещенной зоны в диапазоне 2,7–2,9 эВ, что меньше чем для пленок, полученных при меньшем содержании кислорода в аргон-кислородной плазме при реактивном магнетронном напылении.

Значения ширины запрещенной зоны и электрической проводимости, обуславливаемые кристаллической структурой, фазовым и стехиометрическим составом пленки $\text{SnO}/\text{SnO}_2/\text{SnO}_{2-\delta}$, представлены в таблице.

Таблица/Table

Оптические и электрические параметры пленок оксидов олова в зависимости от условий получения

Optical and electrical parameters of tin oxides films in dependence on synthesis conditions

Содержание кислорода Oxygen content	Температура отжига на второй стадии (°C) Second stage annealing temperature (°C)	Ширина запрещенной зоны (эВ) Band gap (eV)	Поверхностное сопротивление, кОм/□ Surface resistivity, kOhm/□
Напыление в плазме аргона	350	≈ 2,0	≈ 11,42
	375	≈ 2,4	≈ 16,04
Sputtering in argon plasma	450	≈ 2,6	≈ 10,29
Содержание кислорода 1 об. %	350	≈ 2,7	≈ 4,46
1 vol.% oxygen content	375	≈ 3,0	≈ 0,89
	450	≈ 3,2	≈ 13,00
Содержание кислорода 2 об. %	350	≈ 2,7	≈ 476,57
2 vol.% oxygen content	375	≈ 2,85	≈ 906,01
	450	≈ 2,9	≈ 4,53·10 ⁶

Следует отметить, что на границе металл-оксид атомы олова достраивают катионную подрешетку, превращаясь в ионы Sn^{+2} и Sn^{+4} . Анионы из приграничной области кристалла переходят на поверхность для завершения внешней кристаллической плоскости, при этом на их прежнем месте образуются вакансии. В результате добавления кислорода в плазму при магнетронном напылении в структуре формируемой пленки преобладает фаза монооксида олова, что затрудняет движение анионов. Это

объясняется соотношением размеров радиусов ионов кислорода и олова (ионный радиус O^{2-} – 132 пм; Sn^{+4} – 71 пм; Sn^{+2} – 93 пм). Окисление олова происходит за счет диффузии ионов олова из объема к поверхности. В работе [44] указано, что пленки после отжига могут доокисляться либо посредством простого окисления SnO (прямой переход), либо через промежуточные фазы, а именно, Sn_2O_3 или Sn_3O_4 (непрямой переход), в зависимости от параметров осаждения. В результате окисления при нагреве происходит переход ионов Sn^{+2} в Sn^{+4} и образование фазы диоксида олова. При этом образуются вакансии кислорода, обеспечивающие высокую электрическую проводимость.

Показанная возможность управления электропроводностью оксидов олова представляется очень важной для использования их в качестве активных материалов датчиков влажности и газов. Как известно, диоксид олова используется как активный элемент сенсорных материалов для газовых датчиков (от взрывоопасных и токсичных газов — например, пропана и угарного газа, до датчиков качества воздуха, детектирующих летучие органические соединения). Одной из особенностей работы сенсоров данного типа является необходимость их нагрева, что повышает энергопотребление и снижает пожаробезопасность (при детектировании взрывоопасных газов). Поэтому нами предложено использовать активный материал на основе смешанных оксидов для дальнейшего исследования его эффективности по сравнению с диоксидом олова. Предварительные измерения показали высокие значения чувствительности тонких пленок оксидов олова к водяному пару и ряду других газообразных сред. Также одним из возможных практических применений материалов на основе смешанных оксидов олова является их использование в качестве фото- и электрокатализаторов для проведения низкотемпературного окисления растворенных в воде органических загрязнений.

Заключение

Представлена методика синтеза пленок оксидов олова различного стехиометрического состава $SnO/SnO_2/SnO_{2-\delta}$. Предложено использовать реактивное магнетронное распыление олова с последующим двухстадийной высокотемпературной обработкой на воздухе

для получения пленок, характеризующихся высокими значениями электропроводности и коэффициента пропускания света в УФ- и видимом диапазоне электромагнитного спектра.

В результате проведения рентгеноструктурного анализа, измерений электрических и оптических свойств синтезированных пленок установлено, что их фазовый и стехиометрический состав, кристаллическая структура, величина электропроводности и коэффициента пропускания в УФ- и видимом диапазоне электромагнитного спектра могут варьироваться в широком диапазоне при изменении содержания кислорода при реактивном магнетронном распылении в аргон-кислородной плазме и температуры отжига в воздушной среде. Установлено, что оптимальными параметрами для получения наиболее проводящих и прозрачных пленок являются: содержание кислорода в аргон-кислородной плазме в процессе напыления $\approx 0,8$ –1,2 об. %, температура окислительного отжига на воздухе ≈ 350 –375 °С.

Дальнейшие исследования будут направлены на тестирование пленок диоксида олова в качестве активных элементов резистивных датчиков влажности и электродов для электро- и фотокаталитических преобразователей. Кроме того, будут продолжены работы по совершенствованию методики синтеза пленок диоксида олова для улучшения их кристаллической структуры, повышения электропроводности и коэффициента пропускания в видимом диапазоне электромагнитного спектра. Для этого планируется определение оптимальных режимов (температуры и времени) дополнительного высокотемпературного отжига пленок в вакууме или атмосфере инертного газа.

Благодарности

Работа выполнена в рамках задания 3.3.1 ГПНИ «Конвергенция-2020» (подпрограмма «Объединение»).

Авторы выражают благодарность Шиманскому В.И. за проведение рентгеноструктурных исследований.

Список использованных источников

1. Khan, A.F. Effect of annealing on electrical resistivity of rf-magnetron sputtered nanostructured SnO_2 thin films / A.F. Khan [et al.] // Applied Surface Science. – 2009. – Vol. 255, № 20. – P. 8562–8565.
DOI: 10.1016/j.apsusc.2009.06.020

2. Liu, Bin. Salt-Assisted Deposition of SnO_2 on $\alpha\text{-MoO}_3$ nanorods and fabrication of polycrystalline SnO_2 nanotubes / Bin Liu, Zeng Hua Chun // *J. Phys. Chem. B.* – 2004. – Vol. 108, no. 19. – P. 5867–5874.
DOI: 10.1021/jp037822d
3. Korotcenkov, G. Catalytically active filters deposited by SILD method for inhibiting sensitivity to ozone of SnO_2 -based conductometric gas sensors / G. Korotcenkov [et al.] // *Ferroelectrics.* – 2014. – Vol. 459. – P. 46–51.
DOI: 10.1080/00150193.2013.837765
4. Ma, N. Effect of water vapor on Pd-loaded SnO_2 nanoparticles gas sensor / N. Ma [et al.] // *ACS Appl. Mater. Interfaces.* – 2015. – Vol. 7, no. 10. – P. 5863–5869. **DOI:** 10.1021/am509082w
5. Huang, H. Needle-like Zn-doped SnO_2 nanorods with enhanced photocatalytic and gas sensing properties / H. Huang [et al.] // *Nanotechnology.* – 2012. – Vol. 23, no. 10. – P. 105502.
DOI: 10.1088/0957-4484/23/10/105502
6. Alaf, M. Tin/Tin oxide (Sn/SnO_2) Nanocomposites thin films as negative-electrode materials for li-ion batteries / M. Alaf, D. Gultekin, H. Akbulut // *Acta Physica Polonica A.* – 2013. – Vol. 123, no. 2. – P. 323–325.
DOI: 10.12693/APhysPolA.123.323
7. Lou, X.W. Designed Synthesis of coaxial SnO_2 @carbon hollow nanospheres for highly reversible lithium storage / X.W. Lou, C.M. Li, L.A. Archer // *Advanced Materials.* – 2009. **DOI:** 10.1002/adma.200803439
8. Journals, I. Comparative studies of Cerium and Zirconium doped Barium Titanate / I. Journals // *International Association of Scientific Innovation and Research (IASIR).* – 2014. – P. 15–19.
9. Lu, Y.C. Electrochemical properties of tin oxide anodes for sodium-ion batteries / Y.C. Lu [et al.] // *Journal of Power Sources.* – 2015. – Vol. 284. – P. 287–295.
DOI: 10.1016/j.jpowsour.2015.03.042
10. Lu, Y.C. Improved electrochemical performance of tin-sulfide anodes for sodium-ion batteries / Y.C. Lu [et al.] // *J. Mater. Chem. A.* – 2015. – Vol. 3, no. 33. – P. 16971–16977. **DOI:** 10.1039/C5TA03893F
11. Saravanakumar, B. Enhanced pseudocapacitive performance of SnO_2 , Zn-SnO_2 , and Ag-SnO_2 nanoparticles / B. Saravanakumar // *Ionics.* – 2018. – Vol. 24, no. 12. – P. 4081–4092.
DOI: 10.1007/s11581-018-2727-8
12. Ohodnicki, P.R. Characterization of optical, chemical, and structural changes upon reduction of sol-gel deposited SnO_2 thin films for optical gas sensing at high temperatures / P.R. Ohodnicki [et al.] // *Thin Solid Films.* – 2012. – Vol. 520, no. 19. – P. 6243–6249.
DOI: 10.1016/j.tsf.2012.05.023
13. Presley, R.E. Tin oxide transparent thin-film transistors / R.E. Presley [et al.] // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2004. – Vol. 37, no. 20. – P. 2810–2813.
14. Jeong, J.-A. Characteristics of inkjet-printed nano indium–tin oxide particles for transparent conducting electrodes / J.-A. Jeong, H.-K. Kim // *Current Applied Physics.* – 2010. – Vol. 10, no. 4, Supplement, p. e105–e108. **DOI:** 10.1016/j.cap.2010.06.009
15. Minami, T. Transparent conducting oxide semiconductors for transparent electrodes / T. Minami // *Semicond. Sci. Technol.* – 2005. – Vol. 20, no. 4. – P. S35–S44.
DOI: 10.1088/0268-1242/20/4/004
16. Ksenevich, V. Fabrication and characterization of transparent tin dioxide films with variable stoichiometric composition / V. Ksenevich [et al.] // *Acta Physica Polonica A.* – 2015. – Vol. 128, no. 5. – P. 861–863.
DOI: 10.12693/APhysPolA.128.861
17. Wang, Z. Transparent SnO-SnO_2 p–n junction diodes for electronic and sensing applications / Z. Wang [et al.] // *Advanced Materials Interfaces.* – 2015. – Vol. 2, no. 18. – P. 1500374. **DOI:** 10.1002/admi.201500374
18. Zakaryan, H. Adsorption of the H and H_2O on SnO_2 surfaces in an O_2 environment: density functional theory study. – 2016. – Vol. 9, no. 4. – P. 283–293.
19. Rusling, J.F. Environmental electrochemistry: fundamentals and applications in pollution abatement / J.F. Rusling // *J. Am. Chem. Soc.* – 1998. – Vol. 120, no. 45. – P. 11837–11837. **DOI:** 10.1021/ja975699w
20. Zhang, C. Communication: Computing the Helmholtz capacitance of charged insulator-electrolyte interfaces from the supercell polarization / C. Zhang // *J Chem Phys.* – 2018. – Vol. 149, no. 3. – P. 031103.
DOI: 10.1063/1.5038639
21. Sinha, A.K. Tin oxide with a p–n heterojunction ensures both UV and visible light photocatalytic activity / A.K. Sinha [et al.] // *RSC Adv.* – 2013. – Vol. 4, no. 1. – P. 208–211. **DOI:** 10.1039/C3RA42740D
22. Srinivasan, V. Phase-change annealing effects on electrical and optical properties of tin oxide thin films / V. Srinivasan // *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.* – 2010. – Vol. 12, no. 7. – P. 1485–1489.
23. Batzill, M. The surface and materials science of tin oxide / M. Batzill, U. Diebold // *Progress in Surface Science.* – 2005. – Vol. 79, no. 2. – P. 47–154.
DOI: 10.1016/j.progsurf.2005.09.002
24. Иванов, В.В. Получение порошков SnO_2 разложением термически нестабильных соединений / В.В. Иванов [и др.] // *Журнал Сибирского федерального университета.* – 2010. – Т. 3, № 2. – С. 189–213.
25. Шахотин, А.Н. Газочувствительность к водороду тонких пленок диоксида олова, поверхностно легированных лазерной плазмой платины различной структуры и зарядового состава / А.Н. Шахотин [и др.] // *Вестник Московского университета. Серия 2. Химия.* – 2009. – Т. 50, № 6. – С. 468–471.
26. Sarmah, S. Optical properties of SnO_2 nanoparticles / S. Sarmah, A. Kumar // *Indian J.*

Phys. – 2010. – Vol. 84, № 9. – P. 1211–1221.

DOI: 10.1007/s12648-010-0109-9

27. Адамчук, Д.В. Импедансная спектроскопия поликристаллических пленок диоксида олова / Д.В. Адамчук [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 3. – С. 312–321.

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-3-312-321

28. Shamala, K.S. Studies on tin oxide films prepared by electron beam evaporation and spray pyrolysis methods / K.S. Shamala, L.C.S. Murthy, Rao K. Narasimha // Bull Mater Sci. – 2004. – Vol. 27, no. 3. – P. 295–301.

DOI: 10.1007/BF02708520

29. Srinivasan, V. Phase-change annealing effects on electrical and optical properties of tin oxide thin films / V. Srinivasan [et al.] // Institutional Repository IIT Bombay. – 2010. – Vol. 12, no. 7. – P. 1485–1489.

30. Sefardjella, H. Characterization of SnO₂ obtained from the thermal oxidation of vacuum evaporated Sn thin films / H. Sefardjella [et al.] // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 2013. – Vol. 74, no. 12. – P. 1686–1689. **DOI:** 10.1016/j.jpcs.2013.06.008

31. Abdullah, N. Preparation of tin oxide (SnO₂) thin films using thermal oxidation / N. Abdullah, N.M. Ismail, D.M. Nuruzzaman // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2018. – Vol. 319. – P. 012022.

DOI: 10.1088/1757-899X/319/1/012022

32. Masterov, D.V. Thin films of YBaCuO high-temperature superconductor grown in a simplified magnetron sputterer and their microwave application / D.V. Masterov, S.A. Pavlov, A.E. Parafin, Yu.N. Drozdov // Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics. – 2007. – Vol. 52, no. 10. – P. 1351–1355.

DOI: 10.1134/S1063784207100167

33. Рябцев, С.В. Механизмы окисления тонких металлических пленок олова / С.В. Рябцев [и др.] // Конденсированные среды и межфазные границы. – 2012. – Т. 14, № 3. – P. 328–333.

34. Кондрашин, В.И. Определение толщины тонких оптически прозрачных пленок SnO₂ конвертным методом / В.И. Кондрашин // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. – 2016. – № 2 (38). – С. 91–103.

35. Brus, V.V. Optical properties of TiO₂-MnO₂ thin films prepared by electron-beam evaporation / V.V. Brus, Z.D. Kovalyuk, P.D. Maryanchuk // Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics. – 2012. – Vol. 57, no. 8. – P. 1148–1151.

DOI: 10.1134/S1063784212080063

36. Брус, В.В. Особенности оптических и электрических свойств поликристаллических пленок CdTe, изготовленных методом термического испарения / В.В. Брус [и др.] // Физика твердого тела. – 2014. – Т. 56, № 10. – С. 1886–1890.

37. Baco, S. Study on optical properties of tin oxide thin film at different annealing temperature / S. Baco, A. Chik, F.M. Yassin // Journal of Science and Technology. – 2012. – Vol. 4, № 1. – P. 61–71.

38. Abraham, J.T. Oxidation mechanism involved in thin tin films / J.T. Abraham [et al.] // Indian Journal of Engineering and Materials Sciences. – 1996. – Vol. 3, no. 3. – P. 109–113.

39. Park, S.H. Tin oxide films made by physical vapor deposition-thermal oxidation and spray pyrolysis / S.H. Park [et al.] // Chem. Mater. – 1998. – Vol. 10, no. 9. – P. 2389–2398. **DOI:** 10.1021/cm970672x

40. Saravanakumar, M. Structural and ferromagnetic investigation of the size effects in pure and Co doped SnO₂ nano particles / M. Saravanakumar [et al.] // International journal of chemical sciences. – 2015. – Vol. 13, no. 2. – P. 605–606.

41. Boroojerdian, P. Structural and Optical Study of SnO Nanoparticles Synthesized Using Microwave-Assisted Hydrothermal Route / P. Boroojerdian // International Journal of Nanoscience and Nanotechnology. – 2013. – Vol. 9, no. 2 – P. 95–100.

42. Sangaletti, L. Oxidation of Sn thin films to SnO₂. Micro-Raman mapping and X-ray diffraction studies / L. Sangaletti // Journal of Materials Research. – 1998. – Vol. 13, no. 9. – P. 2457–2460.

DOI: 10.1557/JMR.1998.0343P

43. Shahtahmassebi, N. Fabrication and characterization of Silver-Tin dioxide core-shell structured nanocomposite particles // Materials Physics and Mechanics. – 2013. – Vol. 17, no. 1. – P. 29–32.

44. Ahn, H.-J. Investigation of the structural and electrochemical properties of size-controlled SnO₂ nanoparticles / H.-J. Ahn [et al.] // J. Phys. Chem. B. – 2004. – Vol. 108, no. 28. – P. 9815–9820.

DOI: 10.1021/jp035769n

Acknowledgments

This work was carried out within frame of Belarusian National Research Program “Convergence-2020” (subprogram “Integration”, grant No. 2.31.1).

The authors are grateful to Shimanskij V.I. for implementation of X-ray diffraction studies.

References

1. Khan A.F., Mehmood M., Rana A.M., Bhatti M.T. Effect of annealing on electrical resistivity of Rf-magnetron sputtered nanostructured SnO₂ thin films. *Applied Surface Science*, 2009, vol. 255, no. 20, pp. 8562–8565. **DOI:** 10.1016/j.apsusc.2009.06.020

2. Bin Liu, Hua Chun Zeng. Salt-assisted deposition of SnO_2 on $\alpha\text{-MoO}_3$ nanorods and fabrication of polycrystalline SnO_2 nanotubes. *J. Phys. Chem. B*, 2004, vol. 108, no. 19, pp. 5867–5874. DOI: 10.1021/jp037822d
3. Korotcenkov G., Cho B., Brinzari V., Gulina L., Tolstoy V. Catalytically active filters deposited by SILD method for inhibiting sensitivity to ozone of SnO_2 -based conductometric gas sensors. *Ferroelectrics*, 2014, vol. 459, pp. 46–51. DOI: 10.1080/00150193.2013.837765
4. Ma N., Suematsu K., Yuasa M., Kida T., Shimanoe K. Effect of water vapor on Pd-Loaded SnO_2 nanoparticles gas sensor. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2015, vol. 7, no. 10, pp. 5863–5869. DOI: 10.1021/am509082w
5. Huang H., Tian S., Xu J., Xie Z., Zeng D., Chen D., Shen G. Needle-like Zn-doped SnO_2 nanorods with enhanced photocatalytic and gas sensing properties. *Nanotechnology*, 2012, vol. 23, no. 10, pp. 105502. DOI: 10.1088/0957-4484/23/10/105502
6. Alaf M., Gultekin D., Akbulut H. Tin/Tin oxide (Sn/SnO_2) nanocomposites thin films as negative-electrode materials for Li-ion batteries. *Acta Physica Polonica A*, 2013, vol. 123, no. 2, pp. 323–325. DOI: 10.12693/APhysPolA.123.323
7. Lou X.W., Li C.M., Archer L.A. Designed synthesis of coaxial SnO_2 @carbon hollow nanospheres for highly reversible lithium storage. *Advanced Materials*, 2009. DOI: 10.1002/adma.200803439
8. Journals I. Comparative studies of cerium and zirconium doped barium titanate. *International Association of Scientific Innovation and Research (IASIR)*, 2014, pp. 15–19.
9. Lu Y.C., Ma C., Alvarado J., Kidera T., Dimov N., Meng Y.S., Okada S. Electrochemical properties of tin oxide anodes for sodium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 2015, vol. 284, pp. 287–295. DOI: 10.1016/j.jpowsour.2015.03.042
10. Lu Y.C., Ma C., Alvarado J., Dimov N., Meng Y.S., Okada S. Improved electrochemical performance of tin-sulfide anodes for sodium-ion batteries. *J. Mater. Chem. A*, 2015, vol. 3, no. 33, pp. 16971–16977. DOI: 10.1039/C5TA03893F
11. Saravanakumar B., Ramachandran S.P., Ravi G., Ganesh V., Ravichandran S., Muthu Mareeswaran P., Yuvakkumar R. Enhanced pseudocapacitive performance of SnO_2 , Zn-SnO_2 , and Ag-SnO_2 nanoparticles. *Ionics*, 2018, vol. 24, no. 12, pp. 4081–4092. DOI: 10.1007/s11581-018-2727-8
12. Ohodnicki P.R., Natesakhawat S., Baltrus J.P., Howard B., Brown T.D. Characterization of optical, chemical, and structural changes upon reduction of sol-gel deposited SnO_2 thin films for optical gas sensing at high temperatures. *Thin Solid Films*, 2012, vol. 520, no. 19, pp. 6243–6249. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.05.023
13. Presley R.E., Munsee C.L., Park C.-H., Hong D., Wager J.F., Keszler D.A. Tin oxide transparent thin-film transistors. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2004, vol. 37, no. (20), pp. 2810–2813. DOI: 10.1088/0022-3727/37/20/006
14. Jeong J.-A., Kim H.-K. Characteristics of inkjet-printed nano indium tin oxide particles for transparent conducting electrodes. *Current Applied Physics*, 2010, vol. 10, no. 4, Supplement, pp. e105–e108. DOI: 10.1016/j.cap.2010.06.009
15. Minami T. Transparent conducting oxide semiconductors for transparent electrodes. *Semicond. Sci. Technol.*, 2005, vol. 20, no. 4, pp. S35–S44. DOI: 10.1088/0268-1242/20/4/004
16. Ksenevich V., Adamchuk D., Odzhaev V., Zukowski P. Fabrication and characterization of transparent tin dioxide films with variable stoichiometric composition. *Acta Physica Polonica A*, 2015, vol. 128, no. 5, pp. 861–863. DOI: 10.12693/APhysPolA.128.861
17. Wang Z., Nayak P.K., Albar A., Wei N., Schwingschlögl U., Alshareef H.N. Transparent SnO-SnO_2 p-n junction diodes for electronic and sensing applications. *Advanced Materials Interfaces*, 2015, vol. 2, no. 18, pp. 1500374. DOI: 10.1002/admi.201500374
18. Zakaryan H. Adsorption of the H and H_2O on SnO_2 surfaces in an O_2 environment: density functional theory study. *Armenian Journal of Physics*, 2016, vol. 9, no. 4, pp. 283–293.
19. Rusling J.F. Environmental Electrochemistry: Fundamentals and applications in pollution abatement. *J. Am. Chem. Soc.*, 1998, vol. 120, no. 45, pp. 11837–11837. DOI: 10.1021/ja975699w
20. Zhang C. Communication: Computing the helmholtz capacitance of charged insulator-electrolyte interfaces from the supercell polarization. *J. Chem. Phys.*, 2018, vol. 149, no. 3, pp. 031103. DOI: 10.1063/1.5038639
21. Sinha A.K., Manna P.K., Pradhan M., Mondal C., Yusuf S.M., Pal T. Tin oxide with a p-n heterojunction ensures both UV and visible light photocatalytic activity. *RSC Adv.*, 2013, vol. 4, no. 1, pp. 208–211. DOI: 10.1039/C3RA42740D
22. Srinivasan V., Patra M., Choudhary V., Mathew M., Pandya A. Phase-change annealing effects on electrical and optical properties of tin oxide thin films. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 2010, vol. 12, no. 7, pp. 485–489.
23. Batzill M., Diebold U. The Surface and materials science of tin oxide. *Progress in Surface Science*, 2005, vol. 79, no. 2, pp. 47–154. DOI: 10.1016/j.progsurf.2005.09.002
24. Ivanov V.V., Sidorak I.A., Shubin A.A., Denisova L.T. [Preparation of SnO_2 powders by decomposition of thermally unstable compounds]. *Zhurnal Sibirskogo federal'nogo universiteta* [Journal of the Siberian Federal University], 2010, vol. 3, no. 2, pp. 189–213.

25. Shatokhin A.N., Putilin F.N., Rumyantseva M.N., Gaskov A.M. [Gas sensitivity to hydrogen of thin films of tin dioxide superficially doped with platinum laser plasma of various structures and charge composition.]. *Vestnik Moskovskogo universiteta. Seriya 2. Khimiya*. [Bulletin of Moscow University. Series 2. Chemistry], 2009, vol. 50, no. 6, pp. 468–471.
26. Sarmah S., Kumar A. Optical properties of SnO₂ nanoparticles. *Indian J. Phys.*, 2010, vol. 84, no. 9, pp. 1211–1221. DOI: 10.1007/s12648-010-0109-9
27. Adamchuk D.V., Ksenevich V.K., Gorbachuk N.I., Shimanskij V.I. Impedance spectroscopy of polycrystalline tin dioxide films. *Devices and Methods of Measurements*, 2016, vol. 7, no. 3, pp. 312–321. DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-3-84-89.
28. Shamala K.S., Murthy S., Narasimha Rao K. Studies on tin oxide films prepared by electron beam evaporation and spray pyrolysis methods. *Bull Mater Sci.*, 2004, vol. 27, no. 3, pp. 295–301. DOI: 10.1007/BF02708520
29. Srinivasan V., Patra M., Choudhary V., Mathew M., Pandya A. Phase-change annealing effects on electrical and optical properties of tin oxide thin films *Institutional Repository IIT Bombay*, 2010, vol. 12, no. 7, pp. 1485–1489.
30. Sefardjella H., Boudjema B., Kabir A., Schmerber G. Characterization of SnO₂ obtained from the thermal oxidation of vacuum evaporated Sn thin films. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2013, vol. 74, no. 12, pp. 1686–1689. DOI: 10.1016/j.jpcs.2013.06.008
31. Abdullah N., Ismail N.M., Nuruzzaman D.M. Preparation of tin oxide (SnO₂) thin films using thermal oxidation. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, 2018, vol. 319, pp. 012022. DOI: 10.1088/1757-899X/319/1/012022
32. Masterov D.V., Pavlov S.A., Parafin A.E., Drozdov Yu.N. Thin films of YBaCuO high-temperature superconductor grown in a simplified magnetron sputterer and their microwave application. *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2007, vol. 52, no. 10, pp. 1351–1355. DOI: 10.1134/S1063784207100167
33. Ryabtsev S.V., Chuvenkova O.A., Popov A.E., Chernyshov F.M., Ryabtseva N.S., Domashevskaya E.P. [Mechanisms of oxidation of thin metal films of tin]. *Kondensirovannyye sredy i mezhfaznyye granitsy* [Condensed matter and interphase boundaries], 2012, vol. 14, no. 3, pp. 328–333.
34. Kondrashin V.I. [Determination of the thickness of thin optically transparent films SnO₂ by the envelope method.] *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Povolzhskiy region. Tekhnicheskiye nauki* [Proceedings of higher educational institutions. Volga region. Technical science], 2016, vol. 2, no. 38, pp. 91–103.
35. Brus V.V., Kovalyuk Z.D., Maryanchuk P.D. Optical properties of TiO₂-MnO₂ thin films prepared by electron-beam evaporation. *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2012, vol. 57, no. 8, pp. 1148–1151. DOI: 10.1134/S1063784212080063
36. Brus V.V., Solovan M.N., Maystruk E.V., Kozarsky I.P., Marianchuk P.D., Rappich J. [Features of the optical and electrical properties of CdTe polycrystalline films manufactured by thermal evaporation]. *Fizika tverdogo tela*. [Solid state physics], 2014, vol. 56, no. 10, pp. 1886–1890.
37. Baco S., Chik A., Yassin F.M. Study on optical properties of tin oxide thin film at different annealing temperature. *Journal of Science and Technology*, 2012, vol. 4, no. 1, pp. 61–71.
38. Abraham J.T., Thomas P.V., Gopchandran K.G., Joseph B., Vaidyan V.K. Oxidation Mechanism Involved in Thin Tin Films. *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*, 1996, vol. 3, no. 3, pp. 109–113.
39. Park S.H., Son Y.C., Willis W.S., Suib S.L., Creasy K.E. Tin oxide films made by physical vapor deposition-thermal oxidation and spray pyrolysis. *Chem. Mater.*, 1998, vol. 10, no. 9, pp. 2389–2398. DOI: 10.1021/cm970672x
40. Saravanakumar M., Agilan S., Muthukumarasamy N., Rukkumani V. Structural and ferromagnetic investigation of the size effects in pure and co doped SnO₂ nanoparticles. *International journal of chemical sciences*, 2015, vol. 13, no. 2, pp. 605–606.
41. Boroojerdian P. Structural and optical study of SnO nanoparticles synthesized using microwave-assisted hydrothermal route. *International Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2013, vol. 9, no. 2, pp. 95–100.
42. Sangaletti L., Depero L.E., Allieri B., Pioselli F., Comini E., Sberveglieri G., Zocchi M. Oxidation of Sn thin films to SnO₂. Micro-Raman mapping and X-ray diffraction studies. *Journal of Materials Research*, 1998, vol. 13, no. 9, pp. 2457–2460. DOI: 10.1557/JMR.1998.0343P
43. Shahtahmassebi N., Zohuri G.H., Attaran E., Nouri M.K. Fabrication and characterization of Silver-Tin dioxide core-shell structured nanocomposite particles. *Materials Physics and Mechanics*, 2013, vol. 17, no. 1, pp. 29–32.
44. Ahn H.-J., Choi H.-C., Park K.-W., Kim S.-B., Sung Y.-E. Investigation of the structural and electrochemical properties of size-controlled SnO₂ nanoparticles. *J. Phys. Chem. B*, 2004, vol. 108, no. 28, pp. 9815–9820. DOI: 10.1021/jp035769n

УДК 681.785

Повышение пиковой мощности импульсного источника лазерного излучения с применением кольцевой волоконной линии задержки

В.А. Алексеев, М.Р. Зарипов, А.С. Перминов, Е.А. Ситникова, В.П. Усольцев, С.И. Юран

Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова,
ул. Студенческая, 7, г. Ижевск 426069, Россия

Поступила 19.04.2019

Принята к печати 30.05.2019

В настоящее время при создании автономных лазерных систем возникают требования в части повышения выходной мощности используемых в их составе лазерных источников при одновременном снижении энергопотребления системы. Авторами рассмотрена возможность увеличения выходной пиковой мощности импульсных лазерных источников за счет применения метода синхронного некогерентного суммирования импульсов в кольцевой волоконно-оптической линии задержки. Целью настоящей работы являлась оценка энергетической эффективности лазерных устройств, построенных на основе данного метода.

Рассмотрен общий способ построения импульсного лазерного источника с применением кольцевой волоконной линии задержки, представлены его структурная схема и общий принцип действия подобных данному устройству систем. Приведены два варианта исполнения лазерных систем, построенных на основе описываемого в работе метода суммирования импульсов: с оптическим сумматором и оптическим коммутатором; со сваркой волокон взамен сумматора и оптическим коммутатором. Получены графики энергетической эффективности систем первого и второго вариантов исполнений в зависимости от числа обходов импульса в кольцевой задержке.

В результате анализа работы рассмотренных устройств показано, что они позволяют увеличить пиковую мощность лазерного импульса без повышения энергии питания, при этом большей эффективностью обладает система с применением сваренных волокон взамен оптического сумматора.

Ключевые слова: лазерный источник излучения, пиковая мощность, кольцевая волоконная линия задержки, энергетическая эффективность, оптические потери.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-151-159

Адрес для переписки:

М.Р. Зарипов
Ижевский государственный технический университет имени
М.Т. Калашникова,
ул. Студенческая, 7, г. Ижевск 426069, Россия
e-mail: zaripov.istu@gmail.com

Address for correspondence:

M.R. Zaripov
Kalashnikov Izhevsk State Technical University,
Studencheskaya str., 7, Izhevsk 426069, Russia
e-mail: zaripov.istu@gmail.com

Для цитирования:

В.А. Алексеев, М.Р. Зарипов, А.С. Перминов, Е.А. Ситникова,
В.П. Усольцев, С.И. Юран.
Повышение пиковой мощности импульсного источника лазерного
излучения с применением кольцевой волоконной линии задержки.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 151–159.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-151-159

For citation:

V.A. Alekseev, M.R. Zaripov, A.S. Perminov, E.A. Sitnikova,
V.P. Usol'tsev, S.I. Yuran.
[Increasing of Pulsed Laser Source Peak Power by Use of Ring Fiber-
Optic Delay Line].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 151–159 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-151-159

Increasing of Pulsed Laser Source Peak Power by Use of Ring Fiber-Optic Delay Line

V.A. Alekseev, M.R. Zaripov, A.S. Perminov, E.A. Sitnikova, V.P. Usol'tsev, S.I. Yuran

Kalashnikov Izhevsk State Technical University,
Studencheskaya str., 7, Izhevsk 426069, Russia

Received 19.04.2019

Accepted for publication 30.05.2019

Abstract

At the present time, developing of autonomous laser systems requires increasing of the output power of the laser sources used in composition of those systems and at the same time reducing of the energy usage in the system. The possibility of increasing output peak power of pulsed laser sources by using the method of synchronous non-coherent beam combining in ring fiber-optic delay line is considered by authors. Objective of this work was estimating energy effectiveness of laser systems, which based on this method.

General constructing method of the laser pulsed laser source with ring fiber delay line is considered, its block diagram and the general operating principle of similar systems are presented. Two versions of laser systems based on the described method of beam combining are presented: using an optical combiner and an optical switch; using fiber welding instead of a combiner and an optical switch. The graphical dependence of the energy effectiveness on the number of circulations in ring fiber-optic delay line is obtained for both versions of laser systems.

As a result of the analysis of the considered devices operation, it was shown that considered systems allow to obtain increasing the peak power of a laser pulse without increasing the power supply, also the system, that use welded fibers instead of the optical combiner, has greater efficiency than system with optical combiner.

Keywords: laser source, peak power, ring fiber-optic delay line, energy effectiveness, optical losses.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-151-159

Адрес для переписки:

М.Р. Зарипов
Ижевский государственный технический университет имени
М.Т. Калашникова,
ул. Студенческая, 7, г. Ижевск 426069, Россия
e-mail: zaripov.istu@gmail.com

Address for correspondence:

M.R. Zaripov
Kalashnikov Izhevsk State Technical University,
Studencheskaya str., 7, Izhevsk 426069, Russia
e-mail: zaripov.istu@gmail.com

Для цитирования:

В.А. Алексеев, М.Р. Зарипов, А.С. Перминов, Е.А. Ситникова,
В.П. Усольцев, С.И. Юран.
Повышение пиковой мощности импульсного источника лазерного
излучения с применением кольцевой волоконной линии задержки.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 151–159.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-151-159

For citation:

V.A. Alekseev, M.R. Zaripov, A.S. Perminov, E.A. Sitnikova,
V.P. Usol'tsev, S.I. Yuran.
[Increasing of Pulsed Laser Source Peak Power by Use of Ring Fiber-
Optic Delay Line].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 151–159 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-151-159

Введение

При разработке и создании автономных лазерных систем, лазерных систем связи, лазерных устройств глубоководного погружения, а также специальных мобильных измерительных систем, лидаров, дальномеров и локационных систем возникает проблема повышения выходной мощности и выходной энергии импульса лазерного излучения без увеличения энергии внешнего источника электропитания или включения в систему дополнительных источников лазерного излучения.

Задача повышения выходной мощности наиболее актуальна для систем, построенных на основе импульсных лазерных источников, амплитуда импульса излучения которых определяет основные характеристики системы:

- степень воздействия лазерного излучения на исследуемый объект;
- дальность распространения лазерного излучения в различных средах.

Известно, что в настоящее время увеличения амплитуды импульсов лазерного излучения добиваются за счет применения различных методов компрессии лазерных импульсов [1, 2], оптических усилителей [3, 4], а также ряда способов некогерентного [5–8] и когерентного [5, 9–11] суммирования лазерных пучков.

Авторы настоящей работы предлагают рассмотреть собственный разработанный метод повышения пиковой мощности лазерных импульсов за счет синхронного суммирования с помощью средства кольцевой волоконной задержки.

Целью работы являлась оценка энергетической эффективности систем, построенных на основе данного метода.

Метод некогерентного синхронного суммирования лазерных импульсов на кольцевой волоконной линии задержки

Для решения поставленной задачи ранее предлагался метод некогерентного суммирования лазерных импульсов [8], который заключался в синхронном суммировании энергии. При этом сложение энергий импульсов лазерного излучения происходило за счет их последовательного направления с помощью N -канального оптического коммутатора через N элементов волоконно-оптической задержки разной длины

в оптический сумматор. Такой способ обеспечивал формирование импульса, пиковая мощность которого равна сумме пиковых мощностей импульсов лазерного излучения за исключением потерь в компонентах системы суммирования.

Устройство, построенное на основе данного способа, позволило существенно повысить пиковую мощность излучения одного импульсного лазера без увеличения его энергии питания, сжатия импульсов излучения по длительности или применения дополнительных источников лазерного излучения. Тем не менее, возрастание числа линий задержки вместе с увеличением их длины для повышения выходной суммарной пиковой мощности излучения приводило к ухудшению массогабаритных характеристик и снижению надежности работы подобного устройства.

В настоящей работе рассматривается впервые описанный в [12] способ повышения пиковой мощности источника импульсного лазерного излучения на основе кольцевой волоконно-оптической линии задержки. Действие устройства заключается в последовательном синхронном наложении друг на друга импульсов лазерного излучения, поступающих на вход кольцевой линии задержки. При этом должно обеспечиваться наложение начала импульса, поступившего на вход средства кольцевой волоконной задержки, на начало импульса, уже совершившего обход в нем. С каждым обходом пучок будет накапливать энергию лазерного излучения за счет суммирования. На рисунке 1 приведены несколько схем источника импульсного лазерного излучения с кольцевой волоконной задержкой.

Упрощенная схема (рисунк 1а) необходима для пояснения следующего далее описания принципа действия рассматриваемого устройства. С задающего генератора 1 на вход импульсного лазера 2 поступает импульсный сигнал. Этот сигнал управляет работой лазера. На средство кольцевой оптической задержки 3 через заданный период следования импульсов T , который соответствует времени обхода импульсом кольцевой линии задержки, поступают импульсы оптического лазерного излучения. Импульс проходит по оптоволоконному кольцу до момента, когда в линию задержки поступит новый импульс лазерного излучения. Цикл продолжается до определенного количества N_R обходов, зависящего от допустимого затухания в линии задержки. На управляющий вход коммутирующего устройства 4

поступают электрические импульсы от счетчика импульсов 5 с частотой в N_R раз меньше частоты ($1/T$) импульсов, которая вырабатывается генератором. В момент поступления электрического импульса со счетчика на вход коммутирующего устройства происходит переключение канала циркуляции оптического излучения по средству кольцевой оптической задержки на выход коммутирующего устройства, где формируется импульс оптического излучения. Пиковая мощность сформированного импульса состоит из мощностей N_R импульсов лазерного излучения, поступивших в средство кольцевой оптической задержки за период $N_R \cdot T$, с учетом оптических потерь.

В работе [12] источник импульсного лазерного излучения, представленный в виде схемы на рисунке 1а, позволял практически в 17 раз повысить пиковую мощность импульсов лазера при применении одной кольцевой волоконно-оптической линии задержки, при этом в системе учитывались лишь оптические потери в волокнах. По сравнению с ним, устройство, описанное в [8], обеспечивает такое же увеличение пиковой мощности при использовании в своей системе двадцати волоконно-оптических линий задержки разной длины.

Следовательно, устройства, реализованные на основе схемы, приведенной на рисунке 1а, позволяют повысить выходную пиковую мощность излучения без увеличения энергии питания. Вместе с тем снижение массогабаритных параметров подобных источников лазерного излучения и повышение их надежности в сравнении с устройствами, реализующими схему работы, представленную в [8], обеспечивается за счет уменьшения числа линий задержек до одной. Причем для формирования в данной системе на выходе импульсов высокой пиковой мощности необходимо компактное устройство электропитания и малогабаритный источник лазерного излучения, что представляет особенный интерес при разработке автономных лазерных систем.

Практическая реализация предложенной схемы возможна с помощью представления волоконной кольцевой задержки в виде совокупности волоконно-оптического сумматора с двумя оптическими входами и одним оптическим выходом (далее – сумматора 2×1), волоконно-оптического коммутатора (переключателя) с одним оптическим входом и двумя оптическими выходами (далее – коммутатора 1×2), выполняющего также

функции коммутирующего устройства и отрезка волокна (рисунок 1б). Длина этого отрезка фактически соответствует длине рассмотренного ранее на рисунке 1а кольцевого участка.

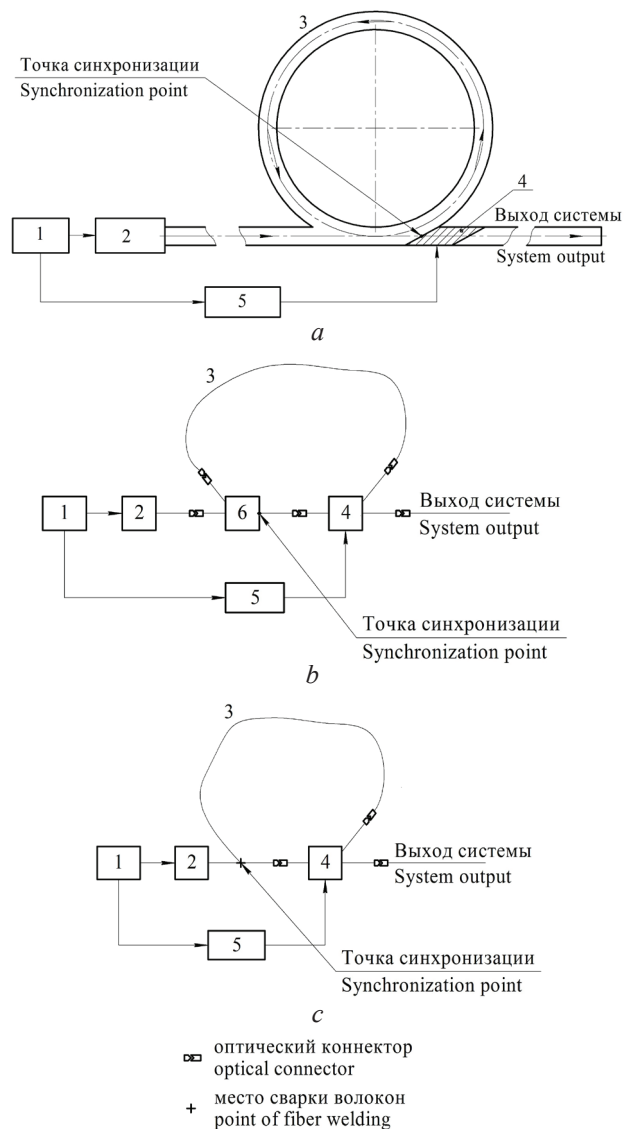


Рисунок 1 – Упрощенная (а), с применением оптического сумматора и оптического коммутатора (б) и с применением оптического коммутатора и сваренных волокон (с) схема источника импульсного лазерного излучения на кольцевой волоконной задержке: 1 – задающий генератор; 2 – импульсный лазер; 3 – средство кольцевой волоконно-оптической задержки (отрезок волокна); 4 – коммутирующее устройство; 5 – счетчик импульсов; 6 – оптический сумматор

Figure 1 – Simple (a), with optical combiner and optical switch (b) and with optical switch and welded fibers (c) scheme of pulsed laser source with ring fiber-optic delay: 1 – master oscillator; 2 – pulsed laser; 3 – ring fiber-optic delay device (fiber line); 4 – switching device; 5 – pulse counter; 6 – optical combiner

Как видно из рисунка 1b, волоконный выход импульсного лазера 2 при помощи оптического коннектора соединен с первым входом сумматора 6, через который излучение поступает в систему кольцевой оптической задержки. Выход сумматора 6 соединен с входом коммутатора 4, при этом лазерное излучение через первый выход коммутатора вводится в отрезок волокна задержки 3, подключенный ко второму входу сумматора 6. Таким образом, обеспечивается циркуляция вводимого в систему кольцевой задержки излучения и его суммирование в точке синхронизации с каждым следующим лазерным импульсом, поступающим через первый вход сумматора. Процесс накопления излучения идет до тех пор, пока суммарный импульс в «кольце» не будет выведен через второй выход коммутатора при его переключении по управляющему сигналу со счетчика 5, соединенного с задающим генератором 1, который управляет работой лазера.

Применение оптического сумматора, имеющего собственные внутренние потери и содержащего в своем составе два оптических коннектора, приводит к снижению эффективности системы. Поэтому в качестве еще одного варианта исполнения устройства предлагается рассмотреть схему, в которой кольцевая линия задержки сформирована за счет сваривания концов трех волокон: волоконного выхода лазера 2, волоконного элемента кольцевой линии задержки 3 и волоконного входа оптического коммутатора 4, используемого в качестве коммутирующего устройства (рисунок 1c). При этом точка синхронизации, в которой происходит суммирование импульса, совершившего обход, и импульса, вводимого в линию задержки, совпадает с местом сварки волокон.

Создание рассматриваемых систем возможно при использовании в качестве оптического коммутатора серийно изготавливаемых *Agiltron Inc.* высокоскоростных волоконно-оптических переключателей серии *NanoSpeedTM 1×2*, при этом в роли оптического сумматора могут применяться волоконно-оптические сумматоры типа *PSC*, обеспечивающие объединение излучения от нескольких волоконных световодов в один общий на выходе.

Следует учитывать, что увеличение числа обходов в волоконной кольцевой задержке, необходимых для накопления и суммирования в ней импульсов, приведет к возрастанию потерь

излучения в системе в целом. Таким образом, максимальное число обходов в кольцевой задержке и эффективность предлагаемых вариантов импульсных лазерных источников будут ограничены величиной допустимых потерь.

Данная работа посвящена оценке энергетической эффективности предлагаемой системы с некогерентным синхронным суммированием лазерных импульсов на кольцевой волоконной линии задержки.

Вычислительный эксперимент

Для устройств на рисунках 1b и 1c важно определить максимальное число обходов в кольцевой линии задержки, а также эффективность данных систем в целом.

При этом учитывались следующие типы потерь энергии излучения:

- потери на оптических коннекторах, используемых для подключения к волоконным разъемам сумматора (в схеме на рисунке 1b) и коммутатора;
- потери при распространении излучения в волоконном световоде, образующем кольцевую линию задержки;
- внутренние потери в оптическом сумматоре (в схеме на рисунке 1b);
- потери в месте сварки волокон (в схеме на рисунке 1c);
- внутренние потери в оптическом коммутаторе.

Каждый исходный импульс лазерного излучения, введенный в систему на рисунке 1b, совершая обход в кольцевой задержке к точке синхронизации, претерпевает последовательно потери в первом коннекторе при вводе в оптический сумматор от выхода лазера, внутренние потери в оптическом сумматоре, потери во втором коннекторе от выхода из оптического сумматора до входа в оптический коммутатор, внутренние потери в оптическом коммутаторе, потери в третьем коннекторе от выхода из оптического коммутатора при вводе в волокно кольцевой задержки, потери в оптическом волокне кольцевой линии задержки, в четвертом коннекторе при вводе излучения в оптический сумматор из волокна кольцевой задержки и внутренние потери в оптическом сумматоре.

При этом суммарный импульс излучения при выводе из системы после N_R обходов в кольцевой задержке, распространяясь

от точки синхронизации до выхода, претерпевает последовательно потери во втором коннекторе от выхода из оптического сумматора до входа в оптический коммутатор, внутренние потери в оптическом коммутаторе и потери в пятом коннекторе на выходе из оптического коммутатора до вывода импульса из системы. В таком случае пиковую мощность P_N суммарного импульса на выходе из системы можно определить по следующей формуле:

$$P_N = 10^{-0,1(3A_C + A_{OC} + A_{OS})} \cdot \sum_{i=0}^{N_R} 10^{-0,1i(3A_C + A_{OC} + A_{OS} + A_F \cdot L_R)},$$

где A_C – потери на коннекторе, дБ; A_{OC} – внутренние потери в оптическом коммутаторе, дБ; A_{OS} – внутренние потери в оптическом сумматоре, дБ; A_F – удельные потери выбранного волоконного световода, дБ/м; L_R – длина отрезка оптического волокна кольцевой линии задержки, м.

Каждый исходный импульс лазерного излучения, введенный в систему на рисунке 1с, совершая обход в кольцевой задержке к точке синхронизации, претерпевает последовательно потери в месте сварки при вводе в систему от выхода лазера, потери в первом коннекторе от места сварки до входа в оптический коммутатор, внутренние потери в оптическом коммутаторе, потери во втором коннекторе от выхода из оптического коммутатора при вводе в волоконно кольцевой задержке, потери в оптическом волокне кольцевой линии задержки и потери в месте сварки.

Причем суммарный импульс излучения при выводе из системы после N_R обходов в кольцевой задержке, распространяясь от точки синхронизации до выхода, претерпевает последовательно потери в первом коннекторе от места сварки до входа в оптический коммутатор, внутренние потери в оптическом коммутаторе и потери в третьем коннекторе на выходе из оптического коммутатора до вывода импульса из системы. Тогда пиковая мощность P_N суммарного импульса на выходе из системы может быть вычислена с применением следующего равенства:

$$P_N = 10^{-0,1(2A_C + A_{OC} + A_W)} \cdot \sum_{i=0}^{N_R} 10^{-0,1i(2A_C + A_{OC} + A_W + A_F \cdot L_R)},$$

где A_W – потери в месте сварки волокон, дБ.

Главной целью данной работы является определение зависимости от числа обходов в кольцевой задержке коэффициента энергетической эффективности системы $\eta = P_N/P_0$, показывающего, во сколько раз возрастет выходная пиковая мощность суммарного импульса P_N по сравнению с пиковой мощностью исходного импульса лазера P_0 .

При выполнении расчетов были приняты следующие допущения:

- длина волокна кольцевой задержки, принималась равной 2 м, что было достаточно для исключения потерь на макроизгибах;
- не рассматривались потери на микроизгибах волоконных световодов;
- не учитывалась дисперсия волоконных световодов в системе, которая приводит к дополнительному искажению формы лазерных импульсов, так как предполагалось применение волокон со смещенной нулевой дисперсией в область 1550 нм (волокна типа *DSF*) или волокон с многослойной оболочкой, обеспечивающих близкую к нулю величину суммарной дисперсии (волокна типа *NZDSF*) [13];
- не учитывались потери на других отрезках волокна в системе, так как длина отрезков волоконных выходов и входов сумматора 2×1 и коммутатора 1×2 принималась малой по сравнению с длиной волокна кольцевой задержки.

В вычислительном эксперименте в качестве источника исходных импульсов применялся полупроводниковый лазер *QDFBLD-1550-5*, генерирующий излучение на длине волны $\lambda = 1550$ нм с предельной частотой следования импульсов в 2,5 ГГц.

При вычислении эффективности η значения потерь в коннекторах согласно [13] были приняты равными 0,15 дБ, что соответствует оптическим коннекторам типа *APC* и *UPC*, внутренние потери в коммутаторе 1×2 и сумматоре 2×1 – 0,6 дБ и 0,7 дБ соответственно; считалось также, что ослабление излучения в месте сварки волокон равно 0,02 дБ [13].

В обоих вариантах системы предлагалось использовать кварцевые волоконные световоды, величина удельных потерь у которых на длине волны $\lambda = 1550$ нм составила 0,2 дБ/км [13].

Результаты и их обсуждение

С учетом заданных выше параметров был получен график зависимости коэффициента эффективности $\eta(N_R)$ от числа обходов лазерного импульса в кольцевой линии задержки для системы с применением оптического сумматора и оптического коммутатора (рисунок 2).

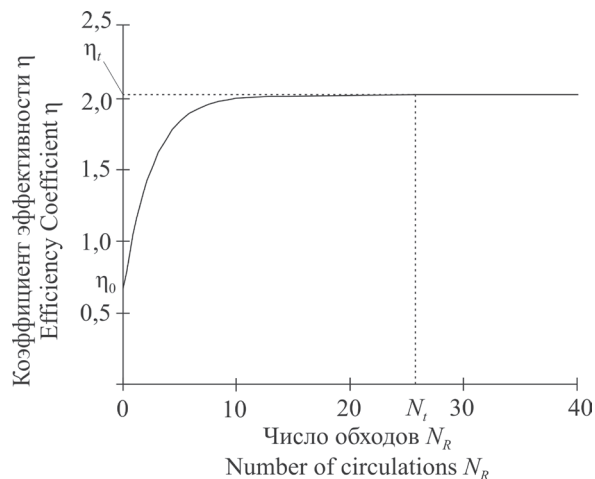


Рисунок 2 – Зависимость коэффициента эффективности $\eta(N_R)$ от числа обходов лазерного импульса в кольцевой линии задержки для системы с оптическим сумматором и оптическим коммутатором

Figure 2 – Dependence of the effectiveness coefficient $\eta(N_R)$ on the number of laser pulse circulations in ring delay line for the system with optical combiner and optical switch

На рисунке 2 видно, что энергетическая эффективность системы η с увеличением числа циркуляций импульса в кольцевой задержке N_R от линейной зависимости с быстрым нарастанием переходит к «насыщению», при котором значение эффективности η остается неизменным при возрастании числа N_R .

Предельное значение коэффициента эффективности составило $\eta_i = 2,015$. Этому значению соответствует число обходов в задержке $N_i = 26$, при превышении которого не происходит дальнейшего возрастания эффективности рассматриваемой системы. При этом нулевое значение коэффициента эффективности, при котором излучение проходит через систему без циркуляции в системе задержки, получилось равным $\eta_0 = 0,668$.

На рисунке 3 приведен график зависимости коэффициента эффективности $\eta(N_R)$ от числа обходов лазерного импульса в кольцевой линии задержки для системы с применением сваренных волокон и оптического коммутатора.

Очевидно, что энергетическая эффективность η системы, в которой взамен сумматора применялись три сваренных волокна, с увеличением числа обходов N_R также переходит от линейного возрастания к постоянной зависимости с неизменным значением при возрастании числа N_R .

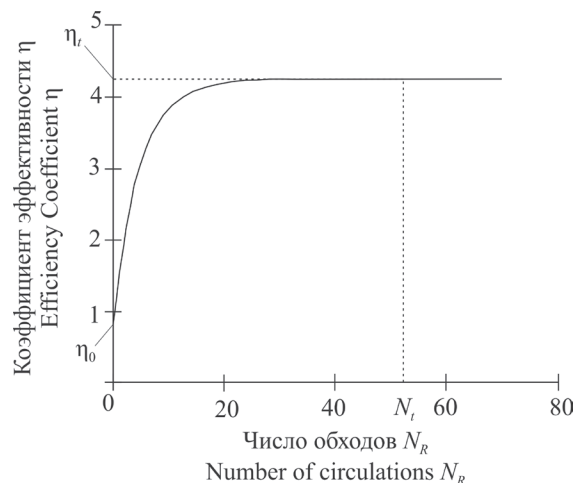


Рисунок 3 – Зависимость коэффициента эффективности $\eta(N_R)$ от числа обходов лазерного импульса в кольцевой линии задержки для системы со сваркой волокон и оптическим коммутатором

Figure 3 – Dependence of the effectiveness coefficient $\eta(N_R)$ on the number of laser pulse circulations in ring delay line for the system with welded fibers and optical switch

Предельное значение коэффициента эффективности составило $\eta_i = 4,237$. Этому значению соответствует число циркуляций в кольцевой задержке $N_i = 56$, при превышении которого не происходит дальнейшего возрастания эффективности рассматриваемой системы. Нулевое значение коэффициента эффективности при этом $\eta_0 = 0,809$.

Заключение

Показано основное преимущество рассматриваемых систем с кольцевой линией задержки по сравнению с системами с множеством волоконных линий задержки, которое заключается в значительном снижении массы и габаритных размеров системы, ее упрощении и повышении ее надежности за счет исключения множества волоконных линий задержки. В то же время системы с кольцевой задержкой выполняют свою основную функцию, которая сводится к увеличению пиковой мощности введенного от внешнего лазерного источника импульса излучения.

В результате проведенного в работе вычислительного эксперимента получены графики зависимости коэффициента энергетической эффективности $\eta(N_R)$ для двух вариантов исполнения, а также определены для обоих случаев предельные значения коэффициента η и числа оборотов N_R .

Исходя из полученных результатов, можно однозначно утверждать, что дальнейшее развитие систем с кольцевой волоконной задержкой должно пойти по пути исключения из схемы оптического сумматора и применения волоконно-оптических элементов (оптических коннекторов и коммутаторов) с меньшим значением внутренних потерь.

Список использованных источников

1. Власов, С.Н. Уширение спектра и сжатие мощных лазерных импульсов в квазипериодических системах с кубической нелинейностью / С.Н. Власов, Е.В. Копосова, В.Е. Яшин // Квантовая электроника. 2012. – Т. 42, № 11. – С. 989–995.

DOI: 10.1070/QE2012v042n11ABEH014979

2. Mourou, G.A. Exawatt-Zettawatt pulse generation and applications / G.A. Mourou [et al.] // Optics Communications. – 2012. – Vol. 285. – P. 720–724.

DOI: 10.1016/j.optcom.2011.10.089

3. Обронов, И.В. Твердотельный усилитель на основе кристалла Yb: YAG с одномодовой лазерной накачкой на длине волны 920 нм / И.В. Обронов, А.С. Демкин, Д.В. Мясников // Квантовая электроника. – 2018. – Т. 48, № 3. – С. 212–214.

DOI: 10.1070/QEL16605

4. Фирстов, С.В. Висмутовый волоконно-оптический усилитель для спектральной области 1600–1800 нм / С.В. Фирстов [и др.] // Квантовая электроника. – 2015. – Т. 45, № 12. – С. 1083–1085.

DOI: 10.1070/QE2015v045n12ABEH015962

5. Motes, A. Laser beam combining / A. Motes // Rio-Rancho: AM Photonics. – 2015. – 132 p.

6. Сумматор оптического излучения. Н.И. Бушмелев, В.Н. Кривошеин, С.Л. Погорельский, А.В. Сбродов, В.Ф. Лазукин, А.Г. Шипунов. – Патент России № 2182346. – 2002.

7. Lei, C. Incoherent beam combining of fiber lasers by an all-fiber 7×1 signal combiner at a power level of 14 kW / C. Lei [et al.] // Optics Express. – 2018. – Vol. 26, no. 7. – P. 10421–10427. DOI: 10.1364/OE.26.010421

8. Алексеев, В.А. Повышение пиковой мощности источника импульсного лазерного излучения с применением оптических линий задержки / В.А. Алексеев, А.С. Перминов, С.И. Юран // Оптический журнал. – 2018. – Т. 85, № 12. – С. 8–14.

DOI: 10.17586/1023-5086-2018-85-12-08-14

9. Brignon, A. Coherent laser beam combining / A. Brignon // Weinheim: Wiley-VCH. – 2013. – 509 p.

10. Yang, Y. Multi-aperture all-fiber active coherent beam combining for free-space optical communication receivers / Y. Yang [et al.] // Optics Express. – 2017. – Vol. 25, № 22. – P. 27519–27532.

DOI: 10.1364/OE.25.027519

11. Трикишев, А.И. Фазировка двух усилительных каналов при когерентном сложении лазерных пучков суммарной мощностью 60 Вт / А.И. Трикишев, Ю.Н. Пырков, В.Б. Цветков // Квантовая электроника. – 2017. – Т. 47, № 11. – С. 1045–1048.

DOI: 10.1070/QEL16433

12. Алексеев, В.А. Источник импульсного лазерного излучения на кольцевой волоконной задержке / В.А. Алексеев, М.Р. Зарипов, Е.А. Ситникова // Прикладная оптика–2018: сборник трудов XIII Международной конференции (Санкт-Петербург 19–21 декабря 2018). – Том 2. – Секция 5. Лазерная техника. – С. 27–29.

13. Волоконно-оптическая техника: современное состояние и новые перспективы / Под ред. С.А. Дмитриева и Н.Н. Слепова. – М.: Техносфера, 2010. – 608 с.

References

1. Vlasov Sergei N., Kuposova E.V., Yashin V.E. Spectral broadening and compression of high-intensity laser pulses in quasi-periodic systems with Kerr nonlinearity. *Quantum Electronics*, 2012, vol. 42, no. 11, pp. 989–995. DOI: 10.1070/QE2012v042n11ABEH014979

2. Mourou G.A., Fisch N.J., Malkin V.M., Toroker Z., Khazanov E.A., Sergeev A.M., Tajima T., Le Garrec. Exawatt-Zettawatt pulse generation and applications. *Optics Communications*, 2012, vol. 285, pp. 720–724. DOI: 10.1016/j.optcom.2011.10.089

3. Obroнов I.V., Demkin A.S., Myasnikov D.V. Solid-state Yb: YAG amplifier pumped by a single-mode laser at 920 nm. *Quantum Electronics*, 2018, vol. 48, no. 3, pp. 212–214. DOI: 10.1070/QEL16605

4. Firsov S.V., Alyshev S.V., Riumkin K.E., Khopin V.F., Mel'kumov M.A., Gurjanov A.N., Dianov E.M. Bismuth-doped fibre amplifier operating between 1600 and 1800 nm. *Quantum Electronics*, 2015, vol. 45, no. 12, pp. 1083–1085.

DOI: 10.1070/QE2015v045n12ABEH015962

5. Motes A. *Laser beam combining*. Rio-Rancho: AM Photonics, 2015, 132 p.

6. Bushmelev N.I., Krivoshein V.N., Pogorel'ski S.L., Sbrodov A.V., Lazukin V.F., Shipunov A.G. *Summator opticheskogo izlucheniya* [Combiner of optical radiation]. Patent RU 2182346, 2002.

7. Lei C., Gu Y., Chen Z., Wang Z., Zhou P., Ma Y., Xiao H., Leng J., Wang X., Hou J., Xu X., Chen J., Liu Z. Incoherent beam combining of fiber lasers by an all-fiber 7×1 signal combiner at a power level of 14 kW. *Optics Express*, 2018, vol. 26, iss. 7, pp. 10421–10427.

DOI: 10.1364/OE.26.010421

8. Alekseev V.A., Perminov A.S., Yuran S.I. Increasing the peak power of a pulsed laser source using optical delay lines. *J. Opt. Technol.*, 2018, vol. 85, iss. 12, pp. 746–751. DOI: 10.1364/JOT.85.000746

9. Brignon A. *Coherent laser beam combining*. Weinheim: Wiley-VCH, 2013, 509 p.

10. Yang Y., Geng C., Li F., Huang G., Li X. Multi-aperture all-fiber active coherent beam combining for free-space optical communication receivers. *Optics Express*, 2017, vol. 25, iss. 22, pp. 27519–27532.

DOI: 10.1364/OE.25.027519

11. Trikshev A.I., Pyrkov Yu.N., Tsvetkova V.B. Phasing of two amplifier channels for the coherent combining of laser beams with a total power of 60 W. *Quantum Electronics*, 2017, vol. 47, no. 11, pp. 1045–1048.

DOI: 10.1070/QEL16433

12. Alekseev V.A., Zaripov M.R., Sitnikova E.A. [Pulsed laser source based on ring fiber-optic delay]. *Prikladnaya optika-2018: sbornik trudov XIII Mezh-dunarodnoy konferencii* [Applied optics-2018: XIII International conference proceedings], vol. 2, section 5. *Lazernaya tehnika* [Laser technic], pp. 27–29 (in Russian).

13. *Volokonno-opticheskaya tehnika: sovremen-noye sostoyanie i perspektivi* [Fiber-optic technic: present condition and perspectives]. Edited by S.A. Dmitriev and N.N. Slepov. Moscow, Technosfera Publ., 2010, 608 p. (in Russian).

Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector Method

M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya, A.V. Ventsuryk, K.P. Vonsevych

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

Received 01.02.2019

Accepted for publication 29.05.2019

Abstract

Angular measurements in optics of biological tissues are used for different applied spectroscopic task for roughness surface control, define of refractive index and for research of optical properties. Purpose of the research is investigation of the reflectance of biologic tissues by the ellipsoidal reflector method under the variable angle of the incident radiation.

The research investigates functional features of improved photometry method by ellipsoidal reflectors. The photometric setup with mirror ellipsoid of revolution in reflected light was developed. Theoretical foundations of the design of an ellipsoidal reflector with a specific slot to ensure the input of laser radiation into the object area were presented. Analytical solution for calculating the angles range of incident radiation depending on the eccentricity and focal parameter of the ellipsoid are obtained. Also created the scheme of image processing at angular photometry by ellipsoidal reflector.

The research represents results of experimental series for samples of muscle tissues at wavelengths 405 nm, 532 nm, 650 nm. During experiment there were received photometric images on the equipment with such parameters: laser beam incident angles range 12.5–62.5°, ellipsoidal reflector eccentricity 0.6, focal parameter 18 mm, slot width 8 mm.

The nature of light scattering by muscle tissues at different wavelengths was represented by graphs for the collimated reflection area. The investigated method allows qualitative estimation of influence of internal or surface layers of biologic tissues optical properties on the light scattering under variable angles of incident radiation by the shape of zone of incident light.

Keywords: ellipsoidal reflector, angular measurements, optical properties, muscle tissue.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-160-168

Адрес для переписки:

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

Address for correspondence:

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

Для цитирования:

M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya, A.V. Ventsuryk, K.P. Vonsevych.
Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector
Method.

Приборы и методы измерений.

2019. – Т. 10, № 2. – С. 160–168.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-160-168

For citation:

M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya, A.V. Ventsuryk, K.P. Vonsevych.
Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector
Method.

Devices and Methods of Measurements.

2019, vol. 10, no. 2, pp. 160–168.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-160-168

Угловая фотометрия биологических тканей методом эллипсоидальных рефлекторов

М.А. Безуглый, Н.В. Безуглая, А.В. Венцурик, К.П. Вонсевич

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

Поступила 01.02.2019

Принята к печати 29.05.2019

Угловые измерения в оптике биологических тканей широко применяются для решения различных прикладных спектроскопических задач для контроля шероховатой поверхности, определения показателя преломления, а также для изучения оптических свойств. Целью данной работы являлось исследование отражающей способности биологических тканей методом зеркальных эллипсоидов вращения при переменных углах падения зондирующего излучения.

В работе исследуются функциональные возможности усовершенствованного метода фотометрии эллипсоидальными рефлекторами. Разработана и представлена установка для фотометрии зеркальным эллипсоидом вращения в отраженном свете. Для обеспечения работы метода представлены теоретические основы конструирования эллипсоидального рефлектора с характерным пазом для обеспечения ввода лазерного излучения в исследуемую область. Получены аналитические выражения для вычисления диапазона углов падающего излучения в зависимости от эксцентриситета и фокального параметра эллипсоида. Также представлена усовершенствованная схема обработки изображений, получаемых при угловой фотометрии эллипсоидальными рефлекторами.

Представлены результаты серии экспериментальных исследований для мышечной ткани на длинах волн 405 нм, 532 нм и 650 нм. В ходе эксперимента были получены фотометрические изображения при использовании фотометра со следующими конструктивными параметрами: диапазон угла падения лазерного излучения 12.5–62.5°, эксцентриситет эллипсоидального рефлектора 0,6, фокальный параметр 18 мм и ширина паза 8 мм.

Характер светорассеяния мышечными тканями на различных длинах волн представлен графиками для зоны коллимированного отражения. При этом форма зоны падающего потока позволяет оценить влияние оптических свойств внутреннего или приповерхностного слоя биологической ткани на светорассеяние при различных углах падения.

Ключевые слова: эллипсоидальный рефлектор, угловые измерения, оптические свойства, мышечная ткань.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-160-168

Адрес для переписки:

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

Address for correspondence:

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

Для цитирования:

М.А. Безуглый, Н.В. Безуглая, А.В. Венцурик, К.П. Вонсевич.
Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector Method.

Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 160–168.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-160-168

For citation:

M.A. Bezuglyi, N.V. Bezuglaya, A.V. Ventsuryk, K.P. Vonsevyich.
Angular Photometry of Biological Tissue by Ellipsoidal Reflector Method.

Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 160–168.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-160-168

Introduction

The progress in laser and computer technologies allow implementing of optical methods in different areas of non-destructive control. Among other, such methods applies for investigation of dispersive mediums, materials, and coating [1–5], or diagnostics of tissues and organs condition in biology and medicine [6–12].

Distribution of the electromagnetic radiation along optical range in biologic tissues (BT) is complicated and stochastic processes. Such distribution defines analytically by the classic electromagnetic theory, or extrapolates by the radiative transfer theory [13, 14]. Mathematical solution of subordinated to such theories systems of equations performs by the variety of theoretic and numeric methods [15]. Despite of that, the unified system of received results comparison criterion is still not established. Typical reasons are significant limitations of features of measuring and computation instruments intended for determination of indexes and coefficients of equations.

Full-wave simulation like finite different time domain [16, 17] or finite element method [18, 19] applies more often for rigorous solution of Maxwell's equations. However, it is still perspective for practical application in optics of biological tissues. In biomedical optics the radiative transfer theory is more popular. It provides results that are more precise and corresponds to reliability criteria in clinical application during investigation of pathologies. For direct and inverse problem solution following methods are typical: Monte Carlo simulation, adding-doubling method, Kubelka–Munk function, diffusion approximation, and other. Direct problem solution is determination of transmittance, reflectance and absorption of the BT, while inverse is determination of the BT optical properties – absorption and scattering coefficients, anisotropy factor.

Continuing investigation of features and properties of optical electronic devices, which uses ellipsoidal reflectors (ER) as the optical core of informational and measuring system of biomedical photometer [20–22], the current report represents results of series of practical experiments. These results allow investigating additional information about the interaction of electromagnetic radiation with turbid biological media according to the light scattering optics.

The document represents investigation of biological tissues by methods of light scattering optics in experimental conditions *in vitro* or *ex vivo*. In the research there were set hypotheses and limitations for proper introduction of measured values into mathematical model. The layer of tissue under investigation contains top and bottom boundaries, and internal region. The thickness of internal region is small relatively to its perimeter. BT surface (the boundary between the media) usually have roughness of different size comparing to wavelength. In such case, the external specular and/or diffuse reflection from it is possible. There occurs scattering inside the BT during the passing of light beam through the surface. Such process occurs until the total absorption, or appearing of light beam outside of the sample in the form of internal diffuse reflection or transmission. The main goal of such experiment is minimizing of external component impact (especially diffuse) on the resulting spatial distribution of scattered light. Such conditions can be created experimentally by several ways:

- put the sample of BT between glass elements with polished surfaces [23–25] with the sizes of fine irregularities less than the radiation wavelength

- creation of physiologic experiment conditions by placing of the sample inside the physiologic liquids [26].

Experiment under *in vivo* conditions involve thick (semi-infinite) biologic sample under investigation. The light flux, registered in opposite to incident radiation direction, consist of a passed through the surface and interacted with the media part, and a reflected by the surface light. The nature of angular distribution of reflected flux defines the type of the surface and its relief [27]. The probability of light diffusion backward to the surface depends on the quantity of interactions with the media, when the photon direction changes before the moment of its absorption in scattering, and depends on the optical properties of BT [22]. Model experiment in both cases satisfies considering Fresnel conditions.

Light scattering by BT samples depends on the illumination type and have significant differences during application of diffuse or collimated flux. There apply different measuring standards for determination of reflective ability and reflection coefficient for these light methods [28]. Reflectance and the reflection coefficient depends

on the incidence angle, radiation polarization, and refractive index. These parameters determine the boundary between the two media. Refractive index and optical properties of media significantly depends from the wavelength. Optical properties of BT can be determined in the indirect method only. Thus, the measurement of the refractive index should be performed only experimentally. For many types of tissues, the problem is in the absorption and scattering. Thus, the reflection coefficient for skin equals to 10–55 % and depends on the radiation spectrum, pigmentation rate and rugosity, presence of adipose and moisture. Mentioned factors depend on the gender, age, type, and color of the skin [29].

Considering the mentioned information, the purpose of the research is investigation of the reflectance of biologic tissues by the ellipsoidal reflector method under the variable angle of the incident radiation.

Methods and tools

The research focused on specific features of realization of improved method of photometry by ellipsoidal reflectors. The target is investigation of its use for measurements of reflected and backscattered light. The method allows investigating of the optical properties of scattered media under different incident angles, and energy characteristics of incident optical radiation. For research of the method the experimental unit was constructed (Figure 1). The unit use photometric system with ellipsoid of revolution with internal mirror surface. The mirror is truncated by the focal planes orthogonally to the semi-major axis and contains specific longitudinal slot (Figure 2) for receiving of optical radiation under variable angles. Ellipsoidal reflector was produced by the method of trajectory copying [30]. Additionally, authors investigated other technologies of shape formation of internal ellipsoidal mirror surface [31] and photometer production [22].

The unit contain mechanism for micrometric height regulation for investigation of BT with various thicknesses. Experimental unit operates by the method of photometry in reflected light [20]. The condition of semi-infinite thickness of BT sample satisfies by the application of black opaque lining with absorption coefficient close to 0.99.

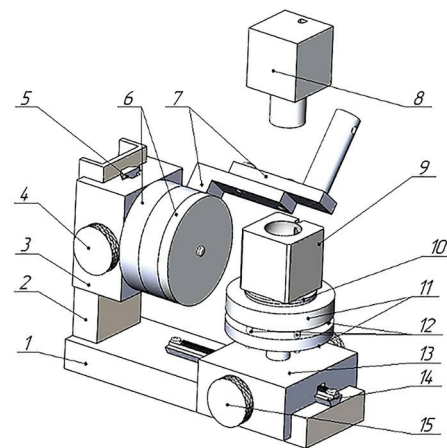


Figure 1 – Scheme of unit for angular photometry by ellipsoidal reflector: 1 – base; 2 – bar; 3 – height regulation mechanism; 4 – flywheel; 5 – worm gear with dovetail; 6 – cap disc; 7 – laser module; 8 – CCD camera; 9 – ellipsoidal reflector; 10 – biological tissue holder; 11 – subject stage; 12 – adjustment screws; 13 – horizontal regulation block; 14 – worm gear with dovetail; 15 – flywheel

The adjustment device aligns reflector, optical system, and CCD camera referring to horizontal baseline. The change of energetic characteristics of incident radiation performs by regulation of power by universal power source, which further supplies to laser diodes with the wavelength 405 nm, 532 nm, and 650 nm. The nominal power of each diode equal to 5 mW. Unit consists of base 1 with fitted perpendicular to it bar 2. To this bar attached the height regulation mechanism 3. It is worm gear with dovetail 5, and is actuated by the flywheel 4.

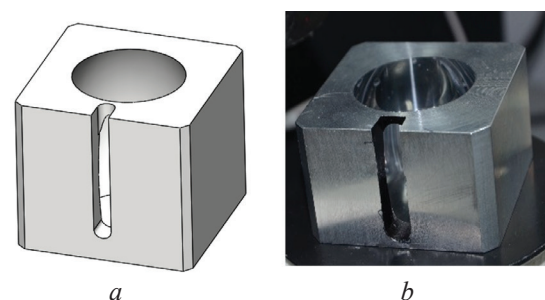


Figure 2 – Ellipsoidal reflector for angular photometry: 3D model (a); end-product (b)

Mechanism 3 consists of three disks, one of which is a cap 6 for fixing of all disks, and two others acts as a fastening for laser module 7. The aperture in the bottom part of the module applies for ensuring of necessary laser beam diameter. In the experimental unit it equals to 1 mm. In addition,

stand have subject stage 11, which is fastened to the horizontal regulation block 13 by worm gear and dovetail 14. Longitudinal displacement performs during rotation of flywheel 15. Subject stage fits horizontally, and precise regulation performs by adjustment screws 12. The measuring base of the stand is ellipsoidal reflector 9, which is mounted on the BT holder 10 during experiment. The unit adjustment performs before measurements for ensuring of horizontal mounting of subject stage, sample, and reflector. The height of laser block regulates for variable thickness of BT sample. In the holder installs reflector 9 align with CCD camera 8 for ellipsoidal CCD-reflectometry [20]. Images are registered under different incident angles of laser beam and analyzed by specialized software.

Considering axial symmetry of vertically oriented ellipsoid of revolution, the determination of operating range of incident angles performs with using of ellipse equation:

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{z^2}{b^2} = 1,$$

where a and b – semi-minor and semi-major axis of ellipse.

Considering expression of ellipse through its eccentricity e , focal parameter p and focal distance f , it is possible to determine the points of its intersection with straight lines, which contains ultimate points of critical angles (Figure 3):

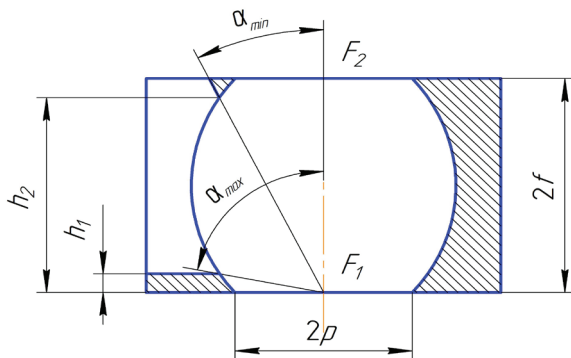


Figure 3 – Determination of critical angles of incident light in ellipsoidal reflector with slot

$$x_1 = \sqrt{\frac{p^2}{(1-e^2)} - (1-e^2) \cdot (f-h_1)^2}, \quad (1.a)$$

$$x_2 = \sqrt{\frac{p^2}{(1-e^2)} - (1-e^2) \cdot (h_2-f)^2}. \quad (1.b)$$

Considering (1), critical angles of incident radiation for ellipsoidal reflector with its set of constructive parameters can be determined using equations:

$$\alpha_{\min} = \text{arcctg}\left(\frac{h_2}{x_2}\right), \quad (2.a)$$

$$\alpha_{\max} = \text{arcctg}\left(\frac{h_1}{x_1}\right). \quad (2.b)$$

It is important to note that the coordinate x_2 determines the value of minimum angle in case of slant height for top slot forming part (Figure 3). If slant height is parallel to the axis x (Figure 2), the minimum angle determines from the simple trigonometric dependency.

Equations (2) are valid for lines, which contains optical axis of incident ray. During the calculation of critical incident angles there considers radius of real laser beam and increase minimal and decrease maximal angles correspondingly.

Heights h_1 and h_2 are technological dimensions and are selected for ensuring of ER shape support depending on the detail production material. For current investigation it was used construction alloy ENAW-2024; and heights h_1 and $(f-h_1)$ were selected in the range 2–4 mm.

Based on the mechanism of image processing at ellipsoidal photometry [32], the methodology of photometric image analysis during angular photometry by ellipsoidal reflector was improved. The processing scheme (Figure 4), except of region of interest and external ring A1, also contains ellipse of incident flux A2 and area of collimated reflection A3.

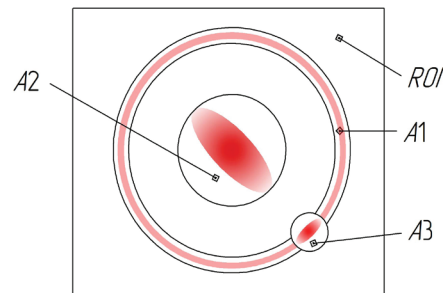


Figure 4 – The processing scheme of photometric images during angular photometry by ellipsoidal reflectors: ROI – region of interest; A1 – external ring; A2 – ellipse of incident flux; A3 – area of collimated reflection

The characteristic value for radiation flux distribution in each region of analysis is relative illuminance of the zone EA. It calculates as the ratio of total pixel brightness I_{pix} to the area of corresponding zone:

$$E_A = \frac{I_{pix}}{A}. \quad (3)$$

The area of the zone can be expressed by metric value as in [17, 22] or can be represented by total sum of pixels, which forms corresponding zone.

Result and discussion

As the object for investigation it was selected the muscle tissues of porcine (Type 1) and chicken (Type 2) of various thickness, optical

properties (Table) of which were determined similarly [20]. The tissue was separated perpendicularly to muscle tissues for providing of minimal divergences of anisotropy factor [33]. Further samples were preserved under normal conditions in 0.9 % solution of NaCl during 30 min.

The angular photometry by ellipsoidal reflector results (Figure 1) contain groups of photometric images (Figures 5, 6) for three wavelengths under different incident angles with the step 2.5°.

Table

Optical properties

Muscle tissue / optical properties	λ , nm	μ_a	μ_s	g
Type 1	405	2.06 ± 0.08	49.5 ± 3.5	0.964 ± 0.012
	532	1.93 ± 0.1	61.4 ± 4.9	0.966 ± 0.012
	650	1.88 ± 0.2	41.8 ± 4.7	0.973 ± 0.009
Type 2	405	1.01 ± 0.04	124.1 ± 10.2	0.958 ± 0.01
	532	0.74 ± 0.22	186.1 ± 12.6	0.958 ± 0.012
	650	0.78 ± 0.1	216.7 ± 16.1	0.965 ± 0.019

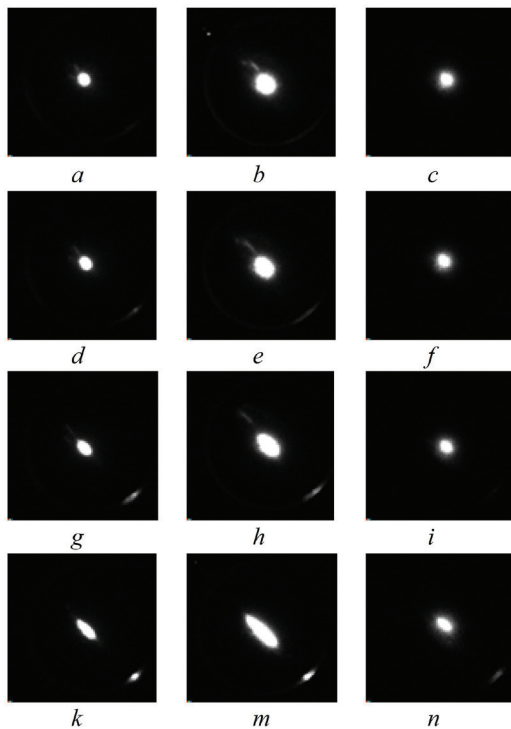


Figure 5 – Photometric images of backscattered light by Type 1 muscle tissue samples with the thickness 4.8 ± 0.21 mm at the wavelength 405 nm (*a, d, g, k*), 532 nm (*b, e, h, m*), 650 nm (*c, f, i, n*) under incident angles of laser beam: 30° (*a, b, c*), 40° (*d, e, f*), 50° (*g, h, i*), 60° (*k, m, n*) correspondingly

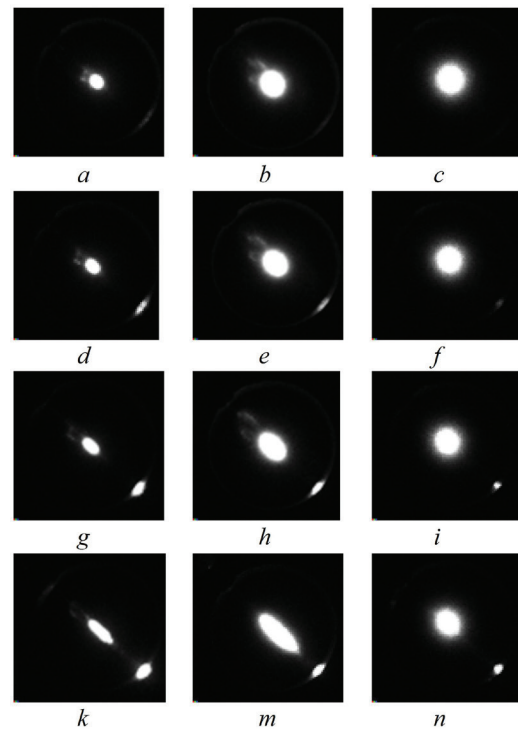


Figure 6 – Photometric images of backscattered light by Type 2 muscle tissue samples with the thickness 4.6 ± 0.27 mm at the wavelength 405 nm (*a, d, g, k*), 532 nm (*b, e, h, m*), 650 nm (*c, f, i, n*) under incident angles of laser beam: 30° (*a, b, c*), 40° (*d, e, f*), 50° (*g, h, i*), 60° (*k, m, n*) correspondingly

For the applied ellipsoidal reflector parameters (eccentricity $e = 0.6$, focal parameter $p = 18$ mm, and focal distance $f = 16.5$ mm) and laser beam of diameter 1 mm, the operational range of angle of incident ray equals to $12.5\text{--}62.5^\circ$.

Based on the received images for both samples of muscle tissues (porcine and chicken) at the wavelength 405 and 532 nm, the dynamic change of incident flux ellipse shape performs according to laws of geometric optics for reflecting surface. At the same time, the shape of spot of incident flux at the wavelength of 650 nm is close to elliptic only for big incident angles. This fact explains the dependency of backscattered radiation more from the optical properties (Table) inside the tissue itself then from the surface properties and sub-surface layers.

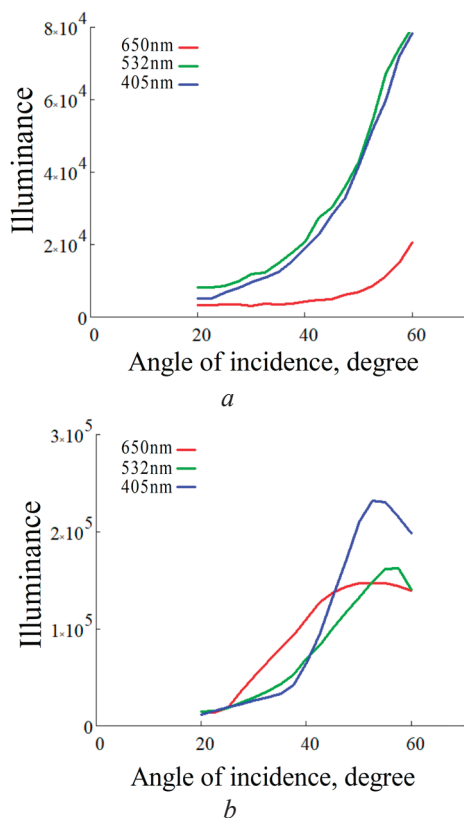


Figure 7 – Illuminance of area of collimated reflection for Type 1 (a) and Type 2 (b) samples of muscle tissues for wavelength 405 nm (blue line), 532 nm (green line), and 650 nm (red line)

Analysis of Figure 7a represent that collimated reflection at the wavelength 650 nm generate smaller illuminance of corresponding zone for Type 1 muscle tissue under all investigated angles of incident light. From the other side, the illuminance of the same zone for the chicken muscle tissue samples is significantly bigger comparing to illuminance on the wavelengths

405 nm and 532 nm in the range of incident angles $20\text{--}40^\circ$. Graphs for Type 2 tissues with the increasing of incidence angle continues to grow with different acceleration until reaching of definite angle. After increasing of that angle there occurs decline with different velocity. Authors explain this by the reaching of specific “critical” angle, under which in the ellipsoidal reflector there observes doubled reflection from the opposite side. Due to slot presence on this side, the radiation leaves the measuring core of photometer with ER. The absence of mentioned peak of illuminance for porcine muscle tissue indicates that it possibly present in the incident angles, which exceeds the working range of angles for mounted mirror ellipsoid of revolution (Figure 2). At the same time, characteristic view of graphs for both tissues proofs the relative interconnection between optical properties of muscle tissues in the defined wavelengths [7]. Note that in the current research there are specified results of angular photometry for thick muscle tissue samples. The efficiency of application of ellipsoidal reflector was proved only for maximum consolidation of reflected collimated flux. However, experiments proved the same efficiency for the sample thickness less than 1 mm. Also, we can receive the useful information from the component of external ring A2.

Conclusion

The specificities of angular photometry by ellipsoidal reflectors was investigated in the current research. Experiments was done for samples of both type of muscle tissue at wavelengths 405 nm, 532 nm, and 650 nm. The investigated method allows qualitative estimation of influence of internal or surface layers of biologic tissues optical properties on the light scattering under variable angles of incident radiation by the shape of zone of incident light. Illuminance of collimated reflection area for various wavelengths mutually correlates with the optical properties of biologic tissues. The determination of properties of such correlation refers to the creation of adequate interaction model of optical radiation with layers of biologic tissues, and boundaries of its distribution with correct consideration of parameters of laser radiation and incident angle.

References

1. Ghabara T. Study of the emissivity of rough surfaces periodic using the method of coupled waves

analysis (CWA) compared with method of geometrical optics approximation (GOA). *Natural Science*, 2011, no.3(01), pp. 57–64. **DOI:** 10.4236/ns.2011.31008

2. Nazarov Yu.F., Shkilko A.M., Tihonenko V.V., Kompaneec I.V. [Metals and alloys surface roughness investigation and control methods]. *Zhurnal fiziki i inzhenerii poverhnosti* [Journal of surface physics and engineering], 2007, no. 3–4(5), pp. 207–216 (in Russian).

3. Szewczenko J., Szewczenko J., Jaglarz J., Basiaga M., Kurzyk J., Paszenda Z. Optical methods applied in thickness and topography testing of passive layers on implantable titanium alloys. *Optica Applicata*, 2013, no. 1(43), pp. 173–180. **DOI:** 10.5277/oa130121

4. Feidenhans'l N.A., Hansen P.E., Pilny L., Madsen M.H., Bissacco G., Petersen J.C., Taboryski R.J. Comparison of optical methods for surface roughness characterization. *Measurement Science and Technology*, 2015, no. 8(26), pp. 085208.

DOI: 10.1088/0957-0233/26/8/085208

5. Svitashva S.N. Experimental Study of Polarization Properties of Rough Surface. *Electrical and Electronic Engineering*, 2012, no. 2(6), pp. 403–408.

DOI: 10.5923/j.eee.20120206.10

6. Tuchin V.V. *Opticheskaya biomeditsinskaya diagnostika v 2-h tomah*. [Optical biomedical diagnostics, In 2 parts. Part. 1]. Translated from English, Moscow: Physmathlit, 2007, 560 p.

7. Bashkatov A.N., Genina E.A., Tuchin V.V. Chapter 5. Tissue Optical Properties in Handbook of Biomedical Optics. *Taylor & Francis Group, LLC, CRC Press Inc.*, 2011, 37 p.

8. Tuan Vo-Dinh. Biomedical Photonics Handbook II Vol. USA: *CRC Press LLC*, 2003, 889 p.

9. Genina E. *Metody biofotoniki. Fototerapiya* [Methods of biophotonics: Phototherapy]. Saratov: Novyi Veter Publ., 2012, 119 p.

10. Litvinova K.S., Rafailov I.E., Dunaev A.V., Sokolovski S.G., Rafailov E.U. Non-invasive biomedical research and diagnostics enabled by innovative compact lasers. *Progress in Quantum Electronics*, 2017, vol. 56, pp. 1–14. **DOI:** 10.1016/j.pquantelec.2017.10.001

11. Rogatkin D.A., Lapaeva L.G. Prospects for Development of Noninvasive Spectrophotometric Medical Diagnosis. *Biomedical Engineering*, 2003, no. 4(37), pp. 217–222.

DOI: 10.1023/B:BIEN.0000003304.00591.e7

12. Rogatkin D.A., Lapaeva L.G., Bychenkov O.A., Tereshchenko S.G., Shumskii V.I. Principal sources of errors in noninvasive medical spectrophotometry. Part 1. Physicotechnical sources and factors of errors. *Measurement Techniques*, 2013, no. 2(56), pp. 201 – 210.

13. Liemert A., Kienle A. Comparison between radiative transfer theory and the simplified spherical harmonics approximation for a semi-infinite geometry.

Optics Letters, 2011, vol. 36, pp. 4041–4043.

DOI: 10.1364/OL.36.004041

14. Gantria M., Trabelsib H., Bensalahb R., Sediakia E. Solution of a Radiative Transfer Problem in a Biological Tissue. An Optical Tomography Model. *Proceedings of AIP Conference Proceedings* 935, 237, 2007. **DOI:** <https://doi.org/10.1063/1.2795420>

15. Pavlov S., Kozlovskaya T., Vaselenko V. *Optyko-elektronni zasoby diagnostuvannia patologii liudyny, pov'yazanyh iz peryferychnym krovoobigom. Monografiia* [Optoelectronic devices for the diagnosis of human pathologies associated with peripheral circulation: Monography]. Vinnytsia: VNTU, 2014, 140 p.

16. Zhao Y., Argyropoulos Ch., Hao Ya. Full-wave finite-difference time-domain simulation of electromagnetic cloaking structures. *Optics Express*, 2008, no. 16(9), pp. 6717–6730.

DOI: 10.1364/OE.16.006717

17. Karagounis G., De Zutter D., Vande Ginste D. Full-wave simulation of optical waveguides via truncation in the method of moments using PML absorbing boundary conditions. *Opt. Express*, 2016, no. 24(25), pp. 28326–28336. **DOI:** 10.1364/OE.24.028326

18. Lu Yu, Tian Ji., Cong W., Wang Ge, Yang W., Qin Ch., Xu M. Spectrally resolved bioluminescence tomography with adaptive finite element analysis: methodology and simulation. *Physics in Medicine and Biology*, 2007, no. 52(15), pp. 4497–4512.

DOI: 10.1088/0031-9155/52/15/009

19. Lapeer R.J., Gassona P.D., Karri V. Simulating plastic surgery: from human skin tensile tests, through hyperelastic finite element models to real-time haptics. *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 2010, no. 103(2–3), pp. 208–216.

DOI: 10.1016/j.pbiomolbio.2010.09.013

20. Bezuglaya N.V., Bezuglyi M.A., Chmyr Yu.V. Spatial fluxing biometry of environments by ellipsoidal reflectors. *Electronics and Communications*, 2014, no. 83(6), pp. 87–93. (in Ukrainian)

21. Bezuglyi M., Bezuglaya N., Viruchenko A. On the possibility of ellipsoidal photometry and Monte Carlo simulation to spatial analysis of biological media. *Proceedings of Electronics and nanotechnology ELNANO-2017*, 2017, pp. 321–325.

DOI: 10.1109/ELNANO.2017.7939771

22. Bezuglyi M.A., Bezuglaya N.V., Helich I.V. Ray tracing in ellipsoidal reflectors for optical biometry of media. *Appl Opt.*, 2017, no. 56(30), pp. 8520–8526.

DOI: 10.1364/AO.56.008520

23. Passos D., Hebden J.C., Pinto P.N., Guerra R. Tissue phantom for optical diagnostics based on a suspension of microspheres with a fractal size distribution. *Biomed. Opt.*, 2005, no. 10, pp. 1–11.

DOI: 10.1117/1.2139971

24. Jacques S.L. Optical properties of biological tissues: a review. *Phys. Med. Biol.*, 2013, no. 58, pp. R37–R61. **DOI:** 10.1088/0031-9155/58/11/R37
25. Hall G., Jacques S.L., Eliceiri K.W., Campagnola P.J. Goniometric measurements of thick tissue using Monte Carlo simulations to obtain the single scattering anisotropy coefficient. *Biomedical optics express*, 2012, no. 3(11), pp. 2707–2719.
DOI: 10.1364/BOE.3.002707
26. Robkamp D., Truffer F., Bolay S., Geiser M. Forward scattering measurement device with a high angular resolution. *Optics express*, 2007, no. 5, pp. 2683–2690. **DOI:** 10.1117/1.2139971
27. Volz Hans G. Hans Industrial Color Testing: Fundamentals and Techniques. 2nd Edition. *Wiley-VCH; 2nd Completely Revised edition*, 2002, 388 p.
28. Horibe T., Ishii K., Fukutomi D., Awazu K. Influence of diffuse reflectance measurement accuracy on the scattering coefficient in determination of optical properties with integrating sphere optics (a secondary publication). *Laser Ther*, 2015, vol. 24, no. 4, pp. 303–310.
DOI: 10.5978/islsm.15-OR-19
29. Vo-Dinh T. Biomedical Photonics Handbook II Vol. USA: *CRC Press LLC*, 2003, 300 p.
30. Ivanov Yu.S., Monsar O.A., Sinyavskiy I.I. *Vygotovlennia glybokoi asferyky traektornym kopiuvanniam ta ii zastosuvannia*. [Fabrication deep aspheric by trajectory copying and its applying]. Bulletin of NTUU “KPI”. Series instrument making, 2004, no. 28, pp. 24–28 (in Ukrainian).
31. Bezuglyi M.A., Linucheva O.V., Bezuglaya N.V., Byk M.V., Kostiuk S.A. *Kontrol formy elipsoidalnih reflektoriv biomedychnyh fotometriv* [Control of the ellipsoidal reflectors shape for biomedical photometers]. Research Bulletin of NTUU “KPI”, 2017, vol. 53, no. 1, pp. 62–69 (in Ukrainian).
32. Bezuglyi M., Bezuglaya N., Kuprii O., Yakovenko I. The non-invasive optical glucometer prototype with ellipsoidal reflectors. *Proc. in IEEE*, 2018, pp. 1–4.
DOI: 10.1109/RTUCON.2018.8659864
33. Bezuglaya N.V., Bezuglyi M.A. Spatial Photometry of Scattered Radiation by Biological Objects. *Proc. SPIE*, 2013, no. 9032-15, pp. Q1–Q5.
DOI: 10.1117/12.2044609

Measurements of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis

I.V. Gula, O.I. Polikarovskiykh, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk

*Khmelnitsky National University,
Instytutska str., 11, Khmelnitsky 29016, Ukraine*

Received 16.04.2019

Accepted for publication 05.06.2019

Abstract

The development of new methods and high-bit instruments for measuring phase shifts of high-frequency periodic signals with high speed for radar and radionavigation tasks is an actual task. The purpose of this work is to create a new phase shift meter for high-frequency periodic signals based on the double-matching method using direct digital frequency synthesis.

On the basis of the proposed mathematical model of phase shift measurements of periodic signals by the method of double coincidence using the statistical accumulation of pulse coincidences, a functional diagram of a digital phase shift meter of periodic signals using a direct digital frequency synthesizer is developed. This allowed the implementation of an 8-bit converter phase shift signal to the code on the programmed logic integrated circuit EPM240T100C5N firm *Altera*.

The digital phase shift meter of periodic signals based on the double-matching method consists of two comparators, two short-wave pulse generators, a direct digital frequency synthesizer, two pulse counter control circuits, two short pulse coincidence circuits, two pulse counting circuits, four clock counters, four registers, a microcontroller and an indicator. Block diagram of a double-matching digital phase meter using direct digital synthesizer use minimal hardware logic.

In the developed phase shift meter, due to the use of the double-matching method, the time delay between signals does not depend on the period of input signals and can be found when changing the frequency of periodic pulses in wide limits. Measurement errors will be determined mainly by the duration of the pulses of coincidence. The use of statistical accumulation of pulse coincidence in the basis of the work allowed eliminating the restrictions on the duration of pulses of known non-ionic meters.

On the basis of the obtained results, a high-bit converter of phase shifts of high-frequency periodic signals into a binary code with high speed for problems of industrial tomography, radar and radionavigation can be developed.

Keywords: the double coincidence method, nonius, measurement, phase shift meter, direct digital frequency synthesizer.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-169-177

Адрес для переписки:

И.В. Гула
Хмельницкий национальный университет,
ул. Институтская, 11, г. Хмельницкий 29016, Украина
e-mail: holmenetwork@gmail.com

Address for correspondence:

I.V. Gula
Khmelnitsky National University,
Instytutska str., 11, Khmelnitsky 29016, Ukraine
e-mail: holmenetwork@gmail.com

Для цитирования:

I.V. Gula, O.I. Polikarovskiykh, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk.

Measurement of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis.

Приборы и методы измерений.

2019. – Т. 10, № 2. – С. 169–177.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-169-177

For citation:

I.V. Gula, O.I. Polikarovskiykh, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk.

Measurement of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis.

Devices and Methods of Measurements.

2019, vol. 10, no. 2, pp. 169–177.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-169-177

Измерения фазовых сдвигов периодических сигналов с применением прямого цифрового синтеза

И.В. Гула, О.И. Поликардовских, К.Л. Горященко, Л.В. Карпова, В.М. Мельничук

Хмельницкий национальный университет,
ул. Институтская, 11, г. Хмельницкий 29016, Украина

Поступила 16.04.2019

Принята к печати 05.06.2019

Разработка новых методов и высокоразрядных средств измерения фазовых сдвигов высокочастотных периодических сигналов с высоким быстродействием для решения задач радиолокации, радионавигации является актуальной задачей. Целью данной работы являлось создание нового измерителя фазовых сдвигов высокочастотных периодических сигналов на основе метода двойного совпадения с использованием прямого цифрового синтеза частот.

На основе предложенной математической модели измерения фазовых сдвигов периодических сигналов методом двойного совпадения с использованием статистического накопления импульсов разработана функциональная схема цифрового измерителя фазовых сдвигов периодических сигналов с использованием прямого цифрового синтезатора частот. Это позволило реализовать 8-разрядный преобразователь фазового сдвига сигналов в код на программируемой логической интегральной схеме EPM240T100C5N фирмы Altera.

Цифровой измеритель фазовых сдвигов периодических сигналов на основе метода двойного совпадения состоит из: двух входных устройств, двух формирователей коротких импульсов, прямого цифрового синтезатора частоты, двух схем управления счетчиками импульсов, двух схем совпадений коротких импульсов, двух схем управления счетчиками импульсов, четырех счетчиков тактовых импульсов, четырех регистров, микроконтроллера и индикатора. Предложенная блок-схема реализации измерителя имеет минимальную аппаратную сложность.

За счет использования метода двойного совпадения временная задержка между сигналами не зависит от периода входных сигналов и может быть найдена при изменении частоты периодических импульсов в широких пределах. Погрешности измерения будут определяться в основном только длительностью импульсов совпадений. Использование в основе работы статистического накопления импульсов позволило устранить ограничения на длительность импульсов известных нониусных измерителей.

На основе полученных результатов исследования разработан высокоразрядный преобразователь фазовых сдвигов высокочастотных периодических сигналов в двоичный код с высоким быстродействием для задач радиолокации и радионавигации.

Ключевые слова: метод двойного совпадения, нониус, измерение, измеритель сдвига фазы, прямой цифровой синтезатор частоты.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-169-177

Адрес для переписки:

И.В. Гула
Хмельницкий национальный университет,
ул. Институтская, 11, г. Хмельницкий 29016, Украина
e-mail: holmenetwork@gmail.com

Address for correspondence:

I.V. Gula
Khmelnytsky National University,
Institututska str., 11, Khmelnytsky 29016, Ukraine
e-mail: holmenetwork@gmail.com

Для цитирования:

I.V. Gula, O.I. Polikarovskiykh, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk.

Measurement of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis.

Приборы и методы измерений.

2019. – Т. 10, № 2. – С. 169–177.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-169-177

For citation:

I.V. Gula, O.I. Polikarovskiykh, K.L. Horiashchenko, L.V. Karpova, V.M. Melnychuk.

Measurement of Periodic Signals Phase Shifts with Application of Direct Digital Synthesis.

Devices and Methods of Measurements.

2019, vol. 10, no. 2, pp. 169–177.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-169-177

Introduction

In modern measuring devices, different methods of phase determination are used, such as: electron-counting method for determining the phase shift of signals without frequency conversion (at frequency up to 1 MHz), with frequency conversion (at frequencies above 1 MHz), non-linear measurement methods (single and multiple). The electronic-counting method has a number of shortcomings: with increased accuracy, the requirements for the speed of the elements of the circuit (in particular, pulse counters) are sharply increasing, and the measuring time is also increasing. The use of non-native methods of measurement allows partial elimination of this measurement problem.

Non-native methods can improve the accuracy of measuring phase shifts of signals using the same element base. In addition, the nonius method allows for high accuracy of measurement when using reference frequencies close to the incoming signal frequencies. Application of the principle of non-dimensional measurements can significantly reduce the duration of one measurement cycle.

In recent years widespread use has been made of nonius methods of measurement. They are used in the construction of the time-to-digital converter [1], distance meters [2], radio frequency identification sensors, as well as phase shift meters [3]. The use of nonius methods of measurement allows to partially eliminate the shortcomings of the electron-counting method of measuring phase shifts of signals. Nonius methods allow increasing the accuracy of measurement of phase shifts of periodic signals using the same elemental base. In addition, the nonius method allows for high accuracy of measurement when using reference frequencies close to the input signal frequencies [4].

Nonius methods have certain limitations associated with the need to change the duration of pulses when the frequency of input signals changes, to provide the required measurement accuracy. That is, with the increase in the frequency of input signals, it is necessary to reduce the duration of the pulses of the reference frequency, which makes it difficult to use these methods at high frequencies. In this case, it is necessary to form impulses of nanoseconds and picoseconds duration. Ensuring the stability of the duration of these impulses is difficult enough to implement hardware [5].

The measured signal is usually sufficiently long. During this time there can be hundreds

and thousands of its periods. At the same time, the parameters of this signal remain stable during the measurement. Nonius method uses the first two coincidences that occupy a small part of the time interval, which decreases with increasing frequency. Further increase in frequency leads to the need to use shorter pulses, hardware to create difficult to ensure repeatability of their characteristics. The time increment of the measurement scale of the non-native method should decrease in proportion to the reduction of the measured signal period. And the number of samples for this scale is limited by the speed of the nonius meter. The aim of the work is to develop a method for measuring phase shift and its practical implementation, using more than two coincidences.

To eliminate the restrictions on the duration of impulses of known nonunique methods, a method of measurement is proposed based on a double match with the statistical accumulation of the number of pulses per cycle of measurement.

Main part

Let's consider a single nonius method, which consists of measuring the number of non-null pulses from the moment the input signal is received and to the first coincidence of the main and non-negative signals [6]. The accuracy of the method depends on the duration of the nonius signal pulses. The main node of the nonius phase meter is the impulse generator of the nonius sequence. The task of which consists in forming a sequence of impulses, duration τ and period T the following of which must be in a certain way connected with the period of following of the impulses of the test signal:

$$\tau = \frac{1}{36 \cdot 10^k} T_x, \quad (1)$$

and a reiteration period:

$$T = \left(1 - \frac{1}{36 \cdot 10^k}\right) T_x, \quad (2)$$

where k – the coefficient is selected based on the specified measurement accuracy: with accuracy 1° $k = 1$; with accuracy $0,1^\circ$ $k = 2$; with accuracy $0,01^\circ$ $k = 3$; T, T_x – periods of the reference and input signals.

To obtain a phase shift counting directly in radians, the shaper must produce a series of pulses of duration:

$$\tau = \frac{1}{2\pi \cdot 10^k} T_x,$$

with a reiteration period:

$$T = \left(1 - \frac{1}{2\pi \cdot 10^k}\right) T_x.$$

In nonius meters, the increase in accuracy by several orders of magnitude leads to an increase in measurement time. There are also high demands on the stability of the formation of the period of the reference and nonius sequences, due to the accumulation of errors in the measurement process due to the addition over time of the duration of separate periods.

The elimination of some of the deficiencies of the nonius method is carried out by applying the method of multiple nonius. The method involves the use of several nonius scales in the conversion process (one for each rated discharge or group of discharges) and is implemented in two ways. The first way is characterized by the fact that all the nonius scales are compared with another reference scale. The second way of implementing the method of multiple nonius is associated with the use of the preliminary transformation stage at each subsequent stage as a reference nonius scale.

When measuring phase shifts of signals by the multiple-noniis method, the memory device reproduces a time interval proportional to the phase shift angle. For example, taking into account expressions (1) and (2) for 3 digits, the system of equations will be:

$$\begin{aligned} T_1 &= \frac{26}{36} T_x; T_2 = \frac{35}{36} T_x; T_3 = \frac{35,9}{36} T_x, \\ \tau_1 &= \frac{10}{36} T_x; \tau_2 = \frac{1}{36} T_x; \tau_3 = \frac{1}{360} T_x \end{aligned} \quad (3)$$

where T_x – period of input signal; T_1, T_2, T_3 – periods of reference signals; τ_1, τ_2, τ_3 – pulse durations.

In this case, the readings counter of senior level will be calculated in hundreds of degrees, the second level – in tens of degrees; third level – units of degrees, etc.

From (3) it can be seen that the hardware complexity of this method increases significantly, the number of generators and pulse shapers increases. For each discharge need one nonius sequence generator and pulse generator.

In the method of multiple nonius, the performance of the meter is improved, its dynamic characteristics are improved compared with the single nonius method.

Resolution in nonius methods is defined by the following expression:

$$\delta_\phi = \frac{360 \cdot \Delta\tau}{T_x} = 360 \cdot \Delta\tau \cdot f_x, \quad (4)$$

where $\Delta\tau = |T_x - T_0|$ – the ratio between the periods of the input and reference signals; f_x – input signals frequency.

Expression (4) indicates a problem with high-frequency phase angle meters. With an increase in input frequency, the decrease $\Delta\tau$ with a constant value δ_ϕ is inevitable. But decrease $\Delta\tau$ requires the use of high-speed and highly stable digital components. That is, the decrease $\Delta\tau$ leads to a decrease in the duration of the coincidence pulses. So, in the scheme of coincidence all shorter coincidence impulses should be formed.

The duration of the coincidence pulses in the nonius methods is determined from the expression:

$$\tau = |T_x - T_0|. \quad (5)$$

Expression (5) determines that the pulse duration must be equal to the difference between the periods of the input and reference signals. According to the increasing frequency of the input signals, the duration of the coincidence pulses should be reduced.

Table 1 shows the values of the pulse duration τ , which is necessary to provide the necessary resolution at different frequencies, according to expressions (1), (2).

Table 1

Pulse duration using the nonius methods

Frequency	Duration of coincidence pulses (seconds) with a minimum error, measuring the angle of the phase shift (degrees)			
	To 1°	To 0,1°	To 0,01°	To 0,001°
1 kHz	3×10^{-6}	3×10^{-7}	3×10^{-8}	3×10^{-9}
10 kHz	3×10^{-7}	3×10^{-8}	3×10^{-9}	3×10^{-10}
100 kHz	3×10^{-8}	3×10^{-9}	3×10^{-10}	3×10^{-11}
500 kHz	3×10^{-9}	3×10^{-10}	3×10^{-11}	3×10^{-12}
1 MHz	3×10^{-9}	3×10^{-10}	3×10^{-11}	3×10^{-12}
10 MHz	3×10^{-10}	3×10^{-11}	3×10^{-12}	3×10^{-13}

Table 1 shows that in nonius methods, the principled problem is that with the increase in the frequency of input signals, we need to generate pulses of shorter duration to provide the required resolution. That is, with the increase in the frequency of input signals, it is necessary to reduce the duration of the pulses of the reference frequency, which makes it difficult to use these methods at high frequencies.

Solution

In order to eliminate the disadvantages of nonius methods [4–8] due to the necessity of using the minimum duration pulses, it was suggested to use the method of double coincidence with the statistical

accumulation of pulses, which made it possible to increase the accuracy of determining the phase shift angle in the larger frequency range by achieving a smaller equivalent pulse duration with an acceptable measurement time.

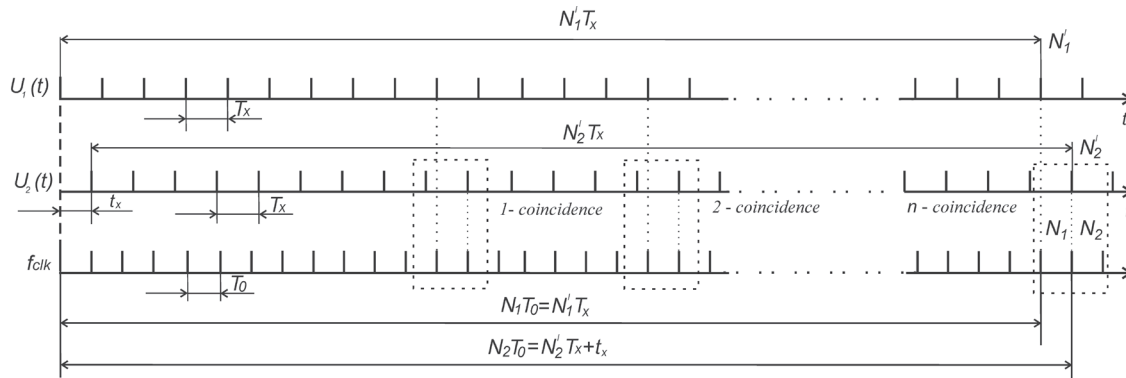


Figure 1 – Time charts of the double-matching method with the statistical accumulation of pulses

The method of double coincidence can be measured phase shift φ_x (Figure 1), that is, an equivalent interval t_x , to which the two periodic pulse sequences with a period are shifted T_x .

Expression for measuring the time interval t_x double-matching method:

$$t_x = \left(\frac{N_1' N_2 - N_2' N_1}{N_1'} \right) \cdot T_0, \quad (6)$$

where N_1 – the first periodic sequence of pulses with a period T_0 ; N_2 – second periodic sequence of pulses with a period T_0 ; N_1' – the first periodic sequence of pulses with a period T_x ; N_2' – second periodic sequence of pulses with a period T_x .

Analysis (6) shows that t_x does not depend on T_x . So, the time interval can be found when changing the frequency of periodic pulses in wide limits. Measurement errors will be determined mainly by the duration of the pulses τ .

In the general case, the phase shift φ of the signals is determined:

$$\varphi_x = \frac{\tau}{T} \cdot 360^\circ. \quad (7)$$

In expression (7), unknown is only τ is the time interval between the moments when the signals are in identical phases. In order to measure the phase by the proposed method, it is only necessary to determine τ , in our case it is identical t_x – the interval on which the shifted two periodic pulse sequences are shifted. That is, $\tau = t_x$.

The expression for measuring the phase shift of the signal by the proposed method will have the form:

$$\varphi_x = \left(\frac{N_1' N_2 - N_2' N_1}{N_1'} \right) \cdot 360^\circ. \quad (8)$$

The main advantages of the double-matching method are to increase the accuracy of the measurement in comparison with the nonius methods due to the almost complete elimination of the sampling error (methodical error).

Additional sources of errors arise due to incomplete coincidence (partial overlapping) of pulses in the coincidence scheme, duration and form of countable impulses.

The use of statistical accumulation of pulses allows us to use impulses of longer duration than in nonius methods of measurement, under fulfilling the condition:

$$\tau_{\text{coincidence}} \geq \tau, \quad (9)$$

where $\tau_{\text{coincidence}}$ – duration of pulses in the method of double coincidence with the statistical accumulation of pulses; τ – duration of impulses in nonius methods.

The pulse duration for the double-matching method with the statistical accumulation of the pulses will be determined by the expression:

$$\frac{T_x}{2} > \tau_{\text{coincidence}} \geq \frac{T_x}{36 \cdot 10^k}, \quad (10)$$

where T_x – input signal period (Figure 1).

The analysis of expressions (9), (10) shows that the method of double matching with the statistical accumulation of pulses provides the possibility of setting the pulse duration in a sufficiently wide range. That is, it allows you to use constant pulse duration over a wide range of input frequencies. And since there is a multiplicity of coincidences, the effective duration of the coincidence pulses begins to decrease in the number of times of coincidences:

$$\tau_e = \frac{\tau_{\text{coincidence}}}{n},$$

where n – number of matches.

When growing $n \rightarrow \infty$, $\tau_{\text{coincidence}} \rightarrow 0$, and taking into account expression (4), the potential error of measurement of the phase shift angle also tends to zero. From a practical point of view it is clear that achievement $n \rightarrow \infty$ it will take an infinitely long time, it is impractical.

The measurement time can be determined as:

$$t = n \cdot t_{\text{coincidence}},$$

where $t_{\text{coincidence}}$ – time between matches.

Table 2 shows the pulse duration values using the double-matching method with the statistical accumulation of pulses, expressions (9), (10).

Table 2
Duration of pulses using a double-matching method with the statistical accumulation of pulses

Frequency	Duration of pulses of coincidence (seconds) with a minimum error of measurement of the angle of the phase shift (degrees)			
	To 1°	To 0,1°	To 0,01°	To 0,001°
1 kHz	$\geq 3 \times 10^{-9}$			
10 kHz	$\geq 3 \times 10^{-9}$			$\geq 3 \times 10^{-9}$
100 kHz	$\geq 3 \times 10^{-9}$		$\geq 3 \times 10^{-9}$	
500 kHz	$\geq 3 \times 10^{-9}$	$\geq 3 \times 10^{-9}$		
1 MHz	$\geq 3 \times 10^{-9}$	$\geq 3 \times 10^{-9}$		
10 MHz	$\geq 3 \times 10^{-9}$	$\geq 3 \times 10^{-9}$		

Table 2 shows that pulses of greater duration (10) can be used in the double-matching method at the same frequencies and resolution, as in nonius methods, due to the statistical accumulation of pulses. The method of double matching with the statistical accumulation of pulses allows measuring phase shifts of signals in higher frequency bands.

On the basis of the mathematical model (8, 10), the structure of the double-matching digital phase meter with the use of direct digital synthesizer (DDS) has been developed, see Figure 2:

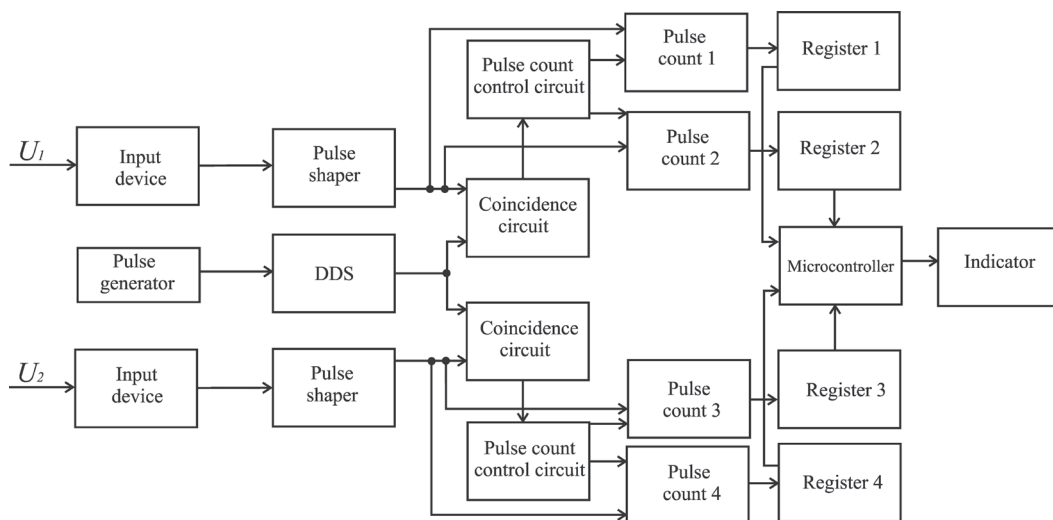


Figure 2 – Block diagram of a double-matching digital phase meter using direct digital synthesizer

The digital phase meter consists of the following blocks: two input devices that receive signals of the form $U_1 \cos(\omega t)$ and $U_2 \cos(\omega t + \phi)$, the phase shift between which it is necessary to measure, two pulse shapers, two pulse count control circuits, two coincidence circuits, four counters pulses, four registers, pulse generator, DDS, microcontroller and indicator.

One input device used as source of reference input signal for measurer, and another used as source of signal to be measured. Each of pulse shapers are independent devices. Main purpose of shaper is generating pulses with stable and repeated in time parameters – width, rising and falling edges. Each shaper can be as integrated part of input device.

Pulse generator as reference source for DDS with DDS gives us wide-range generator with fast and reliable software control. This DDS allows us to have stable source of reference pulses for coincidence procedure itself.

As we can see from Figure 2, double-matching digital phase meter use two similar but independent parts – upside part consist of Pulse counter 1 and Pulse counter 2, Register 1 and 2. And downside part consist of Pulse counter 3 and Pulse counter 4, Register 3 and 4. From the values of Register 1, Register 2, Register 3 and Register 4 with use (8), Microcontroller take decision about which input device is used as reference $U_1 \cos(\omega t)$. Block diagram of a double-matching digital phase meter using DDS shown in Figure 2 use minimal hardware logic.

Timing diagrams of the operation of the phase meter are shown in Figure 3:

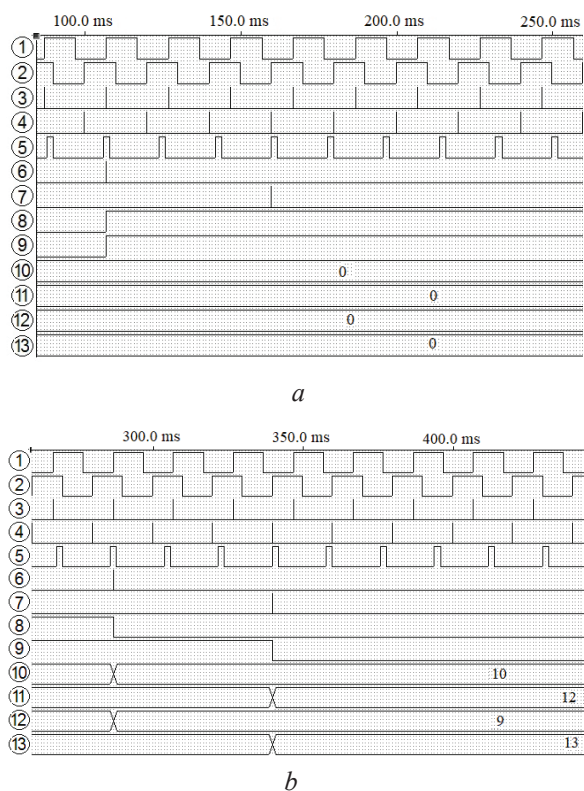


Figure 3 – Timing diagrams of the operation of the phase meter: *a* – start of measurement; *b* – completion of the measurement

The method of measuring the phase (Figure 3), which is realized by the proposed structural scheme, is as follows. In input devices, analog input signals are converted to digital signals of a rectangular shape (diagrams 1, 2) with preservation of the frequency and phase relations between them. Shaper pulses convert rectangular waveforms into

short pulses (diagrams 3, 4). The coded frequency synthesizer generates a reference signal (diagram 5). The synthesizer is based on a phase accumulator in a non-positional system of numbers [9, 10]. The impulses of the two input sequences are compared to the signal that forms the DDS. At the output of the coincidence schemes, we get short coincidence impulses (diagrams 6, 7). Further, the coincidence pulses enter the pulse count control circuitry, which form the control signals for the start and end of the count (Figure 8, 9). Four pulse counters count the values of the numbers N_1, N_1', N_2, N_2' . The calculated pulses are then written to the data registers (diagrams 10–13), the microcontroller reads the data from the registers, calculates the phase shift values according to (10), and outputs the value of the phase shift angle on the indicator. The process of calculating pulses of coincidence cyclically repeats itself.

The simulation of the proposed structure of the digital phase meter in the MAX + PLUS II BASELINE software v10.0 from the Altera company was carried out. On the basis of which the analytical expression of the absolute error is established:

$$\Delta\varphi = \left[\frac{(T_x - T_0) \cdot 2\pi n}{T_x} \right].$$

In Figure 4 shows the graph of the absolute error of time variation at 10 MHz for the coincidence pulse duration – 3ns, 5ns.

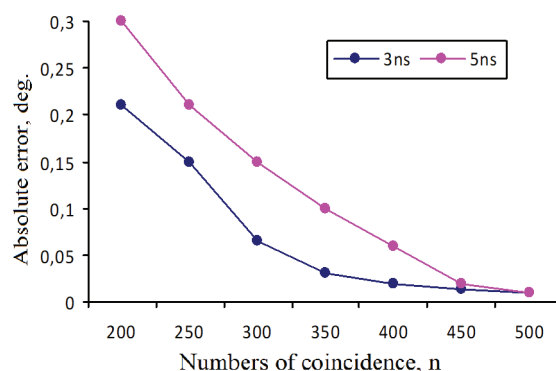


Figure 4 – Change of absolute error in time depending on pulse duration at frequency 10 MHz

As can be seen from Figure 4 that for different values of the duration of the coincidence pulses we have different values of absolute error at the beginning of the measurement, but with increasing number of coincidences, the results of the measurement approach to its true value. When using 200 matches, the absolute error reaches: pulse widths 3 ns – 0.21°, 5 ns – 0.3°. When using 300 matches: pulse duration

3 ns – 0.065°, 5 ns – 0.15°. When using 400 matches: pulse duration 3 ns – 0.02°, 5 ns – 0.06°. But, if using 500 coincidences for the duration of pulses of 3 ns and 5 ns of pulses, the absolute error was 0.01°.

Due to the instability of the input signals frequency, false coincidences may occur. In nonius methods this can lead to a gross error in the operation of the device. From expression (8) it can be seen that the counters can calculate how much one pulse is greater or less. In Figure 5 shows the dependence of absolute error on the presence of false coincidences using the double-matching method with the statistical accumulation of impulses:

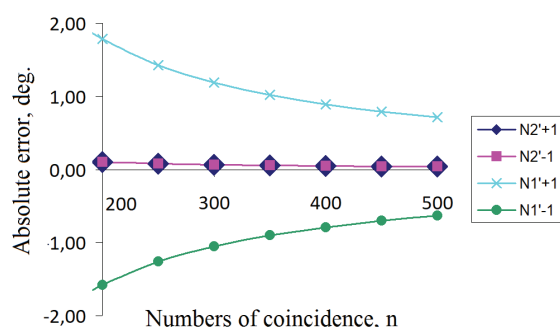


Figure 5 – Change of absolute error in time depending on the number of false coincidences at a frequency of frequency 10 MHz

The method of double matching allows us to eliminate the problem associated with a false coincidence of impulses (Figure 5), which may arise due to the instability of the input signal frequency. That is, due to the accumulation of measurement results with an increase in the number of coincidences, the absolute error of measurement is reduced.

Conclusion

As a result of the analysis of nonlinear methods for measuring phase shifts of signals, it has been established that the existing methods do not allow to solve the problem of precision increase in the phase meter devices at high frequencies effectively. For nonius methods, this is due to the need to reduce the duration of pulses with an increasing frequency of input signals and high requirements for the stability of the formation of periods of input and reference signals. In order to improve the accuracy and eliminate the defects of nonius meters, it is suggested that the authors use the method of double coincidence with the statistical accumulation of impulses.

The application of the double-coincidence method with the statistical accumulation of pulses solves the fundamental problem of nonius methods of measurement associated with the need to apply pulses of different durations with the simultaneous synchronization of the inclusion generators of nonius sequences. The method of double matching gives the opportunity to eliminate the fundamental limitation of nonius methods for the duration of coincidence pulses at high frequencies. The application of the statistical accumulation of coincidences pulses gives the possibility to generate pulse duration more than in nonius methods of measurements. This allows the use of continuous pulse generators regardless of the frequency of the input signals and measure phase shifts of signals over a wide frequency range using a single of Direct Digital Synthesizer to form reference signals. Due to the statistical accumulation of coincidence of pulses, the error of determining the angles of phase shift decreases due to the instability of the frequency of the reference and input signals. This method allows obtaining approximate phase shift values to complete the complete measurement cycle by using the statistical accumulation of pulse coincidences and reducing the equivalent pulse duration. On the basis of the method of double matching with the statistical accumulation of pulses, a structural diagram of an automated phase signal meter is developed. The 8-bit phase shift converter between the harmonic signals in the code is developed. The scheme is based on Altera's high-speed programmable logic EPM240T100C5N.

References

1. Henzler S. Time-to-Digital Converters. Springer, 2010, p. 124. DOI: 10.1007/978-90-481-8628-0
2. Jimenez-Irastorza A., Sevillano J., Arizti F., Berenguer R., Rebollo I. Nonius based time-to-digital converter for low-power RFID sensory systems. RFID Technologies and Applications (RFID-TA), *IEEE International Conference on*, 15–16 Sept. 2011, pp. 20–26. DOI: 10.1109/RFID-TA.2011.6068610
3. Jimenez-Irastorza A., Beriain A., Sevillano J.F., Rebollo I., Berenguer R. A 0.6V and 0.53μW Nonius TDC for a Passive UHF RFID Pressure Sensor Tag, in RFID Technologies and Applications (RFID-TA), 2012 IEEE International Conference on, 5–7 Nov. 2012, pp. 216–221. DOI: 10.1109/RFID-TA.2012.6404516
4. Lee Ke-Yu, Huang Chih-Feng, Huang Sin-San, Huang Ke-Nung, Young Ming-Shing. A High-Resolution Ultrasonic Distance Measurement System Using Nonius Caliper Phase Meter. *IEEE Transactions on*

Instrumentation and Measurement, 2012, vol. 61, iss. 11, pp. 2924–2931. **DOI:** 10.1109/TIM.2012.2203871

5. Miao M., Zhou W., Wang B. Application of length Nonius in phase coincidence detection and precision frequency measurement. *Rev. Sci. Instrum.*, 2012, vol. 83, pp. 024706. **DOI:** 10.1063/1.3678343

6. Wenzler Axel, Steinlechner Siegbert. Nonlinear processing of n-dimensional phase signals. IEEE International Symposium on Circuits and Systems. *Proceedings*, 26–29 May 2002, pp. I-805–I-808.

DOI: 10.1109/ISCAS.2002.1009963

7. Dong Shaofeng, Zhou Wei, Du Baoqiang, Changzhe Jiao. Ultra-high Resolution Phase Difference Measurement Method. *IEEE International Frequency Control Symposium Proceedings*, 21–24 May, 2012.

DOI: 10.1109/FCS.2012.6243646

8. Jin Yuzhen, Xuan Zongqiang, Fuming Wang. A new method to eliminate dead zone of phase-comparison

instruments adjacent to 0° and 360°. International Conference on Advances in Mechanical Engineering and Industrial Informatics, 2015, pp. 527–531.

9. Polikarovskiyh Oleksiy, Kovtun Lydmila, Karpova Lesya, Gula Igor. New Phase Accumulator for Direct Digital Frequency Synthesizer. 2018 International Scientific-Practical Conference Problems of Infocommunications. *Science and Technology (PIC S&T)*, 9–12 Oct. 2018, pp. 51–54.

DOI: 10.1109/INFOCOMMST.2018.8632148

10. Polikarovskiyh Oleksiy, Kovtun Lydmila, Karpova Lesya, Gula Igor. Method for correcting the time position of pulses in direct digital synthesizers of frequencies. 14th International Conference on Advanced Trends in Radioelectronics, Telecommunications and Computer Engineering, TCSET 2018 – Proceedings 2018-April, pp. 1209–1212.

DOI: 10.1109/TCSET.2018.8336412

УДК 621.396.96

Спектральный метод измерения изменений временных интервалов между периодическими последовательностями импульсов

А.А. Шейников¹, А.В. Исаев², В.В. Зеленко², Ю.В. Суходолов²

¹Военная академия Республики Беларусь,
пр. Независимости, 220, г. Минск 220057, Беларусь

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

Поступила 11.02.2019

Принята к печати 29.05.2019

Методы измерений времени задержки между периодическими последовательностями импульсов основаны в большинстве своем на непосредственном измерении рассматриваемого параметра. Главным недостатком такого подхода является трудность обеспечения точности измерений в условиях шумов. Целью данной работы являлась разработка метода, обеспечивающего возможность точного измерения малых изменений временных интервалов, основанного на анализе динамических свойств спектра суммы задержанных измерительных сигналов.

Суть разработанного метода заключается в замене малочувствительной регистрации изменений времени задержки между периодическими последовательностями импульсов, регистрацией изменений параметров характерных гармонических составляющих спектра результирующей суммы этих сигналов. При этом в рассмотрение принимались только те гармонические составляющие, которые обладают максимальной чувствительностью к отклонениям времени задержки и минимальной чувствительностью к некоррелированным изменениям параметров сигналов. Для достижения максимального эффекта исследовалось влияние формы импульсов периодических последовательностей на точность измерений. При этом за базовую принималась трапециевидная форма импульсов – как наиболее общая, в которую могут перерождаться все остальные формы импульсов (треугольная, прямоугольная, синусоидальная и т. д.).

Результаты расчетов показали эффективность применения предлагаемого метода с целью снижения погрешности измерений малых изменений интервалов времени. При этом коэффициент ослабления погрешности по сравнению с существующим методом измерения составил $K_{\text{ве}} = 4,78$.

Использование предложенного подхода открывает возможность совершенствования алгоритмического обеспечения средств измерений в целях их автоматизации и увеличения точности измерений.

Ключевые слова: периодическая последовательность импульсов, измерительный сигнал, гармонические составляющие спектра, время задержки.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-178-184

Адрес для переписки:

А.А. Шейников
Военная академия Республики Беларусь,
пр. Независимости, 220, г. Минск 220057, Беларусь
e-mail: af.varb@yandex.ru

Address for correspondence:

A.A. Sheinikov
Military Academy of the Republic of Belarus,
Nezavisimosty Ave., 220, Minsk 220057, Belarus
e-mail: af.varb@yandex.ru

Для цитирования:

А.А. Шейников, А.В. Исаев, В.В. Зеленко, Ю.В. Суходолов.
Спектральный метод измерения изменений временных интервалов между периодическими последовательностями импульсов.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 178–184.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-178-184

For citation:

A.A. Sheinikov, A.V. Isaev, V.V. Zelenko, Yu.V. Sukhodolov.
[Spectral Method of Measuring of Changes in Time Intervals between Periodic Pulse Sequences].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 178–184.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-178-184

Spectral Method of Measuring of Changes in Time Intervals between Periodic Pulse Sequences

A.A. Sheinikov¹, A.V. Isaev², V.V. Zelenko², Yu.V. Sukhodolov²

¹Military Academy of the Republic of Belarus,
Nezavisimosty Ave., 220, Minsk 220057, Belarus

²Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus

Received 11.02.2019

Accepted for publication 29.05.2019

Abstract

Methods of measuring delay time between periodic sequences of pulses are mostly based on the considered parameter direct measurement. The main disadvantage of this approach is the difficulty of ensuring the measurements accuracy in the noise conditions. The aim of this work was to develop a method that provides the ability to accurately measure small changes in time intervals, based on the analysis of the dynamic properties of the spectrum of the delayed measurement signals sum.

The developed method essence is to replace the insensitive registration of changes in the delay time between periodic pulses sequences, registration of changes in the parameters of the characteristic harmonic components of the spectrum of the resulting sum of these signals. In this case, only those harmonic components were taken into consideration that have a maximum sensitivity to delay time deviations and a minimum sensitivity to uncorrelated signal parameters changes.

To achieve the maximum effect, the influence of the pulse shape of periodic sequences on the measurement accuracy was investigated. Moreover, the trapezoidal form of impulses was taken as the basic - as the most common, into which all other forms of impulses can be reborn (triangular, rectangular, sinusoidal, etc.).

The calculation results showed the effectiveness of the proposed method in order to reduce the measurement error of small changes in time intervals. In this case, the attenuation error coefficient compared with the existing measurement method amounted to $K_{we} = 4,78$. Using the proposed approach opens up the possibility of improving the algorithmic support of measuring instruments in order to automate them and increase the measurements accuracy.

Keywords: periodic pulse sequence, measuring signal, spectrum harmonic components, delay time.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-178-184

Адрес для переписки:

А.А. Шейников
Военная академия Республики Беларусь,
пр. Независимости, 220, г. Минск 220057, Беларусь
e-mail: af.varb@yandex.ru

Address for correspondence:

A.A. Sheinikov
Military Academy of the Republic of Belarus,
Nezavisimosty Ave., 220, Minsk 220057, Belarus
e-mail: af.varb@yandex.ru

Для цитирования:

А.А. Шейников, А.В. Исаев, В.В. Зеленко, Ю.В. Суходолов.
Спектральный метод измерения изменений временных интервалов
между периодическими последовательностями импульсов.
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 178–184.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-178-184

For citation:

A.A. Sheinikov, A.V. Isaev, V.V. Zelenko, Yu.V. Sukhodolov.
[Spectral Method of Measuring of Changes in Time Intervals between
Periodic Pulse Sequences].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 178–184 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-178-184

Введение

Трудность обеспечения высокой стабильности работы генерирующей аппаратуры обуславливает флуктуацию параметров измерительных сигналов в некоторых пределах с течением времени [1]. Сами же сигналы при этом можно считать динамическими, что предусматривает их анализ как во временной, так и в частотной областях. Наблюдение формы импульсов осуществляется во временной области (с помощью осциллографа), тогда как в частотной области изучают спектральный состав сигналов (с помощью спектроанализаторов) [2]. Однако на сегодняшний день известные методы позволяют проводить измерение временных интервалов между периодическими последовательностями импульсов в основном во временной области, а точность этих методов в некоторых случаях не достаточна для решения измерительных задач. Так, например, трудности возникают при измерении изменений временных параметров сигналов за малый интервал времени, величина которого не превышает порога дискретизации цифровых средств измерения.

В этих условиях целесообразной является разработка метода измерения временных интервалов между периодическими последовательностями импульсов путем анализа в частотной области, позволяющего с достаточной для практики точностью оценивать их изменения во времени.

В настоящее время различают две основные группы методов измерения временных интервалов: осциллографические, электронно-счетные [3]. К осциллографическим методам измерения временных интервалов относятся методы с линейной разверткой и со спиральной разверткой [4]. Основными недостатками этих методов являются: невозможность регистрации малых изменений временных интервалов и невозможность обеспечения автоматизации измерений. К электронно-счетным методам измерения временных интервалов относятся: метод последовательного счета, метод задержанных совпадений, нониусный метод, метод преобразования время-амплитуда и метод преобразования масштаба времени (цифровой метод) [5–8]. Основными недостатками электронно-счетных методов являются: сложность измерения временных интервалов, меньших чем период квантования, необходимость обеспечения высокой стабильности работы электронных элементов источника сигналов для обеспечения точности измерений, большая инерционность

измерений, сложность регистрации малых изменений временных интервалов. Из проведенного анализа следует, что основным общим недостатком существующих методов измерения временных интервалов является невозможность определения малых изменений временных интервалов. Целью работы являлась разработка метода, обеспечивающего возможность точного измерения малых изменений временных интервалов, основанного на анализе динамических свойств спектра суммы задержанных измерительных сигналов.

Основная часть

В большинстве рассмотренных методов измерения временных интервалов в качестве базовой формы импульсов используется прямоугольная форма. Однако в реальности, из-за особенностей работы генерирующей аппаратуры, измерительные импульсы имеют фронты. Наличие этих фронтов обуславливает погрешность, значение которой может достигать достаточно большой величины, особенно если длительность фронта импульса соизмерима с длиной измеряемого временного интервала. Очевидно, что для снижения погрешности измерений следует учитывать эту особенность и рассматривать при расчетах измерительные импульсы в общем случае как импульсы трапециевидной формы. При этом, трапециевидный импульс может быть представлен как результирующая сумма задержанных и урезанных по времени прямоугольных, треугольных или синусоидальных импульсов (рисунок 1).

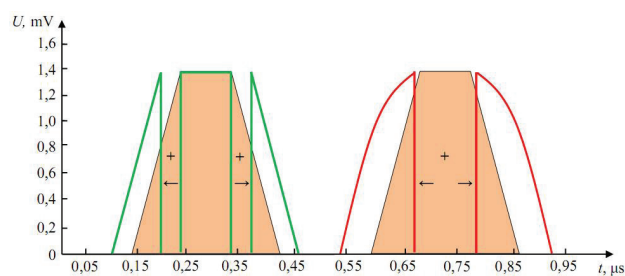


Рисунок 1 – Разделение трапециевидного импульса на импульсы треугольной, прямоугольной и синусоидальной формы

Figure 1 – Trapezoidal pulse separation into triangular, rectangular and sinusoidal pulses

Кроме того, изменяя угол наклона фронтов трапециевидного импульса, можно получить импульсы треугольной и прямоугольной формы, а изменяя кривизну фронтов – импульсы синусоидальной и другой формы (рисунок 2).

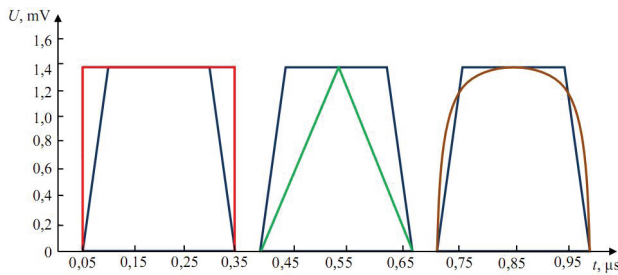


Рисунок 2 – Преобразование трапециевидной формы сигнала в прямоугольную, треугольную и синусоидальную форму

Figure 2 – Trapezoidal waveform conversion to a rectangular, triangular and sinusoidal shape

Следует отметить, что спектры рассматриваемых сигналов (рисунок 2) имеют схожую структуру. Так на рисунке 3 показаны спектры прямоугольного, треугольного и трапециевидного импульсов при одинаковых основных параметрах сигналов: амплитуда – 1,4 мВ; длительность импульсов – 0,3 μs; период следования импульсов – 7,5 μs (скважность – 25), (длительность фронта трапециевидных импульсов – 0,1 μs, длительность фронта треугольных импульсов – 0,15 μs).

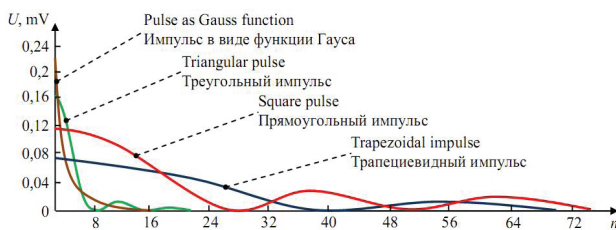


Рисунок 3 – Спектры периодических последовательностей импульсов треугольной, прямоугольной и трапециевидной формы

Figure 3 – Periodic pulse sequence spectra of triangular, rectangular and trapezoidal shape

Результаты анализа спектров рассмотренных сигналов позволяют говорить о возможности применения для их исследования единого математического аппарата на основе выражений, описывающих последовательности трапециевидных импульсов. Прежде всего, переход к рассмотрению трапециевидных импульсов необходим при измерении временных интервалов малой длительности между периодическими последовательностями прямоугольных импульсов, когда существенное влияние на форму их фронтов начинает оказывать нестабильность генерирующей аппаратуры [9].

Для определения времени задержки между двумя импульсными последовательностями предлагается использовать параметры спектра суммы этих сигналов. Так, например, амплитуды гармонических составляющих спектра суммы двух задержанных импульсных последовательностей трапециевидных импульсов (рисунок 4) можно рассчитать в соответствии с выражением:

$$|\dot{U}_n| = \frac{2ET_0}{\pi^2 n^2 \tau_f} \left| \sin\left(\frac{\pi n \tau_f}{T_0}\right) \right| \left| \sin\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) \right| \left| \cos\left(\frac{\pi n t_z}{T_0}\right) \right|, \quad (1)$$

где $|\dot{U}_n|$ – модуль амплитуды гармонической составляющей с номером n ; E – амплитуда сигнала; τ – длительность импульса; T_0 – период следования трапециевидных импульсов; τ_f – длительность фронтов трапециевидного импульса (в случае когда $\tau_{f1} = \tau_{f2} = \tau_f$); t_z – время задержки между двумя импульсными последовательностями.

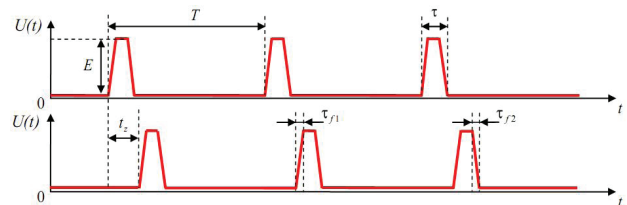


Рисунок 4 – Задержанные периодические последовательности трапециевидных импульсов

Figure 4 – Delayed periodic trapezoidal pulse sequences

Выражение (1) показывает, что степень изменения значений отдельных спектральных составляющих при изменении значения t_z различна. Следовательно, задавая τ , T_0 , τ_f можно найти те гармонические составляющие, чувствительность которых к изменению t_z будет максимальна, а к изменениям остальных параметров импульсов, обусловленным нестабильностью генерирования, – минимальна [10]. Определение номера частотной составляющей сигнала, наиболее чувствительной к изменению t_z , предусматривает исследование его спектра путем анализа частных производных выражения для расчета амплитуд его частотных составляющих [11]:

$$\Delta U_{nT} = \frac{d|U_n|}{d\tau_f} \Delta \tau_f + \frac{d|U_n|}{dT_0} \Delta T_0 + \frac{d|U_n|}{d\tau} \Delta \tau + \frac{d|U_n|}{dt_z} \Delta t_z, \quad (2)$$

где ΔT_0 , $\Delta \tau_f$, $\Delta \tau$ – изменения параметров сигналов (T_0 , τ_f , τ), обусловленные нестабильностью генерирования, Δt_z – определяемое изменение

времени задержки t_z . Причем первые три члена выражения (2) являются абсолютной погрешностью при измерении информативного параметра сигнала (Δt_z). Другими словами, поиск областей спектра, имеющих одновременно минимальную чувствительность к изменениям T_0 , τ_f , τ и максимальную чувствительность к изменениям t_z

позволит обеспечить возможность подавления влияния дестабилизирующих факторов, обусловленных нестабильностью функционирования элементов измерительных устройств.

Система уравнений, частных производных спектра суммы двух задержанных трапециевидных импульсных последовательностей имеет вид:

$$\left\{ \begin{aligned} \frac{d|U_n|}{d\tau_f} &= \frac{2ET_0}{\pi^2 n^2 \tau_f} \cos\left(\frac{\pi n t_z}{T_0}\right) \left| \sin\left(\frac{\pi n \tau_f}{T_0}\right) \cos\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) + \sin\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) \cos\left(\frac{\pi n \tau_f}{T_0}\right) \right|; \\ \frac{d|U_n|}{d\tau} &= \frac{2ET_0}{\pi^2 n^2 \tau_f} \sin\left(\frac{\pi n \tau_f}{T_0}\right) \left| \cos\left(\frac{\pi n t_z}{T_0}\right) \cos\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) \right|; \\ \frac{d|U_n|}{dT_0} &= \frac{ET_0}{\pi^2 n^2 \tau_f} \sin\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) \left(2 + \sin\left(\frac{2\pi n t_z}{T_0}\right) \left| \operatorname{ctg}\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) + 1 \right| \right); \\ \frac{d|U_n|}{dt_z} &= \frac{2ET_0}{\pi^2 n^2 \tau_f} \sin\left(\frac{\pi n \tau_f}{T_0}\right) \left| \sin\left(\frac{\pi n (\tau - \tau_f)}{T_0}\right) \sin\left(\frac{\pi n t_z}{T_0}\right) \right|. \end{aligned} \right. \quad (3)$$

Анализ выражений (3) показывает, что экстремумы функций производных не совпадают (рисунок 5).

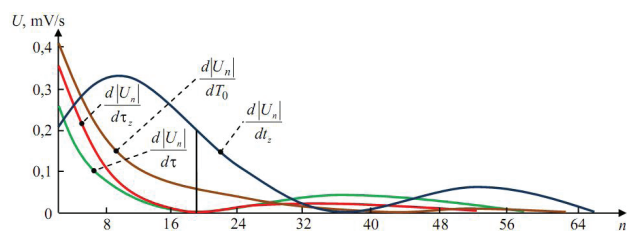


Рисунок 5 – Графики зависимости значений частных производных от номера гармонической составляющей спектра сигнала

Figure 5 – Graphs of partial derivatives values depending on the signal spectrum harmonic component number

Анализ графиков на рисунке 5 показывает, что существуют гармонические составляющие, имеющие одновременно минимальную чувствительность к нестабильности генерирующей аппаратуры (к изменениям параметров импульсов измерительных последовательностей ($\Delta \tau_f$, $\Delta \tau$)) и максимальную чувствительность к изменениям полезного сигнала (Δt_z) (например, гармоническая составляющая с номером 19 зависит в основном от изменений полезного сигнала ($\frac{d|U_n|}{dt_z} \gg 0$) и слабо зависит от изменений параметров импульсов измерительных последовательностей ($\frac{d|U_n|}{d\tau_f} \rightarrow 0$, $\frac{d|U_n|}{d\tau} \rightarrow 0$, $\frac{d|U_n|}{dT_0} \ll \frac{d|U_n|}{dt_z}$).

Обоснованный таким образом выбор параметров измерительного сигнала позволяет добиться высокой чувствительности амплитуд некоторых гармонических составляющих к Δt_z при значительном снижении влияния $\Delta \tau$, $\Delta \tau_f$, ΔT_0 и повышении точности измерения временных интервалов.

Для определения номеров гармонических составляющих, обладающих минимальной чувствительностью к нестабильности параметров τ , T_0 , τ_f , ($n_{\tau \min}$, $n_{\tau_f \min}$, $n_{T \min}$), и максимальной чувствительностью к t_z ($n_{t_z \max}$), представляют интерес экстремумы функций $\frac{d|A_n|}{dT}$, $\frac{d|A_n|}{d\tau_f}$, $\frac{d|A_n|}{d\tau}$, $\frac{d|A_n|}{dt_z}$ (особенно минимальные значения $\frac{d|A_n|}{dT}$, $\frac{d|A_n|}{d\tau_f}$, $\frac{d|A_n|}{d\tau}$ и мак-

симальное значение $\frac{d|A_n|}{dt_z}$ в области определения функций). Их можно найти путем анализа знака вторых производных рассматриваемых функций $\frac{d^2|A_n|}{dT^2}$, $\frac{d^2|A_n|}{d\tau_f^2}$, $\frac{d^2|A_n|}{d\tau^2}$, $\frac{d^2|A_n|}{dt_z^2}$.

Таким образом, рассматриваемый подход позволяет получить дополнительное повышение точности измерения временных интервалов между периодическими последовательностями импульсов за счет учета погрешностей, обусловленных нестабильностью работы измерительной аппаратуры, и их ослабления.

К примеру, генераторы сигналов ГЗ-131, Г4-221, Г6-46 производства ОАО «МНИПИ»

(Республика Беларусь) обеспечивают длительность фронта прямоугольных импульсов 100 нс; генератор сигналов функциональный Г6-46 имеет погрешность скважности для сигналов прямоугольной формы 5 %, генераторы сигналов ГЗ-131, Г6-46 имеют погрешность установки частоты ± 1 %, а генератор сигналов Г4-221 – $\pm (0,012 + 0,0001f)$ Гц, измеритель временных интервалов В-471 (УП «Унитехпром БГУ», Республика Беларусь) имеет следующие погрешности, характеризующие стабильность параметров сигналов: $\Delta\tau = \Delta T_0 = 1 \cdot 10^{-7}$ с (погрешность установки действительного значения частоты встроенного опорного генератора измерителя), $\Delta\tau_f = 2,5 \cdot 10^{-9}$ с (разрешающую способность измерителя), погрешность измерения времени задержки $\Delta t_z = 10 \cdot 10^{-9}$ с (минимальное значение диапазона измерения временных интервалов). Соответственно общую погрешность можно рассчитать по формуле (4):

$$\Delta U_{pr} = \Delta\tau_f + \Delta T_0 + \Delta\tau + \Delta t_z = 2,125 \cdot 10^{-7} \text{ с.} \quad (4)$$

В случае измерения времени задержки между периодическими последовательностями импульсов с помощью предлагаемого метода можно частично уменьшить составляющие общей погрешности (4). Так, в случае выбора в качестве характерной гармонической составляющей с номером 19: $\Delta\tau_f = 0$, $\Delta T_0 = 0$, $\frac{\Delta T_0}{\Delta t_z} = 0,15$ (рисунок 5).

Соответственно, для рассматриваемого случая можно записать:

$$\Delta U_{sp} = 0 \cdot \Delta\tau_f + 0,15 \cdot \Delta T_0 + 0 \cdot \Delta\tau + 1 \cdot \Delta t_z = 1,015 \cdot 10^{-8} \text{ с.} \quad (5)$$

Анализ выражений (4) и (5) показывает эффективность применения предлагаемого метода с целью снижения погрешности измерений малых изменений интервалов времени. При этом коэффициент ослабления погрешности по сравнению с существующим методом измерения может составлять $K_{we} = \frac{\Delta U_{sp}}{\Delta U_{pr}} = \frac{1,015 \cdot 10^{-8}}{0,2125 \cdot 10^{-8}} = 4,78$.

Заключение

Представленная методика обоснованного выбора параметров периодических импульсных последовательностей отличается учетом погрешностей от некоррелированных отклонений параметров измерительных сигналов, что способствует увеличению точности измерения малых изменений временных интервалов. Применение

такого подхода открывает возможность совершенствования алгоритмического обеспечения средств измерений в целях их автоматизации и увеличения точности измерений.

Список использованных источников

1. Афонский, А.А. Электронные измерения в нанотехнологиях и микроэлектронике / А.А. Афонский, В.П. Дьяков. – М.: ДМК Пресс, 2012. – 688 с.
2. Клаассен, К.Б. Основы измерений. Электронные методы и приборы в измерительной технике / К.Б. Клаассен. – М.: Постмаркет, 2000. – 352 с.
3. Зайцев, С.А. Цифровые методы время-частотных измерений / С.А. Зайцев // Современная электроника, 2009. – № 6. – С. 20–23.
4. Панфилов, В.А. Аналоговые методы и средства электрических измерений / В.А. Панфилов. – М.: Энергопрогресс, 2006. – 112 с.
5. Ратхор, Т.С. Цифровые измерения. Методы и схемотехника: пер. с англ. / Т.С. Ратхор. – М.: Техносфера, 2004. – 370 с.
6. Лайонс, Р. Цифровая обработка сигналов. Второе издание / Р. Лайонс. – М.: Бином, 2015. – 641 с.
7. Раннев, Г.Г. Информационно-измерительная техника и электроника / Г.Г. Раннев. – М.: Академия, 2006. – 512 с.
8. Kalisz, J. Review of methods for time interval measurements with picosecond resolution / J. Kalisz // Metrologia. – 2004. – No. 41. – P. 17–32.
9. Глинченко, А.С. Исследование случайных погрешностей спектрально-вещного измерения параметров сигналов / А.С. Глинченко, В.А. Комаров, О.А. Тронин // Цифровая обработка сигналов. – 2012. – № 1. – С. 7–11.
10. Шейников, А.А. Измерение малых изменений параметров импульсных последовательностей / А.А. Шейников, Ю.В. Суходолов, А.Е. Каледя // Вестн. Воен. акад. Респ. Беларусь. – 2016. – № 1. – С. 125–130.
11. Суходолов, Ю.В. Повышение помехоустойчивости контроля межвитковой изоляции коллекторных электрических машин постоянного тока с помощью волновых затухающих колебаний / Ю.В. Суходолов, А.А. Шейников, А.Н. Малашин // Сб. науч. ст. Воен. акад. Респ. Беларусь. – 2010. – № 19. – С. 67–72.

References

1. Afonskiy A.A., Diakov V.P. *EHlektronnyye izmereniya v nanotekhnologiyakh i mikroelektronike* [Electronic measurements in nanotechnology and microelectronics]. Moscow, DMC Press Publ., 2012, 688 p.
2. Claassen K.B. *Osnovy izmerenij. EHlektronnyye metody i pribory v izmeritel'noj tekhnike* [Basics of

measurement. Electronic methods and instruments in measurement technology]. Moscow, Postmarket Publ., 2000, 352 p.

3. Zaitsev S.A. [Digital methods of time-frequency measurements]. *Sovremennaya ehlektronika* [Modern electronics], 2009, no. 6, pp. 20–23 (in Russian).

4. Panfilov V.A. *Analogovye metody i sredstva ehlektricheskikh izmerenij* [Analog methods and means of electrical measurements]. Moscow, Energoprogress Publ., 2006, 112 p.

5. Rathor T.S. *TSifrovye izmereniya. Metody i skhemotekhnika* [Digital measurements. Methods and circuitry]. Moscow, Technosphere Publ., 2004, 370 p.

6. Lyons R. *TSifrovaya obrabotka signalov* [Digital Signal Processing]. Moscow, Binom Publ., 2015, 641 p.

7. Rannev G.G. *Informatsionno-izmeritel'naya tekhnika i ehlektronika* [Information and measuring equipment and electronics]. Moscow, Academy Publ., 2006, 512 p.

8. Kalisz J. Review of methods for time interval measurements with picosecond resolution. *Metrologia*, 2004, no. 41, pp 17–32.

9. Glinchenko A.S., Komarov V.A., Tronin O.A. [Investigation of random errors of spectral-weighted measurement of signal parameters]. *TSifrovaya obrabotka signalov* [Digital Signal Processing], 2012, no. 1, pp. 7–11 (in Russian).

10. Sheinikov A.A., Sukhodolov Yu.V., Caleda A.E. [Measurement of small changes in the parameters of pulse sequences]. *Vestnik Voennoj akademii Respubliki Belarus'* [Messenger of Military Academy of the Republic of Belarus], 2016, no. 1, pp. 125–130 (in Russian).

11. Sukhodolov Yu.V., Sheinikov A.A., Malashin A.N. [Improving the noise immunity of the control of inter-turn insulation of collector electric machines of direct current using wave damped oscillations]. *Sbornik naunyykh statej Voennoj akademii Respubliki Belarus'* [Digest of Military Academy of the Republic of Belarus], 2010, no. 19, pp. 67–72 (in Russian).

УДК 551.508:528.8

Методика определения диаметра и площади внутреннего просвета видимых сосудов глаза

В.А. Фираго¹, А.И. Кубарко²

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

²Белорусский государственный медицинский университет,
пр. Дзержинского, 83, г. Минск 220116, Беларусь

Поступила 30.01.2019

Принята к печати 16.05.2019

При контроле воздействия на микроциркуляторное русло различных сосудодетивных препаратов необходимы методика и соответствующая аппаратура определения их основных физиологических параметров: диаметра и площади внутреннего просвета, их удельной плотности, а также скорости кровотока. Поэтому цель данной работы – исследование возможностей повышения достоверности определения диаметра и площади внутреннего просвета видимых сосудов бульбарной конъюнктивы глаза.

Предложена методика получения цифровых видеозаписей бульбарной конъюнктивы глаза, основанная на импульсной подсветке исследуемого участка. Описан макетный образец аппаратуры, обеспечивающей пространственное разрешение видеосъемки 2 мкм, что позволяет проследивать все видимые сосуды, включая и капилляры. Обсуждается алгоритм стабилизации положения последовательности цифровых изображений бульбарной конъюнктивы относительно первого кадра, основанный на применении субпиксельной интерполяции при поиске глобального минимума среднеквадратического отклонения разностей яркостей первого и обрабатываемого кадра.

Рассматриваются предлагаемые алгоритмы трассировки сосудистого рисунка и определения диаметра и площади внутреннего просвета сосудов. Предложен оригинальный способ их вычисления, основанный на определении площади и высоты поперечного сечения изображения сосуда. Обсуждается проблема верификации получаемых результатов.

Описанный подход позволяет формировать диагностические изображения видимых сосудов бульбарной конъюнктивы, включая и капилляры, с указанием их диаметра и построением гистограмм их распределения по площади внутреннего просвета.

Учитывая корреляцию состояния сосудов глаз с состоянием сосудов в других органах, предлагаемая методика и аппаратурные решения имеют перспективу использования при создании аппаратуры для комплексной неинвазивной диагностики состояния микроциркуляторного русла и контроля эффективности лечения различных заболеваний сердечно-сосудистой системы.

Ключевые слова: микроциркуляторное русло, измерение размеров малых сосудов, диаметр и площадь внутреннего просвета сосудов, цифровая микроскопия, алгоритмы обработки цифровых изображений.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-185-197

Адрес для переписки:

В.А. Фираго
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, г. Минск 220030, Беларусь
e-mail: firago@bsu.by

Address for correspondence:

V.A. Firago
Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, Minsk 220030, Belarus
e-mail: firago@bsu.by

Для цитирования:

В.А. Фираго, А.И. Кубарко.
Методика определения диаметра и площади внутреннего просвета
видимых сосудов глаза
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 185–197.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-185-197

For citation:

V.A. Firago, A.I. Kubarko.
[Technique for Measuring the Internal Diameter and Area of Visible
Vessels of the Eye].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 185–197 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-185-197

Technique for Measuring the Internal Diameter and Area of Visible Vessels of the Eye

V.A. Firago¹, A.I. Kubarko²

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

²Belarusian State Medical University,
Dzerzhinski Ave., 83, Minsk 220116, Belarus

Received 30.01.2019

Accepted for publication 16.05.2019

Abstract

The study of the effects on the microvasculature of various vasoactive drugs requires appropriate methods and equipment for determining the basic physiological parameters of small blood vessels: their internal diameter and cross-sectional area, specific density, and blood flow velocity. Therefore, the purpose of the article is to study the possibilities of improving the reliability of determining the internal diameter and cross-sectional area of the visible blood vessels of bulbar conjunctiva of the eye.

A technique for obtaining digital video recordings of the bulbar conjunctiva of the eye, based on the pulse illumination of the study area, is proposed. A prototype of the equipment with a spatial resolution of 2 μm video is described, which allows to trace all visible blood vessels, including capillaries. An algorithm for stabilizing the position of a sequence of digital images of the bulbar conjunctiva relative to the first frame is discussed. It is based on the use of subpixel interpolation when searching for a global minimum of the standard deviation of the differences in brightness of the first and selected frame.

The proposed algorithms for tracing the vascular pattern and determining the internal diameter and cross-sectional area of the blood vessels are described. An original method for calculating them is proposed, which is based on determining the area and height of a cross section of a blood vessel image. The problem of verification of the obtained results is discussed.

The described approach to make it possible to create diagnostic images of the visible blood vessels of the bulbar conjunctiva, including the capillaries, with an indication of their diameters. Examples of the construction of histograms of the distribution of the internal diameter and cross-sectional area of these blood vessels are presented.

The proposed technique and hardware solutions have the prospect of being used in creating equipment for complex non-invasive diagnostics of the microvasculature and monitoring the effectiveness of treating various diseases of the cardiovascular system, since the conditions of the eye blood vessels correlate with the state of the blood vessels in other organs.

Keywords: microcirculatory bed, measurement of small vessel sizes, internal diameter and area of vessels, digital microscopy, digital image processing algorithms.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-185-197

Адрес для переписки:

В.А. Фираго
Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, г. Минск 220030, Беларусь
e-mail: firago@bsu.by

Address for correspondence:

V.A. Firago
Belarusian State University,
Nezavisimosti Ave., 4, Minsk 220030, Belarus
e-mail: firago@bsu.by

Для цитирования:

В.А. Фираго, А.И. Кубарко.
Методика определения диаметра и площади внутреннего просвета
видимых сосудов глаза
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 185–197.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-185-197

For citation:

V.A. Firago, A.I. Kubarko.
[Technique for Measuring the Internal Diameter and Area of Visible
Vessels of the Eye].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 185–197 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-185-197

Введение

Одна из основных проблем при решении актуальной задачи диагностики сосудистых патологий в микроциркуляторном русле кровеносной системы человека – определение их основных физиологических параметров: диаметра и площади их внутреннего просвета, а также удельной плотности сосудов. Микроциркуляторное русло содержит несколько типов малых сосудов. Поэтому при проведении диагностических исследований реакции микроциркуляторного русла на различные воздействия, в том числе и сосудорасширяющих препаратов, необходимо определять также и гистограммы распределения сосудов по размерам их внутреннего просвета, поскольку поведения различных сосудов могут сильно отличаться.

Для непосредственного наблюдения и получения цифровых изображений хорошего качества доступны только сосуды глаза [1–3]. В области лунулы ногтевых пластин получаемые изображения сосудов размыты вследствие рассеяния излучения ороговевшими клетками ногтя. Существуют публикации по методам спектральной диагностики биологических тканей, основанные на моделировании процессов диффузного рассеяния зондирующего светового излучения биологическими тканями [4–8]. В этих работах одним из моделируемых параметров является средний диаметр внутреннего просвета сосудов исследуемого участка ткани. Указанные работы пока требуют обстоятельной верификации получаемых оценок среднего диаметра внутреннего просвета сосудов. Такая верификация для живой кровеносной ткани возможна только оптическими методами путем анализа цифровых изображений видимых сосудов.

Получение цифровых снимков дна глаза осуществляют с помощью специальной аппаратуры – фундус-камер. Усилия их разработчиков и коллективов, создающих специализированное программное обеспечение [9–14], позволили создать алгоритмы, предназначенные для выделения сосудистого рисунка на цветных цифровых изображениях дна глаза. Существующие пакеты для обработки цифровых изображений дна глаза позволяют оценивать диаметр хорошо просматривающихся сосудов сетчатки. Поскольку стенки сосудов прозрачные, при определении диаметра сосудов обычно используют ширину поперечного сечения его изображения на уровне

полувысоты его профиля. Отметим, что изображения сосудов формируются за счет сильного поглощения светового излучения форменными элементами крови (главным образом эритроцитами) [1]. Форма профиля сечения изображения сосудов зависит от диаметра их внутреннего просвета. Поэтому упрощенный подход – определение диаметра внутреннего просвета D_v по ширине профиля на полувысоте, вызывает сомнение.

Недостаток фундус-камер при изучении микроциркуляторного русла – формирование лишь однократных изображений, так как дно глаза подсвечивается одним мощным световым импульсом белого цвета. Зрачок глаза после его воздействия примерно через 200 мс сужается, что сильно осложняет процесс получения следующих изображений. Это препятствует получению достоверных оценок диаметра внутреннего просвета малых сосудов, изображения которых на одном снимке состоят из мелких фрагментов вследствие наличия промежутков прозрачной плазмы крови между эритроцитами.

Поэтому цель статьи – исследование возможностей повышения достоверности определения диаметра внутреннего просвета видимых сосудов при использовании аппаратуры и программ для получения цифровых видеозаписей бульбарной конъюнктивы глаза с пространственным разрешением 2 мкм и импульсной подсветкой исследуемого участка бульбарной конъюнктивы. Такой подход при цифровом накоплении или усреднении по нескольким десяткам кадров позволит проследивать все видимые сосуды, включая и капилляры.

Объект исследования и используемая аппаратура

Сосудистая сеть в поверхностных слоях конъюнктивы глаза хорошо видна [1]. Бульбарную конъюнктиву, в отличие от дна глаза, легко подсвечивать, не вызывая большого дискомфорта у пациента, что обуславливает возможность получения цифровых видеозаписей сосудистой сети с хорошим пространственным разрешением, т. е. вплоть до капилляров.

Применяемая нами компьютеризированная установка для получения цифровых видеозаписей бульбарной конъюнктивы собрана на механической платформе щелевой лампы, используемой в офтальмологии. Эта платформа позволяет перемещать применяемую видеокамеру

с блоком импульсной подсветки и устройством визуального наведения и фокусировки по трем координатам x , y , z с фиксацией выбранного положения. Также есть механическая система фиксации лица пациента и возможность смещения камеры вправо и влево [1].

В этой установке нами использована высокочувствительная монохромная видеокамера *Imperx Bobcat IGV-B1410M* на основе матрицы *Sony ICX285AL* на ПЗС (CCD) структурах. Камера формирует 10-ти разрядные цифровые изображения, состоящие из 1040 строк и 1392 столбцов, которые передаются по *GigE (Gigabit Ethernet)* интерфейсу в управляющий компьютер. Максимальная частота передачи кадров составляет 23,2 Гц.

Необходимость использования монохромной камеры обусловлена требованиями получения максимальной чувствительности видеосъемки при необходимом пространственном разрешении. В фундус-камерах используются цветные матрицы с мозаикой светофильтров Байера. Поэтому каждый из слоев в исходном *RGB* изображении имеет незаполненные элементы, что вынуждает использовать пространственную интерполяцию получаемых *R*, *G* и *B* изображений. При ее проведении на цифровых изображениях малых сосудов могут возникать искажения истинных профилей их поглощения. Форма спектральной чувствительности элементов монохромной матрицы *ICX285AL* позволяет с хорошей контрастностью регистрировать цифровые изображения сосудов в виде темных линий на светло-сером фоне склеры при ее подсветке импульсным излучением сверхъяркого светодиода с белым цветом свечения. Период размещения светочувствительных элементов матрицы *ICX285AL* квадратной формы равен 6,45 мкм. Поэтому в видеокамере мы использовали объектив от микроскопа с фокусным расстоянием 37 мм и примерно трехкратное увеличение изображения, что обеспечило период пространственной дискретизации получаемых изображений 2 мкм.

Вследствие физиологических особенностей системы зрения глаза непрерывно двигаются, что при больших временах экспозиции (десятки миллисекунд) будет приводить к потере четкости из-за смазывания изображения. Поэтому в установке используется периодическая импульсная подсветка снимаемого участка бульбарной конъюнктивы с регулируемой длительностью

от 0,2 до 2 мс, синхронизированная с началом времени формирования кадра [1]. Для устранения влияния саккадических движений глаз пациент должен фиксировать взгляд во время записи на одной достаточно яркой точке, которая формируется на втором мониторе и может двигаться по заданному закону. Тогда при длительности подсвечивающего импульса излучения 1–2 мс смещение склеры, а также форменных элементов крови не будет превышать 1 мкм [1]. Естественно, что при импульсной подсветке приходится пропорционально увеличивать освещенность склеры во время действия импульса излучения, чтобы обеспечить необходимое отношение сигнал/шум.

Диаметр пятна подсвечивающего излучения, фокусируемого на выбранный участок склеры глаза, выбран нами равным примерно 3 мм, что достаточно для освещения изображения по всему полю зрения видеокамеры, составляющему $2,08 \times 2,78$ мм², и обеспечения его необходимой резкости. Для подвода излучения светодиода к снимаемому участку бульбарной конъюнктивы глаза используется оптоволокну с диаметром световода 1 мм и светосильный фокусирующий объектив с фокусным расстоянием 40 мм. Регулируя положение торца световода относительно фокусирующего объектива, добивались необходимого значения диаметра пятна подсветки.

Поскольку глубина резкости микроскопического объектива небольшая, в состав установки с целью обеспечения быстрой наводки и фокусировки камеры на интересующий участок сосудов конъюнктивы введено дополнительное устройство визуального наведения и грубой фокусировки. Принцип его действия основан на сведении двух пучков лазерного излучения, направленных под углом друг к другу в одно пятно в плоскости фокуса. Использовались два маломощных лазерных диода с длиной волны излучения 635 нм. Они размещались справа и слева от объектива видеокамеры. Их излучение коллимировалось с помощью малогабаритной оптики. Юстировка направления осей этих пучков осуществлялась специальными винтами, с помощью которых оси совмещались в центре поля зрения камеры в плоскости фокуса. При использовании этого устройства наведение на выбранный участок склеры и грубая фокусировка изображения сосудов осуществлялась в течение нескольких секунд.

Программное обеспечение и предварительная обработка

Управление работой установки осуществляется с помощью программы *Vision_sclera* [1], созданной нами в среде *GUI* (графический интерфейс пользователя) системы компьютерной математики *Matlab*. Графическое окно этой программы содержит область вывода получаемых цифровых изображений и две панели: «Получение и запись последовательности кадров» и «Просмотр записей и сохранение отдельных кадров».

Верхняя панель «Получение и запись последовательности кадров» предназначена для начальной наладки процесса записи цифровых изображений и последующей записи по нажатию кнопки «Save» требуемого количества кадров $n_{\text{сохр_кадр}}$ в виде упакованной трехслойной $(1392 \times 1040 \times n_{\text{сохр_кадр}})$ матрицы 16-ти разрядных чисел в *m.файл* на жестком диске компьютера. Нижняя панель служит для просмотра записанных кадров и позволяет поочередно считывать записанные *m.файлы* и просматривать любой из выбранных кадров записи с помощью вертикального движка или слайдера, расположенного слева от панели.

Для формирования конечных файлов, используемых при расчете распределения диаметра внутреннего просвета видимых сосудов бульбарной конъюнктивы, проводится предварительная обработка получаемых записей, содержащая несколько операций.

Пятно подсветки, формируемое с помощью объектива и оптоволоконной техники, имеет неоднородную освещенность. Поэтому заранее на этапе наладки установки определяется нормирующая матрица, применяемая для выравнивания яркости получаемых изображений. Для этого в плоскости расположения глаза устанавливают белый диффузно рассеивающий эталонный образец *WS-2* (*Avantes*, Голландия), проводится фокусировка камеры на его поверхность и определяется зависимость яркости пятна подсветки от координат $E(x_p, y_p)$. Получаемое изображение сглаживается низкочастотным фильтром, находится максимум, который делится на значения элементов сглаженной матрицы. При этом формируется нормирующая матрица $S_n(x_p, y_p)$, на которую при проведении предварительной обработки поэлементно умножаются получаемые изображения. Применяемая обработка позволяет выровнять яркость получаемых видеозаписей по полю кадра [1].

Регистрируемая последовательность кадров вследствие непрерывных движений глаз даже при фиксации взора в направлении неподвижной точки и применения импульсной подсветки имеет скачкообразное смещение получаемых изображений сосудистой сети, что иллюстрирует рисунок 1. Поэтому на втором этапе предварительной обработки проводится стабилизация положения последовательности изображений относительно первого кадра с помощью специально разработанного корреляционного алгоритма. Используется двухэтапная процедура поиска смещения k -го изображения относительно первого с применением исходной и уплотненной в 10 раз сетки отсчетов. При поиске определяются координаты глобального минимума среднеквадратического отклонения разности яркостей первого и k -го изображений при смещении последнего по координатам x, y . Вначале рассчитывается поверхность среднеквадратического отклонения разностей яркостей при использовании исходной сетки отсчетов и находится ее глобальный минимум. Потом положение минимума уточняется с использованием двумерной субпиксельной кубической интерполяции этой поверхности в окрестности глобального минимума на уплотненной сетке отсчетов.

Применяемый метод позволяет определять вектор смещения k -го изображения с дискретностью 0,1 пикселя, т. е. 0,2 мкм, что значительно меньше размеров эритроцитов, которые имеют вид вогнутого диска с диаметром приблизительно 8 мкм и толщиной 2 мкм.

Поскольку пространственное разрешение системы видеозаписи созданного комплекса позволяет различать форменные элементы крови, стабилизация положения сосудистой сети относительно первого кадра позволяет визуализировать кровотоки как в крупных, так и малых сосудах [1]. Отметим, что при анализе видеозаписей здоровых молодых людей у некоторых из них выявляются небольшие участки сосудов с наличием кратковременных процессов обратного кровотока, возникающего в промежутках между сокращениями сердца.

На третьем этапе предварительной обработки для упрощения решения задач определения диаметра и площади внутреннего просвета сосудов проводится цифровое усреднение стабилизированных изображений по нескольким десяткам кадров. После стабилизации положения сосудистого рисунка и проведения усреднения прослеживаются без разрывов практически все капилляры. Таким образом, возможность записи последовательности цифровых изображений позволяет

устранить многочисленные разрывы на изображениях малых сосудов и упрощает алгоритмы

формирования карты распределения внутреннего диаметра и площади просвета сосудов.

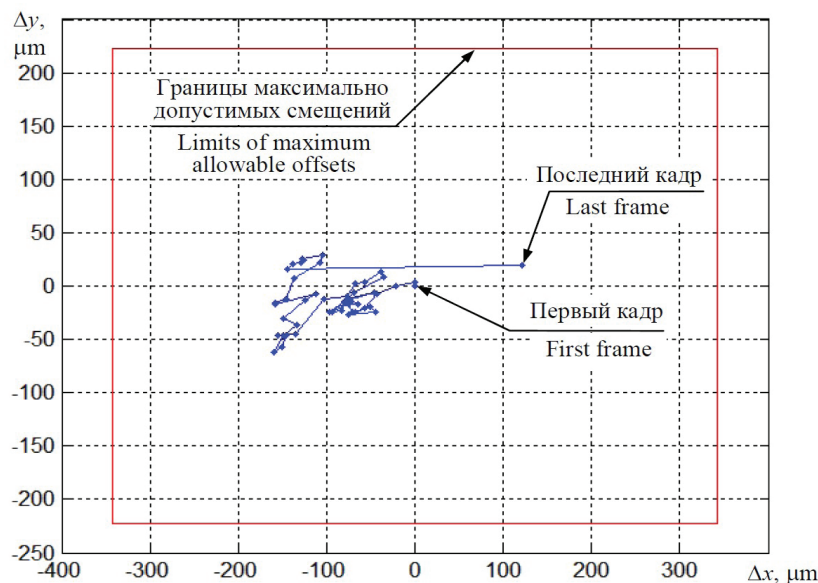


Рисунок 1 – Пример зарегистрированной траектории смещений положения глаза относительно изображения первого кадра в декартовой системе координат

Figure 1 – An example of the trajectory of the displacement of the position of the eye relative to its image in the first frame in the Cartesian coordinate system

Определение диаметра и площади внутреннего просвета видимых сосудов

Свободно распространяемые пакеты программ для обработки цифровых изображений сосудов сетчатки, например *ARIA* [12, 13], неудобны для достоверной оценки диаметров внутреннего просвета малых сосудов, поскольку наличие в их изображениях промежутков, обусловленных прозрачной плазмой, вызывает возникновение многочисленных разрывов сосудов на их изображениях. При этом используемые в программе алгоритмы делят изображения малых сосудов на большое число сегментов, параметры которых имеют разброс и плохо поддаются визуальному анализу. Даже применение вейвлет-преобразования для обработки не помогает сформировать сосудистый рисунок без разрывов.

Представление о сложности алгоритмов определения диаметра и площади внутреннего просвета сосудов можно составить при анализе сечения изображения бульбарной конъюнктивы, представленного на рисунке 2. Нетривиальной оказывается и задача трассировки сосудистого рисунка, поскольку высота профилей поперечного сечения изображения малых сосудов часто оказывается сравнима с изменениями яркости изображения тканей бульбарной конъюнктивы. Зрительная система человека имеет специальные механизмы ретуширования

(устранения дефектов) линий [15], поэтому мы с неосознаваемой легкостью формируем визуальное представление сосудистого рисунка в виде пересекающихся непрерывных линий разной толщины, несмотря на имеющиеся разрывы. Неоднородность яркости изображения склеры приводит также и к заметному различию высот правой и левой ветвей профилей поперечного сечения сосудов, что затрудняет определение полувысоты профиля, на которой определяют внутренний диаметр D_v . Отметим, что отношение сигнал/шум после усреднения по 25 стабилизированным кадрам улучшается в 5 раз, поэтому наблюдаемые флуктуации яркости изображения на рисунке 2 в промежутках между сосудами обусловлены не шумами, а оптической неоднородностью тканей склеры.



a

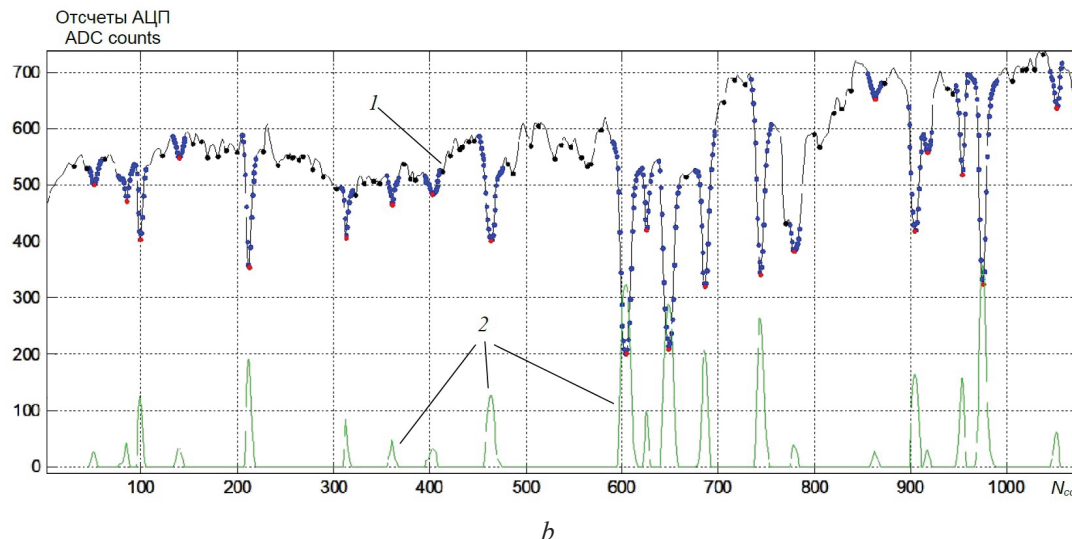


Рисунок 2 – Обработанное изображение бульбарной конъюнктивы, усредненное по 25 кадрам (а), и зависимость относительной яркости его сечения вдоль 346 строки (линия 1), на которой точками выделены локальные минимумы, и результаты обработки этого сечения, т. е. выделения участков, которые можно отнести к сосудам (линия 2) (b)

Figure 2 – Calculated image of bulbar conjunctiva, which is averaged over 25 frames (a), and the dependence of the relative brightness of the profile of its cross section along the 346 image line (line 1), on which local minima are marked with dots, and also the results of processing the profile of this cross section, i. e. the allocation of areas that can be attributed to the vessels (line 2) (b)

Возможность подсветки снимаемого участка бульбарной конъюнктивы под углом к ее нормали позволяет избавиться от присутствия на цифровых изображениях более крупных сосудов так называемого светового рефлекса [9, 10], присущего изображениям сосудов сетчатки, полученным с помощью фундус-камер. Он формируется за счет обратного отражения вершущкой сосуда подсвечивающего излучения, попадающего на дно глаза через зрачок, и проявляется в виде наличия серой полосы на темном изображении сосуда, что искажает профиль его поглощения.

Анализ профилей поперечного сечения получаемых изображений сосудов бульбарной конъюнктивы указывает на зависимость их формы от диаметра внутреннего просвета. Для сосудов с небольшими диаметрами форма профиля примерно напоминает инвертированное гауссово распределение. Функциональную зависимость формы профиля сечения изображения сосуда от его диаметра найти пока не удалось. Поэтому при определении диаметра внутреннего просвета сосуда нами использовался способ, основанный на связи между максимальной высотой h_{ac} профиля поперечного сечения и его площадью S_{ac} . При делении площади S_{ac} на h_{ac} получаем искомый

эквивалентный диаметр внутреннего просвета сосудов D_{ve} . Для малых сосудов он приблизительно пропорционален количеству поглощенных фотонов эритроцитами, прошедшими через рассматриваемый участок сосуда. При поглощении света более крупными сосудами формируется другая форма профиля с большей крутизной склонов. Поэтому применение выражения $D_{ve} = S_{ac} / h_{ac}$ будет давать достаточно корректные результаты.

При использовании предлагаемого способа определения D_{ve} приходится предварительно определять положение осей изображений сосудов, т. е. проводить трассировку скелета сосудистого рисунка. Существует несколько алгоритмов трассировки сосудистого рисунка изображений дна глаза [9–14]. Лучшие из них внедрены в дорогостоящее программное обеспечение фундус-камер, которое закрыто для свободного доступа. Поэтому при трассировке приходится разрабатывать свои алгоритмы. Нам интересной показалась идея на практике применить принципы анализа изображений, свойственные зрительной системе человека [15, 16], которая достаточно легко решает эту задачу даже при наличии существенной неоднородности рассеяния излучения тканями бульбарной конъюнктивы.

Быстрота восприятия окружающей обстановки зрительной системой человека обеспечивается параллельной обработкой рецептивными полями сетчатки распределения яркости изображения, которое формируется на дне глаза и затем по зрительным путям поступает в первичную зрительную кору мозга. Вследствие чрезвычайной сложности даже первичной обработки зрительной информации мозгом человека пока отсутствует полное понимание и подробное описание процессов, происходящих в сетчатке и зрительной коре [16]. Поэтому при создании алгоритмов трассировки «скелета» сосудистого рисунка приходится пользоваться упрощениями и традиционным набором вычислительных алгоритмов персональных компьютеров для обработки изображений, поскольку процессоры для параллельной обработки при выделении контуров изображений пока не созданы.

Используемые нами алгоритмы трассировки основаны на последовательном просмотре пикселей усредненного изображения бульбарной конъюнктивы и использовании кольцевых структур с расширяющимися радиусами R . Вначале по аналогии с алгоритмами функционирования нейронов *On*- и *Off*-рецептивных полей в макулярной области сетчатки, которые обеспечивают высокую остроту дневного зрения, определяются локальные минимумы обрабатываемого изображения. При обнаружении локального минимума яркости изображения с координатами i, j радиус R кольцевой структуры или рецептивного поля увеличивается. Для нового значения R определяется зависимость суммы противоположных точек окружности с радиусом R от угла поворота сечения или его направления. Далее находится максимум разностей этой зависимости для перпендикулярных направлений и сравнивается с величиной порога, зависящего от яркости изображения в локальной окрестности точки i, j .

При превышении порога процесс поиска скелета сосуда для текущего локального минимума продолжается. Примерно через 2–3 итерации увеличения R с последующей пороговой обработкой, вероятность правильного отнесения к классу сосудов точки локального минимума, находящейся на оси сосуда, становится большой, и рассматриваемый локальный минимум помечается как ось сосуда. Разработанные алгоритмы трассировки позволяют за один проход двумерной матрицы изображения проанализировать каждый пиксель

и найти оси всех сосудов. При этом возникает небольшое количество ложных точек и штришков, относящихся к протяженным оптическим неоднородностям склеры со структурой профиля, похожей на профиль капилляров. Результат проведения трассировки небольшого фрагмента цифрового изображения бульбарной конъюнктивы глаза представлен на рисунке 3*b*. При сравнении образа визуальной трассировки, осуществляемой нашей системой зрения при анализе изображения на рисунке 3*b* с представленным примером трассировки, видим желательность использования при дальнейшем развитии алгоритмов обработки специальных способов ретуширования разрывов, чтобы устранить небольшое число пропусков в скелете сосудистого рисунка микроциркуляторного русла.

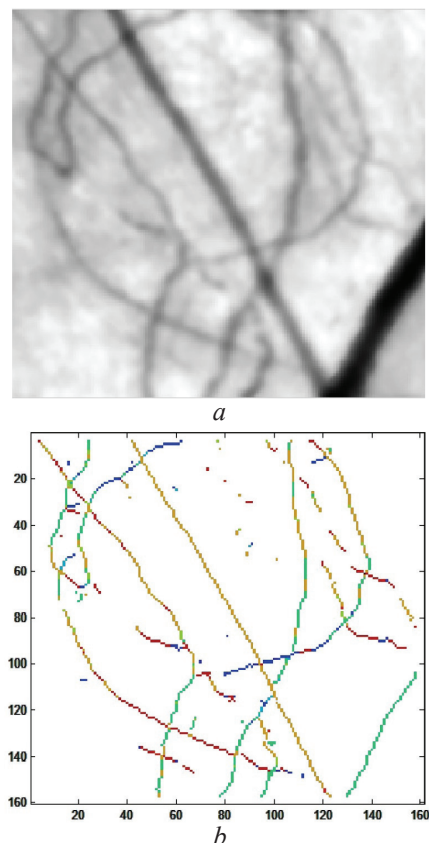


Рисунок 3 – Фрагмент усредненного изображения бульбарной конъюнктивы с размерами 160×160 пикселей (*a*) и разрешением 2 мкм, который выделен на рисунке 2 светлой штриховой линией, а также результат трассировки сосудистого рисунка в этом фрагменте (*b*)

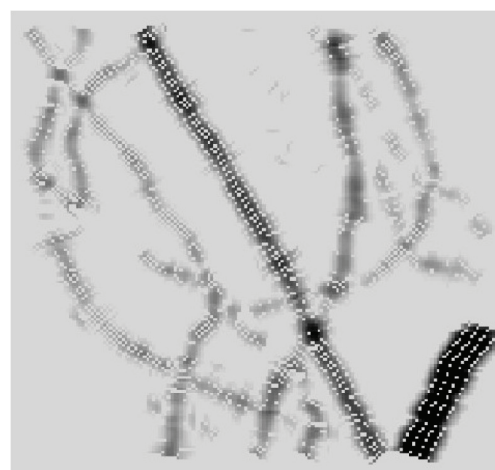
Figure 3 – A fragment of the averaged image of the bulbar conjunctiva with dimensions of 160×160 pixels and a resolution of 2 μm , which is shown by the bright dashed line in Figure 2*a*, and the result of tracing the vascular pattern in this fragment (*b*)

После проведения операции трассировки осей сосудов в точках изображения, отнесенных к осям сосудов, осуществляется анализ зависимости площади сечения под профилем изображения сосуда от радиуса R используемой кольцевой структуры и угла поворота φ плоскости анализа относительно направления оси x . Для уточнения направления оси сосуда проводятся операции по определению зависимости сумм высот противоположных «берегов» и сумм высот противоположных точек «дна» русла изображения сосуда от угла поворота φ . Находя максимум разности этих сумм и расширяя радиус R используемой кольцевой структуры, уточняется направление оси изображения сосуда и положение правой и левой границ его профиля. При определении границ используется сложный критерий, учитывающий скорость изменения крутизны профиля при удалении от оси изображения сосуда. После установления границ и уточнения направления оси подсчитывается окончательная площадь под профилем поперечного сечения изображения сосуда S_{ac} в рассматриваемой точке i, j его оси, находится высота полученного профиля h_{ac} и рассчитывается эквивалентный диаметр $D_{ve}(i, j)$.

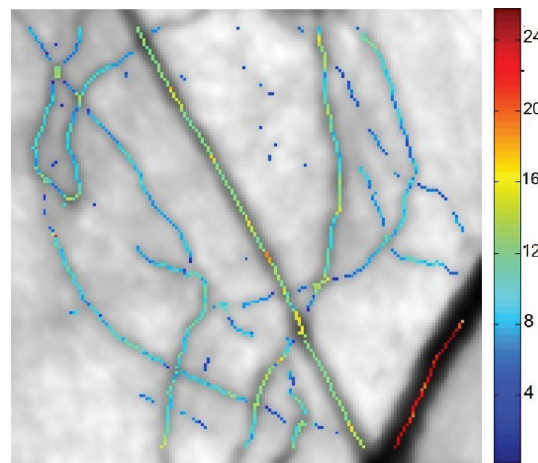
На рисунке 4а представлен пример обработанного фрагмента усредненного изображения, показывающий градиентами серого цвета профили изображения сосудов и пиксели, участвующие в определении D_{ve} . Белыми точками отмечены пиксели, которые не участвовали в процессе определения диаметра сосудов, поскольку при формировании расширяющихся окружностей в квадратной сетке отсчетов с помощью алгоритма Брезенхема используются не все пиксели, лежащие внутри заполняемой площади. Отметим, что зрительная система человека при рассматривании получаемых изображений, например на рисунке 3а, формирует немного искаженное визуальное впечатление о видимом диаметре малых сосудов, занижая оценку значения D_{ve} .

Предлагаемый алгоритм формирует массивы данных, необходимых для построения карты эквивалентных диаметров внутреннего просвета видимых сосудов бульбарной конъюнктивы глаза. Фрагмент такой карты, полученной для сосудов разного калибра, приведен на рисунке 4б. Для наилучшего визуального

представления результатов определения D_{ve} на монохромное изображение сосудистой сети накладывается найденный скелет сосудистого рисунка, который раскрашивается палитрой с цветной шкалой значений D_{ve} . Присутствие на рисунке 4б небольшого числа ложных точек указывает на необходимость привлечения при дальнейшем развитии алгоритма данных как о направлении оси сосуда, так и минимальной протяженности связанных цепочек пикселей, относящихся к оси сосуда [17, 18].



a



b

Рисунок 4 – Иллюстрация процесса обработки фрагмента изображения на рисунке 3а (a) и карта распределения эквивалентных диаметров внутреннего просвета сосудов с соответствующей цветовой шкалой в микрометрах (b)

Figure 4 – Illustration of image processing, shown in Figure 3a (a) and the distribution map of equivalent internal vessel diameters with a corresponding color scale in micrometers (b)

Для оценки реакции сосудов при регуляторных и других воздействиях на сердечно-сосудистую систему человека лучше использовать гистограммы распределения D_{ve} и площади внутреннего просвета S_{ve} , примеры которых приведены на рисунке 5.

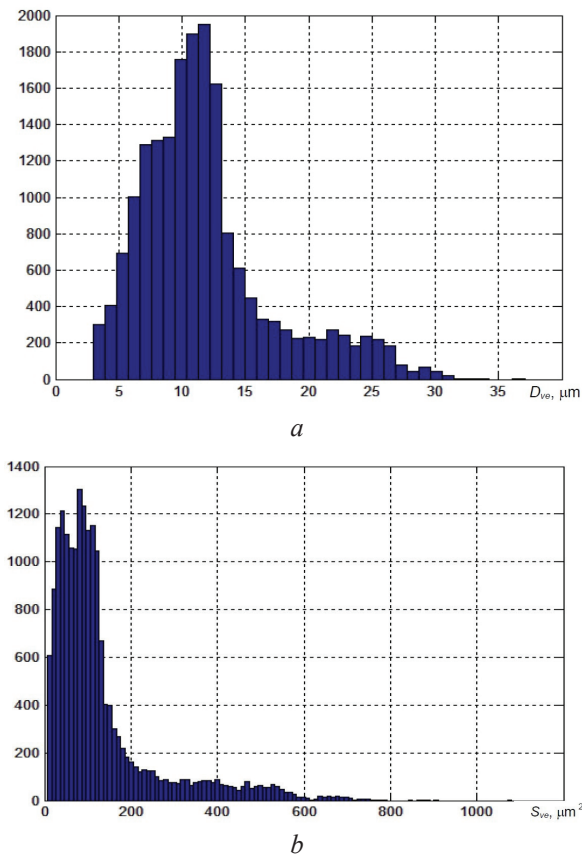


Рисунок 5 – Гистограммы распределения значений эквивалентных диаметра D_{ve} (a) и площади S_{ve} (b) внутреннего просвета сосудов, которые получены для изображения бульбарной конъюнктивы на рисунке 2a

Figure 5 – Histograms of the distribution of the values of the equivalent internal diameter D_{ve} (a) and the area S_{ve} (b) of vessels, which are obtained for the image of the bulbar conjunctiva in Figure 2a

Необходимо отметить, что моды гистограмм, соответствующие сосудам разного калибра, имеют сильное перекрытие, которое обусловлено плавным изменением диаметра внутреннего просвета при переходе артерий в артериолы, капилляры и далее в венулы и вены. С целью упрощения описываемого алгоритма пока не использовались решения, использующие анализ направления оси сосуда, а также длину связанных цепочек пикселей. Столбики гистограммы, лежащие на краю ее левого крыла обычно не учитывают,

поскольку неконтрастные участки изображения малых сосудов дают искаженное представление из-за малого числа эритроцитов, прошедших через них. Поэтому потребность в удалении ложных точек с карты распределения диаметра внутреннего просвета сосудов отпадает.

Верификация предлагаемого метода определения диаметра внутреннего просвета сосудов

Доказательство достоверности получаемых результатов определения D_{ve} и S_{ve} осложняется постоянной флуктуацией кровотока во время систолы и диастолы сердца, размеров сосудов, изменением числа функционирующих капилляров. Применение дорогостоящей техники конфокальной лазерной микроскопии с адаптивной оптикой осложняется непрерывными движениями глаз, что вынуждает проводить корреляционную обработку для стабилизации получаемых изображений небольших участков сосудов [19]. После стабилизации возникает проблема выбора метода оценки диаметра сосуда D_v по получаемому профилю поперечного сечения полученного изображения. Предлагаемый в [19] способ оценки D_v по точкам, где градиент или производная от профиля на его правой и левой ветвях меняет знак, в свою очередь требует подтверждения независимыми измерениями D_v другими способами (*in vivo*), которых пока никто не предложил. Поэтому достоверность предлагаемой методики определения D_{ve} на настоящий момент можно косвенно подтвердить только численным экспериментом, т.е. моделированием транспорта фотонов в тканях бульбарной конъюнктивы 3D методом Монте-Карло. На рисунке 6 представлена зависимость результатов определения D_{ve} предлагаемым нами способом от значений внутреннего просвета сосудов D_v , которые задавались при проведении моделирования контура профилей сечения изображения сосудов 3D методом Монте-Карло. Для примера, представленного на рисунке 6, глубина залегания верхушки сосудов разного калибра в ткани бульбарной конъюнктивы задавалась равной 5 мкм. Объем моделируемой ткани, в которой располагался сосуд с задаваемыми значениями D_v , составлял $500 \times 500 \times 200$ мкм. Видим, что вычислительный эксперимент указывает на возможность использования предлагаемого способа определения D_{ve} .

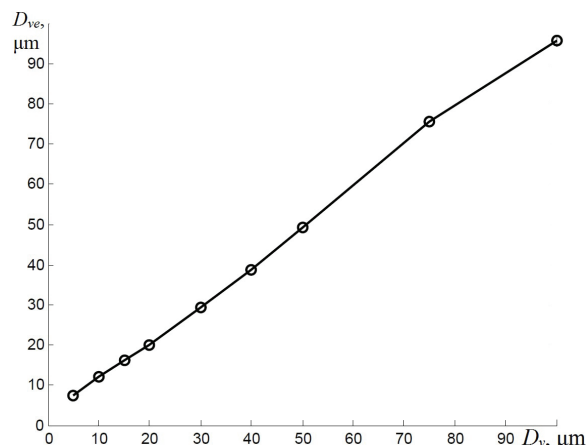


Рисунок 6 – Зависимости определяемых значений внутреннего диаметра D_{ve} сосудов бульбарной конъюнктивы от их величин D_v , задаваемых при моделировании профилей сечения изображений сосудов 3D методом Монте-Карло при глубине залегания верхушек сосудов 5 мкм

Figure 6 – The dependencies of calculated values of the internal diameter D_{ve} of bulbar conjunctiva vessels from the values of D_v , which were set when modeling the profiles of the cross section of 3D images of the vessels of the Monte Carlo model with a depth of case the blood vessels 5 μm

Заключение

Разработанная комплексная методика видеорегистрации цифровых изображений сосудов бульбарной конъюнктивы глаз с пространственным разрешением 2 мкм и созданные программные средств анализа их морфологических параметров имеют перспективу практического применения при конструировании диагностической аппаратуры нового поколения. Перспектива обусловлена возможностями непосредственного изучения скорости кровотока и реакции сосудов на регуляторные воздействия и сосудоактивные препараты, раннего обнаружения нарушений структуры микроциркуляторных сосудов, выявления факторов риска развития осложнений, склонности пациента к формированию вазоспазма и др.

Большой интерес у исследователей и клиницистов вызывает комплексный подход, основанный на параллельном исследовании микроциркуляторного русла бульбарной конъюнктивы, глазного дна, кожных покровов и поверхностных мышц, который даст возможность оценивать наличие локального или системного характера изменений гемодинамики. Его реализация может базироваться на новых методах оперативного

количественного анализа спектрально-пространственных характеристик диффузного отражения различных тканей организма человека. Первые результаты, полученные нами, показывают перспективность этого направления для оценки параметров микроциркуляторного русла сосудистой системы.

Список использованных источников

1. Firago, V. Determination of blood flow velocity in vessels of bulbar conjunctiva / V. Firago, A. Kubarko, A. Hotra // *Przegląd Elektrotechniczny*. – 2016. – Vol. 92, no. 8. – P. 105–108.
2. MacKenzie, L.E. In vivo oximetry of human bulbar conjunctival and episcleral microvasculature using snapshot multispectral imaging / L.E. MacKenzie [et al.] // *Experimental Eye Research*. – 2016. – Vol. 149. – P. 48–58. DOI: 10.1016/j.exer.2016.06.008
3. Li, J. A. Novel Method for Blood Flow Measurement based on Sclera Images / J. Li, X. Zhang // 2012 4th International Conference on Bioinformatics and Biomedical Technology IPCBEE. – 2012. – Vol. 29. – P. 74–81.
4. Lisenko, S. Determination of Structural and Morphological Parameters of Human Bulbar Conjunctiva from Optical Diffuse Reflectance Spectra / S. Lisenko [et al.] // *J. of Applied Spectroscopy*. – 2016. – Vol. 83, iss. 4. – P. 617–626. DOI: 10.1007/s10812-016-0337-7
5. Lisenko, S. Analytical model of diffuse reflectance spectrum of skin tissue / S. Lisenko [et al.] // *Quantum Electronics*. – 2014. – Vol. 44, no. 1. – P. 69–75.
6. Veen, R. Diffuse-reflectance spectroscopy from 500 to 1060 nm by correction for inhomogeneously distributed absorbers / R. Veen, W. Verkruijsse, H. Sterenborg // *Optics Letters*. – 2002. – Vol. 27, no. 4. – P. 246–248. DOI: 10.1364/OL.27.000246
7. Meglinski, I.V. Computer simulation of the skin reflectance spectra / I.V. Meglinski, S.J. Matcher // *Computer Methods and Programs in Biomedicine*. – 2003. – Vol. 70, iss. 2. – P. 179–186. DOI: 10.1016/S0169-2607(02)00099-8
8. Bashkatov, A.N. Optical properties of human sclera in spectral range 370–2500 nm / A.N. Bashkatov [et al.] // *Optics and Spectroscopy*. – 2010. – Vol. 109, no. 2. – P. 197–204. DOI: 10.1134/S0030400X10080084
9. Fraz, M.M. An approach to localize the retinal blood vessels using bit planes and centerline detection / M.M. Fraz [et al.] // *Computer Methods and Programs in Biomedicine*. – 2012. – Vol. 108, no. 2. – P. 600–616. DOI: 10.1016/j.cmpb.2011.08.009
10. Fraz, M.M. Quantification of blood vessel calibre in retinal images of multi-ethnic school children using model based approach / M.M. Fraz [et al.] // *Computerized*

Medical Imaging and Graphics. – 2013. – Vol. 37, no. 1. – P. 48–60.

DOI: 10.1016/j.compmedimag.2013.01.004

11. Ilyasova, N.Y. Computer systems for geometrical analysis of blood vessels diagnostic images / N.Y. Ilyasova // Optical Memory and Neural Networks. – 2014. – Vol. 23, iss. 4. – P. 278–286.

DOI: 10.3103/S1060992X14040110

12. Bankhead, P. Fast retinal vessel detection and measurement using wavelets and edge location refinement / P. Bankhead [et al.] // PLoS ONE. – 2012. – Vol. 7, iss. 3. – P. 1–12. DOI: 10.1371/journal.pone.0032435

13. Bankhead, Pete. ARIA: Automated Retinal Image Analyzer v1.0. Centre for Vision and Vascular Science, Queen's University of Belfast, UK, Desember 2011.

14. Soares, J. Retinal vessel segmentation using the 2-D gabor wavelet and supervised classification / J. Soares [et al.] // IEEE Trans. Med. Imag. – 2006. – Vol. 25, no. 9. – P. 1214–1222.

DOI: 10.1109/TMI.2006.879967

15. Citti, G. A cortical based model of perceptual completion in the roto-translation space / G. Citti, A. Sarti // Journal of Mathematical Imaging and Vision. – 2006. – Vol. 24, no. 3. – P. 307–326.

DOI: 10.1007/s10851-005-3630-2

16. Трофимов, Е.А. Эргономика зрительного восприятия: монография / Е.А. Трофимов; под ред. проф. И.Г. Городецкого. – М.: АИР, 2013. – 192 с.

17. Hunter, A. Non-linear filtering for vascular segmentation and detection of venous beading / A. Hunter [et al.] // Technical Report University of Durham. – 2003. – P. 100–104.

18. Duits, R. The explicit solutions of linear left-invariant second order stochastic evolution equations on the 2D-Euclidean motion group / R. Duits, M.A. Almsick // Quarterly of Applied Mathematics. – 2008. – Vol. 66. – P. 27–67.

DOI: 10.1090/S0033-569X-07-01066-0

19. O'Halloran, M. Measurement of the retinal arteriolar response to a hyperoxic provocation in nonsmokers and smokers, using a high-resolution confocal scanning laser ophthalmoscope / M. O'Halloran, E. O'Donoghue, C. Dainty // J. of Biomedical Optics. – 2014. – Vol. 19, no. 7:076012.

DOI: 10.1117/1.JBO.19.7.076012

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

21. Кубарко, А.И. Физиологическая оценка результатов спектрометрии содержания оксигемоглобина и реакции микрососудов на изменение гемодинамики / А.И. Кубарко, В.А. Фираго // Неотложная кардиология и кардиоваскулярные риски. – 2018. – Т. 2, № 2. – С. 358–363.

References

1. Firago V., Kubarko A., Hotra A. Determination of blood flow velocity in vessels of bulbar conjunctiva. *Przegląd Elektrotechniczny*, 2016, vol. 92, no. 8, pp. 105–108.

2. MacKenzie L., Choudhary T., McNaught A., Harvey A.R. In vivo oximetry of human bulbar conjunctival and episcleral microvasculature using snapshot multispectral imaging. *Experimental Eye Research*, 2016, vol. 149, pp. 48–58.

DOI: 10.1016/j.exer.2016.06.008

3. Li J., Zhang X.A. Novel Method for Blood Flow Measurement based on Sclera Images // 2012 4th International Conference on Bioinformatics and Biomedical Technology IPCBEE, 2012, vol. 29, pp. 74–81.

4. Lisenko S., Firago V., Kugeiko M., Kubarko A. Determination of Structural and Morphological Parameters of Human Bulbar Conjunctiva from Optical Diffuse Reflectance Spectra. *J. of Applied Spectroscopy*, 2016, vol. 83, no. 4, pp. 617–626.

DOI: 10.1007/s10812-016-0337-7

5. Lisenko S., Kugeiko M., Firago V., Sobchuk A. Analytical model of diffuse reflectance spectrum of skin tissue. *Quantum Electronics*, 2014, vol. 44, no. 1, pp. 69–75.

6. Veen R., Verkrusse W., Sterenborg H. Diffuse-reflectance spectroscopy from 500 to 1060 nm by correction for inhomogeneously distributed absorbers. *Optics Letters*, 2002, vol. 27, no. 4, pp. 246–248.

DOI: 10.1364/OL.27.000246

7. Meglinski I.V., Matcher S. J. Computer simulation of the skin reflectance spectra. *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 2003, vol. 70, iss. 2, pp. 179–186. DOI: 10.1016/S0169-2607(02)00099-8

8. Bashkatov A.N., Genina E.A., Kochubey V.I., Tuchin V.V. Optical properties of human sclera in spectral range 370–2500 nm. *Optics and Spectroscopy*, 2010, vol. 109, no. 2, pp. 197–204.

DOI: 10.1134/S0030400X10080084

9. Fraz M.M., Barman S.A., Remagnino P., Hoppe A., Basit A., Uyyanonvara B., Rudnicka A.R., Owen C.G. An approach to localize the retinal blood vessels using bit planes and centerline detection. *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 2012, vol. 108, no. 2, pp. 600–616.

DOI: 10.1016/j.cmpb.2011.08.009

10. Fraz M.M., Remagnino P., Hoppe A., Rudnicka A., Owen C.G., Whincup P.H., Barman S.A. Quantification of blood vessel calibre in retinal images of multi-ethnic school children using model based approach. *Computerized Medical Imaging and Graphics*, 2013, vol. 37, no. 1, pp. 48–60.

DOI: 10.1016/j.compmedimag.2013.01.004

11. Ilyasova N.Y. Computer systems for geometrical analysis of blood vessels diagnostic images. *Optical*

Memory and Neural Networks, 2014, vol. 23, iss. 4, pp. 278–286. **DOI:** 10.3103/S1060992X14040110

12. Bankhead P., Scholfield C., McGeown J., Curtis T. Fast retinal vessel detection and measurement using wavelets and edge location refinement. *PLoS ONE*, 2012, vol. 7, no. 3. **DOI:** 10.1371/journal.pone.0032435

13. Bankhead P. ARIA: Automated Retinal Image Analyzer v1.0, Centre for Vision and Vascular Science, Queen's University of Belfast, UK, Desember 2011.

14. Soares J., Leandro J., Cesar R., Jelinek H., Cree M. Retinal vessel segmentation using the 2-D gabor wavelet and supervised classification. *IEEE Trans. Med. Imag.*, 2006, vol. 25, no. 9, pp. 1214–1222.

DOI: 10.1109/TMI.2006.879967

15. Citti G., Sarti A. A cortical based model of perceptual completion in the roto-translation space. *Journal of Mathematical Imaging and Vision*, 2006, vol. 24, no. 3, pp. 307–326. **DOI:** 10.1007/s10851-005-3630-2

16. Trofimov Ye.A. *Ergonomika zritel'nogo vospriyatiya* [Ergonomics of visual perception]. Moscow, AIR Publ., 2013, 192 p.

17. Hunter A., Lowell J., Steel D. Non-linear filtering for vascular segmentation and detection of venous

beading. *Technical Report University of Durham*, 2003, pp. 100–104.

18. Duits R., Almsick M.A. The explicit solutions of linear left-invariant second order stochastic evolution equations on the 2D-Euclidean motion group. *Quarterly of Applied Mathematics*, 2008, vol. 66, pp. 27–67.

DOI: 10.1090/S0033-569X-07-01066-0

19. O'Halloran M., O'Donoghue E., Dainty C. Measurement of the retinal arteriolar response to a hyperoxic provocation in nonsmokers and smokers, using a high-resolution confocal scanning laser ophthalmoscope. *J. of Biomedical Optics*, 2014, vol. 19, no. 7:076012.

DOI: 10.1117/1.JBO.19.7.076012

20. Lysenko S.A. *Metody opticheskoy diagnostiki biologicheskikh obyektov* [Methods of optical diagnostics of biological objects]. BSU, 2014, 231 p.

21. Kubarko A.I., Firago V.A. [Physiological evaluation of spectrometry results of oxyhemoglobin content and response of microvessels to hemodynamic changes]. *Neotlozhnaya kardiologiya i kardiovaskulyarnyye riski* [Emergency Cardiology and Cardiovascular Risks], 2018, vol. 2, no. 2, pp. 358–363 (in Russian).

УДК УДК 535.243+663.2

Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для калибровки физико-химических показателей вин

М.А. Ходасевич¹, Е.А. Скорбанова², М.В. Роговая¹

¹Институт физики Национальной академии наук Беларуси,
пр. Независимости, 68, г. Минск 220072, Беларусь

²Научно-практический институт плодоводства, виноградарства и пищевых технологий,
ул. Виерул, 59, муниц. Кишинев, п.г.т. Кодру 2070, Молдова

Поступила 12.02.2019

Принята к печати 23.05.2019

Использованию многопараметрической обработки спектральной информации в последнее время отдается предпочтение в связи с экспрессным характером этого метода, простотой применения математических пакетов, отсутствием необходимости введения дополнительных реагентов. Целью работы являлось применение методов многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для калибровки физико-химических показателей вин и повышение точности этой калибровки с помощью выбора спектральных переменных.

На примере некупажированных сортовых молдавских вин показано, что применение метода интервальной проекции на латентные структуры по комбинации движущихся окон в спектрах пропускания вин в диапазоне 220–2500 нм позволяет существенно уменьшить среднеквадратичную ошибку калибровки по сравнению с широкополосными многопараметрическими методами. Величины остаточного отклонения предсказания, превышающие пороговое значение 2,5 для содержания К, Са, Mg, щавелевой, яблочной и янтарной кислот, 2,3-бутиленгликоля, золы и фенольных соединений для красных вин и Mg, винной, лимонной и молочной кислот, 2,3-бутиленгликоля, золы, фенольных соединений и растворимых солей для белых вин, демонстрируют хорошее качество калибровки.

Применение предложенного метода калибровки физико-химических параметров вин позволяет заменить традиционные методы на проведение спектральных измерений, доступное не только в лабораторных, но и в полевых условиях, и характеризующееся малыми величинами среднеквадратичной ошибки калибровки.

Ключевые слова: многопараметрический анализ, спектр пропускания, интервальная проекция на латентные структуры.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-198-206

Адрес для переписки:

М.А. Ходасевич
Институт физики НАН Беларуси,
пр. Независимости, 68, г. Минск 220072, Беларусь
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Address for correspondence:

M.A. Khodasevich
Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosti Ave., 68, Minsk 220072, Belarus
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Для цитирования:

М.А. Ходасевич, Е.А. Скорбанова, М.В. Роговая.
Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для калибровки физико-химических показателей вин.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 198–206.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-198-206

For citation:

M.A. Khodasevich, E.A. Scorbanov, M.V. Rogovaya.
[Application of Multivariate Analysis of Broadband Transmission Spectra for Calibration of Physico-Chemical Parameters of Wines].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 198–206 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-198-206

Application of Multivariate Analysis of Broadband Transmission Spectra for Calibration of Physico-Chemical Parameters of Wines

M.A. Khodasevich¹, E.A. Scorbanov², M.V. Rogovaya¹

¹*Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosti Ave., 68, Minsk 220072, Belarus*

²*Scientific and Practical Institute of Horticulture, Viticulture and Food Technologies,
Kishinev, Moldova*

Received 12.02.2019

Accepted for publication 23.05.2019

Abstract

The use of multivariate processing of spectral information has recently been favored due to the express nature of this method, the ease of use of mathematical packages, and the lack of the need to add chemical reagents. The aim of the work is using the methods of multivariate analysis of broadband transmission spectra to calibrate the physicochemical parameters of wines and to improve the accuracy of this calibration by selecting spectral variables.

Using the interval projection to latent structures of the transmission spectra in the range of 220–2500 nm, the physicochemical characteristics of the varietal unblended Moldovan wine are calibrated. Interval methods of multivariate data analysis allow significantly reducing the root mean square calibration error in comparison with the broadband multivariate methods. Residual predictive deviations exceed the threshold value of 2.5 for K, Ca, Mg, oxalic, malic and succinic acids, 2,3-butylene glycol, ash and phenolic compounds for red wines and Mg, tartaric, citric and lactic acids, 2,3-butylene glycol, ash, phenolic compounds and soluble salts for white wines. These values demonstrate good calibration quality.

The application of the proposed method for calibrating the physicochemical parameters of wines makes it possible to replace traditional methods with spectral measurements, which are available not only in laboratory but also in the field, and characterized by small values of the root mean square error of calibration.

Keywords: multivariate analysis, transmission spectrum, interval projection to latent structures.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-198-206

Адрес для переписки:

М.А. Ходасевич
Институт физики НАН Беларуси,
пр. Независимости, 68, г. Минск 220072, Беларусь
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Address for correspondence:

M.A. Khodasevich
Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosti Ave., 68, Minsk 220072, Belarus
e-mail: m.khodasevich@ifanbel.bas-net.by

Для цитирования:

М.А. Ходасевич, Е.А. Скорбанова, М.В. Роговая.
Применение многопараметрического анализа широкополосных
спектров пропускания для калибровки физико-химических
показателей вин.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 198–206
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-198-206

For citation:

M.A. Khodasevich, E.A. Scorbanov, M.V. Rogovaya.
[Application of Multivariate Analysis of Broadband Transmission
Spectra for Calibration of Physico-Chemical Parameters of Wines].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 198–206 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-198-206

Введение

Виноградные вина являются сложными смесями химических соединений. Их состав зависит от сорта винограда, почвенно-климатических особенностей географической зоны его произрастания, использования регламентированных агротехнических приемов и других факторов. Кроме этилового спирта, содержание которого в сухих виноградных винах может достигать до 15 % об., в вине содержатся в разных количествах высшие спирты, летучие и нелетучие кислоты, сложные эфиры, многоатомные спирты, щелочные металлы К, Na, Са, Mg и многие другие компоненты. Определение этих параметров осуществляется с использованием современных инструментальных методов анализа: газовой и жидкостной хроматографии, атомной абсорбционной спектроскопии, атомно-эмиссионной спектроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния света, масс-спектрометрии и др. Предпочтение отдается методам анализа, предусматривающим минимальную подготовку образцов или ее полное отсутствие, экспрессный и неразрушающий характер, простоту применения, минимальное использование дополнительных реагентов. Эти особенности характерны для ряда спектроскопических методов, в том числе для спектроскопии ультрафиолетового, видимого, ближнего и среднего инфракрасного диапазонов.

В настоящее время спектроскопия с применением многопараметрических методов широко используется для классификации вин в соответствии с их географическим происхождением и калибровки физико-химических параметров вин [1–3], хотя и уступает традиционным методам с точки зрения погрешности. Ранее [4] мы осуществили моделирование физико-химических характеристик молдавских вин с помощью проекции на латентные структуры (*PLS – projection to latent structures*) [5] широкополосных спектров пропускания в диапазоне 220–2500 нм.

Целью работы являлось применение методов многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для калибровки физико-химических показателей вин и повышение точности этой калибровки с помощью выбора спектральных переменных. Для повышения точности калибровки приме-

нены интервальные методы многопараметрического анализа данных. Эти методы являются компромиссными с точки зрения выбора спектральных переменных между классическим спектроскопическим и многопараметрическим подходами. Первый подразумевает использование небольшого количества спектральных отсчетов на отдельных длинах волн или в спектральных интервалах. Достоинством такого подхода является четкий физический смысл моделирования. Многопараметрический спектральный анализ выделяет из широкополосных и мультиколлинеарных спектров малоразмерный базис для построения калибровочной модели, физический смысл которой почти всегда неочевиден. Компромиссный подход [6], когда из широкополосных спектров частично удаляются спектральные переменные, приводящие к переопределенности многопараметрических моделей, уменьшает влияние избыточности спектральных данных на качество калибровки.

Измерения референтных значений физико-химических параметров вин и спектров пропускания

Выборка исследуемых вин, методы определения референтных значений их физико-химических параметров, методики измерения спектров пропускания и используемая спектральная аппаратура подробно описаны в [4].

С помощью анализа суммарной объясненной дисперсии зарегистрированных спектров с помощью метода главных компонент [7] было установлено, что среди рассмотренных методов предобработки спектров (центрирование спектров – приведение к нулю среднего значения на каждой длине волны, сглаживание центрированных спектров полиномами до 3 степени включительно, вычисление первой производной центрированных спектров с последующим сглаживанием, преобразование стандартного отклонения случайной величины с нормальным распределением) лучшим является сглаживание фильтром Савицкого–Голея полиномом 3-й степени по 9 точкам. Анализ графиков нагрузок и счетов в главные компоненты показал, что часть спектров ближнего инфракрасного диапазона с длинами волн более 1500 нм неинформативна и может быть изъята из рассмотрения без потери качества многопараметрических моделей.

В дальнейшем в спектрах были сохранены только 2241 отсчетов.

После предобработки экспериментальных данных построение калибровочной модели между зарегистрированными спектрами пропускания и референтными значениями физико-химических параметров вин проводилось с помощью интервальных методов *PLS* [8–10].

Применение интервальных методов проекции на латентные структуры к спектрам пропускания для определения физико-химических параметров вин

Простейший алгоритм *PLS* с выбором спектральных переменных [8] реализуется путем разделения диапазона измерений на заданное количество неперекрывающихся спектральных интервалов одинаковой ширины и сравнение качества моделирования по каждому отдельному интервалу. Целевой функцией для оценки качества моделирования служит среднеквадратичная ошибка калибровки по проверочной выборке (*RMSEC* – *Root Mean Square Error of Calibration*). Спектральные интервалы могут последовательно объединяться с целью достижения минимальной величины целевой функции, а могут по одному изыматься из полного диапазона измерений [9]. В некоторых модификациях алгоритма интервал может изменять размер и сдвигаться по спектру, например в интервальном *PLS* по движущемуся окну или интервальном *PLS* по комбинации движущихся окон (*scmwiPLS* – *searching combination moving window iPLS*) [10].

Среди перечисленных интервальных методов в настоящей работе будем использовать *scmwiPLS*. Именно с помощью этого метода точность калибровки температуры по спектрам флуоресценции $\text{Yb}^{3+}:\text{CaF}_2$ была повышена более чем в 2 раза по сравнению с *PLS* по широкополосным спектрам [11], что было лучшим показателем среди рассмотренных интервальных методов, в том числе использующих генетический алгоритм и нейронные сети [12].

В разработанной нами модификации *scmwiPLS* начальным этапом является выбор положения первого интервала минимальной ширины с помощью метода интервального *PLS*. Следующий интервал последовательно сдвигается в пределах всего спектрального

диапазона измерений и объединяется с первым по минимальной величине среднеквадратичной ошибки предсказания величины калибруемого параметра. Так как зависимость среднеквадратичной ошибки калибровки по проверочной выборке от количества спектральных переменных в модели не является монотонной, расширение спектрального интервала моделирования необходимо продолжать до достижения всего диапазона измерений. Минимальная ширина сдвигающегося спектрального интервала, выражаемая в числе спектральных переменных, на единицу превышает количество латентных структур, учитываемых при моделировании.

Поскольку на этапе планирования эксперимента был осуществлен подбор ограниченного и небольшого количества молдавских вин, невозможно воспользоваться самым надежным способом уменьшить ошибку предсказания величины параметра с помощью использования большой и разнообразной обучающей выборки [13]. В рассматриваемом случае из имеющегося количества исследуемых вин будет произведен отбор образцов в проверочную выборку, а по оставшимся будет осуществляться построение многопараметрической калибровочной модели. Проверочная выборка должна достаточно равномерно покрывать весь диапазон возможного изменения параметра. Два наиболее часто используемых алгоритма формирования проверочной выборки – это равномерное покрытие области изменения параметра и метод Кеннарда–Стоуна [14], при котором первый образец выбирается в середине диапазона изменения параметра, а последующие – наиболее удаленными от уже выбранных. Лучшие результаты по точности моделирования показывает метод формирования проверочной выборки [11], базирующийся на применении иерархического кластерного анализа. Кластерный анализ позволяет разделить имеющиеся вина на непересекающиеся кластеры либо по величине определяемого параметра, либо по величинам счетов в главные компоненты зарегистрированных спектров. В проверочную выборку выделяются образцы, ближайшему к центру каждого кластера. Количество кластеров зависит от диапазона изменения и распределения величины калибруемого параметра. Для каждого калибруемого параметра будет

подбираться оптимальное количество кластеров в пределах от 4 до 10 для красных вин и от 4 до 7 для белых, которому будет соответствовать оптимальное количество латентных структур и оптимальная ширина спектрального интервала.

Результаты многопараметрического моделирования

Проиллюстрируем разработанный метод многопараметрической калибровки физико-химических параметров вин на примере определения спиртуозности. На рисунке 1 для выборки красных вин представлены зависимости среднеквадратичных ошибок кросс-валидации и предсказания (левая ось) и остаточного отклонения предсказания для проверочной выборки *RPDC* (*Residual Predictive Deviation for Calibration*) [15] и для обучающей выборки *RPDCV* (*Residual Predictive Deviation for Cross-Validation*) (правая ось) от числа образцов в проверочной выборке. Остаточные отклонения предсказания определяются как отношения среднеквадратичного отклонения параметра в выборке к среднеквадратичной ошибке предсказания величины.

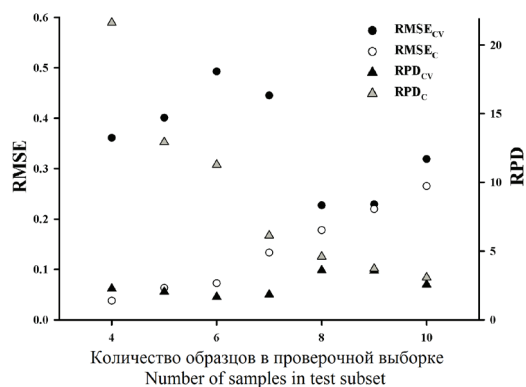


Рисунок 1 – Среднеквадратичные ошибки калибровки спиртуозности по проверочной выборке красных вин и кросс-валидации по обучающей выборке (левая ось) и остаточного отклонения предсказания

Figure 1 – Root mean square error of calibration of alcohol content in test subset of red wines and root mean square error of cross-validation in training subset (left axis) and residual predictive deviations

Видно, что 8 образцов красных вин из 21 формируют оптимальную проверочную выборку, основываясь на зависимости величины

RPDCV. Остальные 13 образцов формируют обучающую выборку. Моделирование по всему спектральному диапазону измерений (см. рисунок 2) показало, что минимальная величина остаточного отклонения предсказания для проверочной выборки соответствует *PLS* по 9 латентным структурам. Значит, в единичном интервале для применения *scmwiPLS* должно быть 10 спектральных переменных.

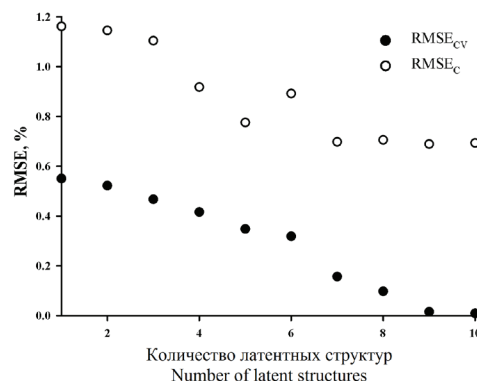


Рисунок 2 – Зависимости среднеквадратичных ошибок калибровки спиртуозности по проверочной выборке красных вин и кросс-валидации по обучающей выборке от количества латентных структур в широкополосной модели проекции на латентные структуры

Figure 2 – Root mean square error of calibration of alcohol content in test subset of red wines and root mean square error of cross-validation in training subset versus the number of latent structures in the wideband projection to latent structures model

Из 2241 спектральных переменных исключим 1 самую коротковолновую для того, чтобы оставшиеся 2240 можно было разделить на 224 неперекрывающихся интервала по 10 переменных. Далее применим метод *scmwiPLS* до моделирования по полному спектральному диапазону измерений. Для определения оптимальной комбинации спектральных переменных на рисунке 3 представлена зависимость *RMSEC* от количества используемых в модели интервалов.

Видно, что глобальный минимум *RMSEC* соответствует 54 интервалам или 540 спектральным переменным. График предсказанных величин спиртуозности красных вин в зависимости от соответствующих измеренных предсказан на рисунке 4.



Рисунок 3 – Зависимость среднеквадратичной ошибки калибровки величины спиртуозности красных вин от количества спектральных окон, используемых в модели интервальной проекции на латентные структуры по оптимальной комбинации движущихся окон

Figure 3 – Root mean square error of calibration of alcohol content in red wines versus the number of spectral windows used in the searching combination moving window interval projection to latent structures model

Величины среднеквадратичных ошибок калибровки спиртуозности по обучающей и проверочной выборкам при оптимальных параметрах моделирования методом *scmwiPLS* для красных вин равны 0,2 % об., а для белых – <0,1 % об. и 0,1 % об., соответственно. При этом $RPDCV = 3,6$ и $RPDC = 4,6$ для

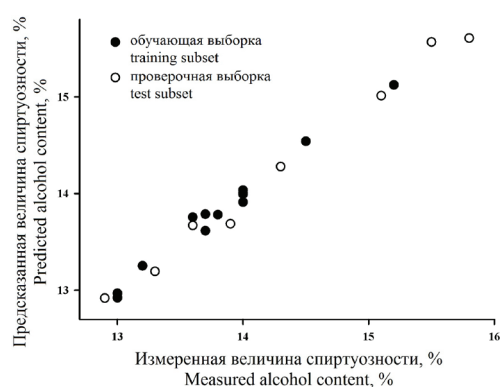


Рисунок 4 – Величины спиртуозности красных вин, предсказанные с помощью интервальной проекции на латентные структуры по комбинации движущихся окон, в зависимости от измеренных величин для обучающей и проверочной выборок при оптимальном выборе количества латентных структур и спектральных переменных

Figure 4 – Values of alcohol content in red wines predicted using searching combination moving window interval projection to latent structures versus the measured values for the training and test subsets with the optimal choice of the number of latent structures and spectral variables

красных вин и $RPDCV = 19,9$ и $RPDC = 7,1$ для белых. Эти показатели, превышающие пороговое значение 2,5 [15], характеризуют хорошее качество калибровки. В таблицах 1 и 2 представлены результаты моделирования химических характеристик красных и белых вин, для которых RPD также превышают значение 2,5.

Таблица 1/Table 1

Результаты калибровки характеристик красных вин, для которых остаточное отклонение предсказания превышает величину 2,5

Calibration results of the red wines characteristics, for which residual predictive deviation exceeds 2.5

	К	Са	Mg	Щавелевая кислота Oxalic acid	Яблочная кислота Malic acid	Янтарная кислота Succinic acid	2,3-бутилен- гликоль 2,3-bytylene glycol	Зола Ash	Фенольные соединения Phenolic compounds
$RMSE_{cv}$, мг/дм ³ mg/dm ³	29,5	2,0	0,6	38	26	109	17,3	100	155
$RMSE_c$, мг/дм ³ mg/dm ³	24,6	2,1	2,8	6	5	38	20,9	94	133
RPD_{cv}	2,6	3,7	13,8	4,7	2,9	2,7	3,2	3,6	2,9
RPD_c	3,1	3,6	3,0	2,8	15,6	7,7	2,6	3,8	3,3

Таблица 2/Table 2

Результаты калибровки характеристик белых вин, для которых остаточное отклонение предсказания превышает величину 2,5

Calibration results of the white wines characteristics, for which residual predictive deviation exceeds 2.5

	Mg	Винная кислота Tartaric acid	Лимонная кислота Citric acid	Молочная кислота Lactic acid	2,3-бутиленгли- коль 2,3-bytylene glycol	Зола Ash	Фенольные соединения Phenolic compounds	Раствори- мые соли Soluble salts
$RMSE_{CV}$, мг/дм ³ mg/dm ³	1,7	139	14	8	6,3	0,1	16,4	3,4
$RMSE_C$, мг/дм ³ mg/dm ³	0,9	165	23	3	5,4	0,1	2,0	31,6
RPD_{CV}	4,1	3,2	7,9	4,8	6,8	3,0	3,5	27,5
RPD_C	7,4	2,7	4,8	10,4	8,0	3,5	29,0	2,9

Удовлетворительное качество моделирования, при котором $2,0 < RPD < 2,5$ [18], достигнуто для калибровки содержания винной и яблочной кислот и глицерина для красных вин и винной кислоты для белых вин. Для калибровки содержания лимонной и молочной кислот, Na и растворимых солей для красных вин и щавелевой, яблочной и янтарной кислот, K, Na, Ca и глицерина в белых винах характерно неудовлетворительное качество многопараметрического моделирования с помощью *scmwiPLS*, при котором $RPD < 2,0$.

Заключение

Применение интервальных методов многопараметрического анализа данных позволяет существенно повысить точность калибровки физико-химических параметров вин по сравнению и с широкополосными многопараметрическими, и с классическими спектроскопическими методами. Например, среднеквадратичная ошибка калибровки спиртуозности красных вин методом интервальной проекции на латентные структуры по оптимальной комбинации движущихся окон меньше ошибки калибровки методом широкополосной проекции на латентные структуры в 6 раз и в 5 раз меньше среднеквадратичной ошибки калибровки по одиночному спектральному диапазону шириной 10 нм.

Таким образом, полученные результаты показывают, что спектроскопия ультрафиолетового, видимого и ближнего инфракрасного

диапазонов в сочетании с многопараметрическими методами обработки спектров является экспрессной, дешевой и неразрушающей технологией калибровки физико-химических параметров вин. Применение интервальных модификаций многопараметрических методов позволяет значительно увеличить точность калибровочных моделей.

Список использованных источников

1. Dos Santos Claudia. Merging vibrational spectroscopic data for wine classification according to the geographic origin / Claudia dos Santos [et al.] // Food Research International. – 2017. – Vol. 102. – P. 504–510. DOI: 10.1016/j.foodres.2017.09.018
2. Ferreiro-Gonzalez, M. FT-IR, Vis spectroscopy, color and multivariate analysis for the control of ageing processes in distinctive Spanish wines / M. Ferreiro-Gonzalez [et al.] // Food Chemistry. – 2019. – Vol. 277. – P. 6–11. DOI: 10.1016/j.foodchem.2018.10.087
3. Dos Santos Claudia. A review on the application of vibrational spectroscopy in the wine industry: From soil to bottle / C. dos Santos, R. Pascoa, J. Lopes // Trends Anal. Chem. – 2017. – Vol. 88. – P. 100–118. DOI: 10.1016/j.trac.2016.12.012
4. Ходасевич, М.А. Применение многопараметрического анализа широкополосных спектров пропускания для идентификации вин с географическим наименованием происхождения / М.А. Ходасевич [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 1. – С. 104–113. DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113
5. Pasquini, C. Near infrared spectroscopy: A mature analytical technique with new perspectives –

A review / C. Pasquini // *Analytica Chimica Acta*. – 2018. – Vol. 1026. – P. 8–36. **DOI:** 10.1016/j.aca.2018.04.004

6. Mehmood, T. A review of variable selection methods in Partial Least Squares Regression / T. Mehmood [et al.] // *Chem. and Intel. Lab. Sys.* – 2012. – Vol. 118. – P. 62–69.

DOI: 10.1016/j.chemolab.2012.07.010

7. Esbensen, K.H. Principal Component Analysis: Concept, Geometrical Interpretation, Mathematical Background, Algorithms, History, Practice / K.H. Esbensen, P. Geladi // *Comprehensive Chemometrics* – 2009. – Vol. 2. – P. 211–226.

DOI: 10.1016/B978-044452701-1.00043-0

8. Norgaard, L. Interval Partial Least-Squares Regression (iPLS): A Comparative Chemometric Study with an Example from Near-Infrared Spectroscopy / L. Norgaard [et al.] // *Appl. Spectr.* – 2000. – Vol. 54. – P. 413–419. **DOI:** 10.1366/0003702001949500

9. Zou, X. Selection of the efficient wavelength regions in FT-NIR spectroscopy for determination of SSC of ‘Fuji’ apple based on BiPLS and FiPLS models / X. Zou, J. Zhao, Y. Li // *Vibr. Spectr.* – 2007. – Vol. 44. – P. 220–227. **DOI:** 10.1016/j.vibspec.2006.11.005

10. Du, Y.P. Spectral regions selection to improve prediction ability of PLS models by changeable size moving window PLS and searching combination moving window PLS / Y.P. Du [et al.] // *Anal. Chim. Acta.* – 2004. – Vol. 501, iss. 2. – P. 183–191.

DOI: 10.1016/j.aca.2003.09.041

11. Ходасевич, М.А. Выбор спектральных переменных и повышение точности калибровки температуры методом проекции на латентные структуры по спектрам флуоресценции $\text{Yb}^{3+}:\text{CaF}_2$ / М.А. Ходасевич, В.А. Асеев // *Оптика и спектроскопия*. – 2018. – Т. 124, № 5. – С. 713–717.

DOI: 10.1134/S0030400X18050089

12. Ходасевич, М.А. Калибровка температуры по спектрам флуоресценции допированного эрбием свинцово-фторидного стекла / М.А. Ходасевич [и др.] // *Оптика и спектроскопия*. – 2019. – Т. 126, № 3. – С. 295–298.

13. Anderson, R.B. Clustering and training set selection methods for improving the accuracy of quantitative laser induced breakdown spectroscopy / R.B. Anderson [et al.] // *Spectrochimica Acta Part B*. – 2012. – Vol. 70. – P. 24–32.

DOI: 10.1016/j.sab.2012.04.004

14. Nawar, S. Optimal sample selection for measurement of soil organic carbon using online vis-NIR spectroscopy / S. Nawar, A.M. Mouazen // *Computers and Electronics in Agriculture*. – 2018. – Vol. 151. – P. 469–477. **DOI:** 10.1016/j.compag.2018.06.042

15. Zornoza, R. Near infrared spectroscopy for determination of various physical, chemical

and biochemical properties in Mediterranean soils / R. Zornoza [et al.] // *Soil Biology & Biochemistry*. – 2008. – Vol. 40. – P. 1923–1930.

DOI: 10.1016/j.soilbio.2008.04.003

References

1. C. dos Santos, Pascoa Ricardo N.M.J., Sarraguca Mafalda Cruz, Porto Patricia A.L.S., Cerdeira Antonio L., Gonzalez-Saiz J.M., Pizarro C., Lopes Joao A. Merging vibrational spectroscopic data for wine classification according to the geographic origin. *Food Research International*, 2017, vol. 102, pp. 504–510.

DOI: 10.1016/j.foodres.2017.09.018

2. Ferreiro-Gonzalez M., Ruiz-Rodriguez Ana, Barbero Gerardo F., Ayuso Jesus, Alvarez Jose A., Palma Miguel, Barroso Carmelo G. FT-IR, Vis spectroscopy, color and multivariate analysis for the control of ageing processes in distinctive Spanish wines. *Food Chemistry*, 2019, vol. 277, pp. 6–11.

DOI: 10.1016/j.foodchem.2018.10.087

3. Dos Santos C. Pascoa R., Lopes J. A review on the application of vibrational spectroscopy in the wine industry: From soil to bottle. *Trends Anal. Chem.*, 2017, vol. 88, pp. 100–118. **DOI:** 10.1016/j.trac.2016.12.012

4. Khodasevich M., Scorbantov E., Obade L., Degtyar N., Cambur E., Rogovaya M. [Application of multivariate analysis of transmission spectra to identify wines with protected geographical indication (IGP)]. *Devices and Methods of Measurements*, 2016, vol. 7, no. 1, pp. 104–113 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2016-7-1-104-113

5. Pasquini C. Near infrared spectroscopy: A mature analytical technique with new perspectives – A review. *Analytica Chimica Acta*, 2018, vol. 1026, pp. 8–36.

DOI: 10.1016/j.aca.2018.04.004

6. Mehmood T., Hovde Liland Kristian, Snipen Lars, Saebo Solve. A review of variable selection methods in Partial Least Squares Regression. *Chem. and Intel. Lab. Sys.*, 2012, vol. 118, pp. 62–69.

DOI: 10.1016/j.chemolab.2012.07.010

7. Esbensen K.H., Geladi P. Principal Component Analysis: Concept, Geometrical Interpretation, Mathematical Background, Algorithms, History, Practice. *Comprehensive Chemometrics*, 2009, vol. 2, pp. 211–226.

DOI: 10.1016/B978-044452701-1.00043-0

8. Norgaard L., Saudland A., Wagner J., Nielsen J.P., Munck L., Engelsen S.B. Interval Partial Least-Squares Regression (iPLS): A Comparative Chemometric Study with an Example from Near-Infrared Spectroscopy. *Appl. Spectr.*, 2000, vol. 54, pp. 413–419.

DOI: 10.1366/0003702001949500

9. Zou X. Zhao J., Li Y. Selection of the efficient wavelength regions in FT-NIR spectroscopy for determination of SSC of ‘Fuji’ apple based on BiPLS and FiPLS

models. *Vibr. Spectr.*, 2007, vol. 44, pp. 220–227.

DOI: 10.1016/j.vibspec.2006.11.005

10. Du Y.P., Liang Y.Z., Jiang J.H., Berry R.J., Ozaki Y. Spectral regions selection to improve prediction ability of PLS models by changeable size moving window PLS and searching combination moving window PLS. *Anal. Chim. Acta*, 2004, vol. 501, pp. 183–191.

DOI: 10.1016/j.aca.2003.09.041

11. Khodasevich M.A., Aseev V.A. Selection of Spectral Variables and Improvement of the Accuracy of Calibration of Temperature by Projection onto Latent Structures Using the Fluorescence Spectra of $\text{Yb}^{3+}:\text{CaF}_2$. *Optics and Spectroscopy*, 2018, vol. 124, pp. 748–752.

DOI: 10.1134/S0030400X18050089

12. Khodasevich M.A. Temperature calibration using fluorescence spectra of erbium-doped lead-fluoride glass. *Optics and Spectroscopy*, 2019, vol. 126, no. 3, pp. 216–219. **DOI:** 10.1134/S0030400X1903010X

13. Anderson R.B., James F. Bell III, Wiens Roger C., Morris Richard V., Clegg Samuel M. Clustering and training set selection methods for improving the accuracy of quantitative laser induced breakdown spectroscopy. *Spectrochimica Acta Part B.*, 2012, vol. 70, pp. 24–32.

DOI: 10.1016/j.sab.2012.04.004

14. Nawar S., Mouazen A.M. Optimal sample selection for measurement of soil organic carbon using online vis-NIR spectroscopy. *Computers and Electronics in Agriculture*, 2018, vol. 151, pp. 469–477.

DOI: 10.1016/j.compag.2018.06.042

15. Zornoza R., Guerrero C., Mataix-Solera J., Scow K.M., Arcenegui V., Mataix-Beneyto J. Near infrared spectroscopy for determination of various physical, chemical and biochemical properties in Mediterranean soils. *Soil Biology & Biochemistry*, 2008, vol. 40, pp. 1923–1930.

DOI: 10.1016/j.soilbio.2008.04.003

УДК 681.2.083, 681.2.087

Измерение и анализ в реальном времени локальных повреждений при износоусталостных испытаниях

С.С. Щербаков

Государственный комитет по науке и технологиям Республики Беларусь
ул. Академическая, 1, г. Минск 220072, Беларусь

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

Поступила 25.07.2018

Принята к печати 14.05.2019

При испытаниях на контактную усталость обычно измеряют сближение осей один раз за цикл или за несколько циклов нагружения из-за трудности обработки большого количества данных при многоцикловых испытаниях. Целью работы являлась разработка и апробация в режиме реального времени модели сглаживания измеряемых центром SZ-01 в виде временных рядов экспериментальных данных с использованием вейвлет-преобразования.

С помощью центра SZ во время износоусталостных испытаний был измерен момент трения в системе ролик/вал, что позволило изучить изменение коэффициента сопротивления качению в зависимости от уровня контактной и бесконтактной изгибающей нагрузки. Также измерялась величина сближения осей контактирующих тел (ролика и вала) в восьми точках на окружности дорожки качения за один цикл, что позволило изучить неоднородность локальных повреждений в условиях контактной и контактно-механической усталости. При разработке программного модуля для сглаживания большого объема экспериментальных данных, поступающих от испытательного центра, использовались различные методы сглаживания временных рядов: скользящая средняя; экспоненциальная скользящая средняя; вейвлет-преобразование и простая скользящая средняя, примененная к разностям вейвлет-коэффициентов; вейвлет-преобразование и экспоненциальная скользящая средняя, примененная к разностям вейвлет-коэффициентов.

Результаты численного моделирования показали, что наилучшее приближение к исходному ряду дает вейвлет-преобразование с использованием экспоненциальной скользящей средней для сглаживания разностей между коэффициентами вейвлет-преобразования.

Применение программного модуля, основанного на данной модели, в центре SZ-01 позволило сгладить временные ряды, характеризующие изменение сближения осей ролика и вала и крутящего момента.

Ключевые слова: трибофатика, испытательный центр SZ, локальные повреждения при контактной усталости, временной ряд, вейвлет-преобразование.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-207-214

Адрес для переписки:

С.С. Щербаков
Белорусский государственный университет,
пр-т Независимости, 4, г. Минск 220030, Беларусь
e-mail: sherbakovss@mail.ru

Address for correspondence:

S.S. Sherbakov
Belarusian State University,
Nezavisimosti ave., 4, Minsk 220030, Belarus
e-mail: sherbakovss@mail.ru

Для цитирования:

С.С. Щербаков.
Измерение и анализ в реальном времени локальных повреждений при износоусталостных испытаниях
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 207–214.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-207-214

For citation:

S.S. Sherbakov.
[Measurement and Real Time Analysis of Local Damage in Wear-and-Fatigue Tests].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 207–214 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-207-214

Measurement and Real Time Analysis of Local Damage in Wear-and-Fatigue Tests

S.S. Sherbakov

State Committee on Science and Technology of the Republic of Belarus
Academicheskaya str., 1, Minsk 220072, Belarus
Belarusian State University,
Nezavisimosti ave., 4, Minsk 220030, Belarus

Received 25.07.2018

Accepted for publication 14.05.2019

Abstract

In rolling fatigue tests the approach of the axes is usually measured once per cycle or for several loading cycles because of the difficulties of processing a large amount of data in multi-cycle testing. The aim of this work was the development and tests of smoothing model for measured by the SZ-01 center time series experimental data using wavelet transform.

With the help of the SZ center, the frictional moment in the roller/shaft system was measured allowing for studying the change in the coefficient of rolling resistance as a function of the level of the contact and non-contact bending load during wear-fatigue tests. Also the axes approach of the contacting bodies (roller and shaft) was measured at eight points on the raceway circumference in one cycle. This allowed studying the heterogeneity of local damages under conditions of rolling and mechano-rolling fatigue. When developing a software module for smoothing a large amount of experimental data from the test center, various methods of time series smoothing were used: moving average; exponential moving average; wavelet transform and moving average applied to the differences of the wavelet coefficients; wavelet transform and exponential moving average applied to the difference of the wavelet coefficients.

The results of numerical simulation showed that the best approximation to the original series was provided by the wavelet transform using an exponential moving average to smooth the differences between the coefficients of the wavelet transform.

The use of a software module based on this model in SZ-01 center allowed smoothing the time series characterizing the change of roller and shaft axes approach and torque.

Keywords: Tribo-Fatigue, SZ-01 test center, local damages under contact fatigue, time series, wavelet transform.

DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-207-214

Адрес для переписки:

С.С. Щербakov
Белорусский государственный университет,
пр-т Независимости, 4, г. Минск 220030, Беларусь
e-mail: sherbakovss@mail.ru

Address for correspondence:

S.S. Sherbakov
Belarusian State University,
Nezavisimosti ave., 4, Minsk 220030, Belarus
e-mail: sherbakovss@mail.ru

Для цитирования:

С.С. Щербakov.
Измерение и анализ в реальном времени локальных повреждений при износоусталостных испытаниях
Приборы и методы измерений.
2019. – Т. 10, № 2. – С. 207–214.
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-207-214

For citation:

S.S. Sherbakov.
[Measurement and Real Time Analysis of Local Damage in Wear-and-Fatigue Tests].
Devices and Methods of Measurements.
2019, vol. 10, no. 2, pp. 207–214 (in Russian).
DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-2-207-214

Введение

В трибофатике установлено, что циклические напряжения оказывают существенное влияние на характеристики контактной и фрикционной усталости [1, 2]. Также установлено, что процессы трения и износа, реализующиеся при контактном взаимодействии твердых тел, приводят к значительному изменению характеристик сопротивления механической усталости [3, 4].

Особый вид предельного состояния при контактной и контактно-механической усталости, характерный для системы типа колесо/рельс, – образование остаточных волнообразных повреждений установлен и описан в работах [5, 6]. Источниками нестационарности на дорожке качения являются первоначальные неровности материала, которые и вызывают образование остаточных волнообразных повреждений. Образование таких повреждений есть результат нестационарного, нерегулярного процесса упругопластического деформирования [7, 8]. В процессе износоусталостных испытаний возникает и развивается существенная деформационная анизотропия свойств материала на поверхности качения. Анизотропия физико-механических свойств материала в локальных зонах вдоль дорожки качения обуславливает анизотропию деформации в этих зонах, она служит источником нестационарности. Чем сильнее анизотропия деформации, тем выше динамическая сила, возбуждаемая при локальном соударении ролика и образца. Таким образом, в данном случае описанная форма предельного состояния обусловлена нестационарными ударно-усталостными процессами [9].

Центр для износоусталостных испытаний SZ-01 позволяет с достаточной точностью производить измерение таких параметров как момент трения, вибрации, сближение осей, остаточные деформации в процессе испытаний силовых систем. При измерении показателей непосредственно во время проведения испытаний выходным сигналом является временной ряд. Данный временной ряд может быть нестационарным и включать в себя шумы от внешних источников случайных вибраций, поэтому необходима разработка методов, которые смогут в режиме реального времени убрать из исходного временного ряда посторонние шумы и сгладить случайные выбросы. Кроме того, актуальной является задача по данным временных рядов сделать прогноз и вывод о дости-

жении системой своего предельного состояния. С целью сглаживания временного ряда можно использовать различные методы. Одними из самых простых методов сглаживания являются простая и экспоненциальная скользящие средние, однако они обладают недостатком – между реальными данными и сглаженными существует временной лаг. В настоящее время одними из перспективных методов сглаживания нестационарных высокочастотных временных рядов являются методы, основанные на вейвлет-преобразовании [10, 11]. Целью работы являлась разработка и апробация модели сглаживания измеряемых центром SZ-01 в виде временных рядов экспериментальных данных с использованием вейвлет-преобразования.

Испытания на контактную и контактно-механическую усталость

Испытания по изучению закономерностей влияния контактных и неконтактных циклических напряжений на образование повреждений при качении для вала и ролика из сталей 45 и 25ХГТ проводились по схеме, представленной на рисунке 1 (см. таблицу 1).

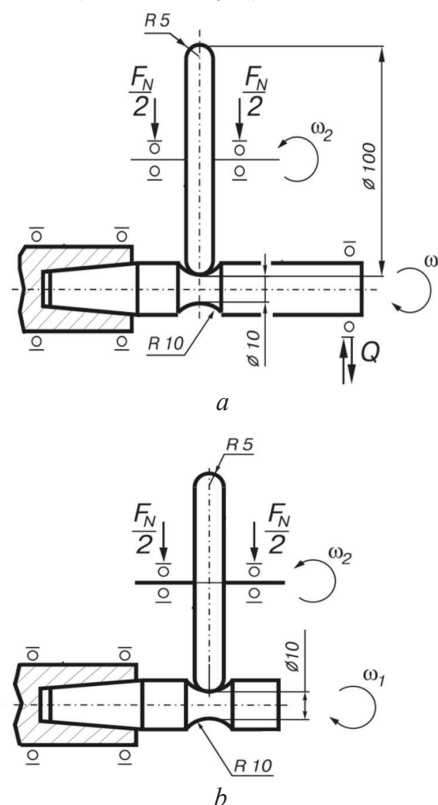


Рисунок 1 – Схемы испытаний на контактно-механическую (а) и контактную (б) усталость

Figure 1 – Schemes of tests for mechano-rolling (a) and rolling (b) fatigue

Таблица 1/Table 1

Характеристики испытываемых материалов

Characteristics of the test materials

Материал Material	Термообра- ботка Heat treatment	Твердость Hardness	Предел выносли- вости при изгибе с вращением σ_{-1} , МПа Fatigue limit for bending with rotation σ_{-1} , MPa	Предел текучес- ти при растяже- нии σ_T , МПа Tensile yield limit σ_T , MPa	Предел прочнос- ти при растяже- нии σ_b , МПа Tensile strength limit σ_b , MPa
Сталь/Steel 25ХГТ	Поверхностная закалка Surface hardening	700 HV	760	900	1700
Сталь/Steel 45	Нормализация Normalization	470 HV	270	380	610

Экспериментальные исследования осуществ-
лялись на центре для износоусталостных испы-
таний SZ-01 при частоте вращения образца 3000
оборотов в минуту в соответствии со стандарта-
ми ГОСТ 15150-69 и ГОСТ 30755-2001.

Центр SZ-01 позволяет помимо традицион-
ного измерения среднего за некоторый период
испытаний сближения осей (износа) также ис-
следовать локальные повреждения (износ) в 8-ми
точках вдоль пути трения для каждого цикла на-
гружения.

После проведения испытаний полученные
результаты представляются в виде кривых изме-
нения износа по времени и в виде кругов износа
для конкретных моментов.

Одной из основных измеряемых при изно-
соусталостных испытаниях характеристик явля-
ется момент трения M_T . Данная характеристика
представляется в виде временного ряда в зави-
симости от количества циклов нагружения.

Из рисунка 2 видно, что при постоянной
контактной силе $F_N = 254$ Н, которой соот-
ветствует максимальное контактное давле-
ние $p_0 = 2400$ МПа, величина момента тре-
ния M_T изменяется при росте неконтактной
изгибающей силы Q . Это явление в трибофа-
тике получило название обратного эффекта.
В условиях рассматриваемого испытания при
увеличении неконтактной изгибающей вал
силы Q с 200 до 350 МПа момент трения M_T

в области контактного взаимодействия ролика
и вал увеличивался при неконтактном осевом
сжатии ($\sigma(Q) < 0$) и уменьшался при некон-
тактном осевом растяжении ($\sigma(Q) > 0$) при-
мерно на 12 %.

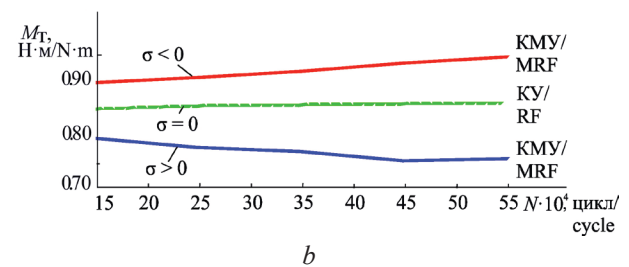
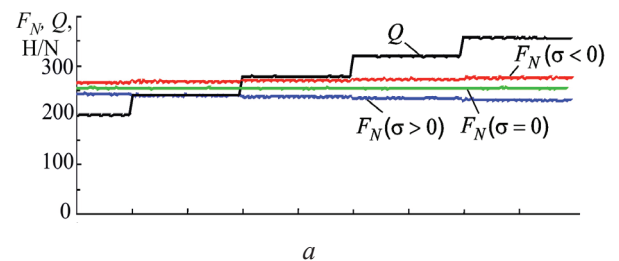


Рисунок 2 – Осредненные протоколы испытаний
на контактную (КУ) (a) и контактно-механическую
(КМУ) (b) усталость: F_N – контактная сила; Q – не-
контактная изгибающая вал сила; M_T – момент тре-
ния

Figure 2 – Averaged test protocols for contact (RF) and
mechano-rolling (MRF) fatigue: F_N – contact force;
 Q – non-contact shaft bending force; M_T – frictional
moment

Обработка временных рядов выходных данных

Рассмотрим результаты измерения сближения осей δ ролика и вала при испытаниях на контактно-механическую усталость для ступенчато-возрастающей контактной нагрузки F_N до 850 Н и изгибающей нагрузки $Q = 220$ Н при начальных биениях вала (образца) Δ , равных 10 и 40 мкм (см. рисунок 3). Из рисунка 3 видно, что при большем начальном биении вала (40 мкм) в точке 1 графика начинается нестационарный

процесс деформирования, а в точке 2 начинается виброударный процесс. Задача определения моментов наступления подобных событий не после эксперимента, а в его процессе, довольно сложна из-за большого количества ежесекундно поступающих данных. Действительно, в минуту происходит 3000 оборотов вала и в течение каждого оборота передаются значения сближения осей в 8 точках по окружности образца. Это требует особого подхода к анализу соответствующего временного ряда.

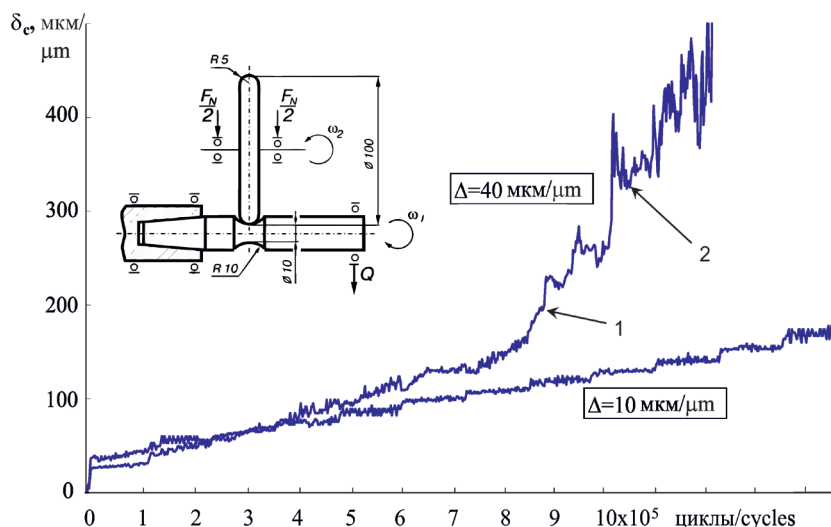


Рисунок 3 – Зависимость сближения осей ролика и вала от количества циклов испытаний при контактно-механической усталости: 1 – начало нестационарного процесса деформирования; 2 – начало виброударного процесса; Δ – начальные биения вала (образца)

Figure 3 – Dependence of roller and shaft axes approach on the number of test cycles under mechano-rolling fatigue: 1 – the beginning of non-stationary deformation process; 2 – the beginning of vibro-impact process; Δ – initial outruns of the shaft (specimen)

На данный момент существует большое количество методов обработки временных рядов. Отметим лишь некоторые из них: простая скользящая средняя, экспоненциальная скользящая средняя, вейвлет-преобразование.

Метод скользящей средней заключается в усреднении поступающего сигнала по некоторому окну из N наблюдений:

$$A_k = \sum_{i=k}^{N+k} \frac{a_i}{N}, \quad (1)$$

где a_i – элемент исходного числового ряда; N – ширина окна; A_k – k -ый элемент обработанного ряда.

Метод экспоненциальной скользящей средней заключается в применении для временного ряда формулы:

$$Ema_i = Ema_{i-1} + \frac{2}{N+1}(a_i - Ema_{i-1}), \quad (2)$$

где Ema_i – последнее значение скользящей экспоненциальной средней; a_i – элемент числового ряда; N – ширина окна.

Для рассмотрения вейвлет-преобразования обратимся к временному ряду длительностью $T=2M$:

$$\gamma_t, t = 1, \dots, T. \quad (3)$$

В классическом дискретном вейвлет-преобразовании используется «пирамидальная» схема (алгоритм Малла), когда число вейвлет-коэффициентов на каждом последующем (более высоком) уровне разрешения в два раза больше, чем на предыдущем. Такая схема удобна с точки зрения минимальности объема хранимых данных и вычислительной трудоемкости алгоритма декомпозиции,

однако имеет и ряд своих недостатков: алгоритм реконструкции ряда достаточно сложен; в случае добавления информации к наблюдениям появляется необходимость в пересчете всех вейвлет-коэффициентов; эффективный алгоритм декомпозиции существует только для случая, когда длина временного ряда является степенью 2.

Для устранения этих недостатков (за счет избыточности получаемых коэффициентов) может применяться недецимированное вейвлет-преобразование [12].

Недецимированные вейвлет-коэффициенты определяются следующим образом.

На первом этапе задается число уровней разложения M , на которые производится вейвлет-декомпозиция временного ряда.

На втором этапе строится семейство последовательно «сглаживаемых» временных рядов (вейвлет-коэффициентов) по следующему правилу:

$$c_0(t) = \gamma_t, t = 1, \dots, T; \quad (4)$$

$$c_i(t) = \sum_{k=1}^n h(k) c_{i-1}(t + 2^{i-1}k), i = 1, \dots, M,$$

где $h(k)$ – фильтр длины n , который, как правило, удовлетворяет следующим условиям:

- сумма значений компонент вектора равна t ;
- все компоненты неотрицательны;
- вектор симметричен.

На третьем этапе вычисляются разности вейвлет-коэффициентов:

$$\phi_i(t) = c_{i-1}(t) - c_i(t), \quad (5)$$

Тогда исходный временной ряд можно представить в виде:

$$\gamma_t = c_m(t) + \sum_{j=1}^M \phi_j(t). \quad (6)$$

Применительно к разработке процедуры сглаживания экспериментальных временных рядов на модельном сигнале были испытаны различные методы его обработки (см. рисунок 4):

- скользящая средняя (1) (sma);
- экспоненциальная скользящая средняя (2) (ema);
- вейвлет-преобразование и простая скользящая средняя, примененная к разностям вейвлет-коэффициентов (4) ($wsma$);
- вейвлет-преобразование и экспоненциальная скользящая средняя, примененная к разностям вейвлет-коэффициентов (4) ($wema$).

Анализ рисунка 4 показывает, что наилучшее приближение дает метод $wema$ восстановления сигнала (6) из вейвлет-преобразования (4), (5) с использованием экспоненциальной скользящей средней для сглаживания разностей вейвлет-коэффициентов (5).

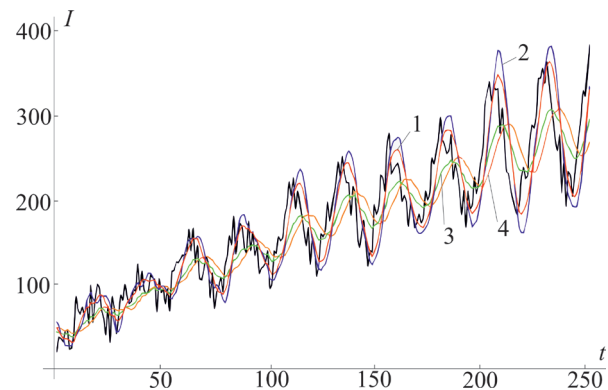
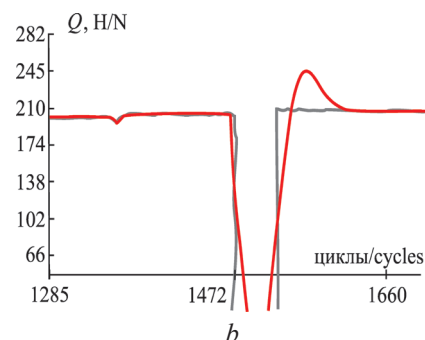
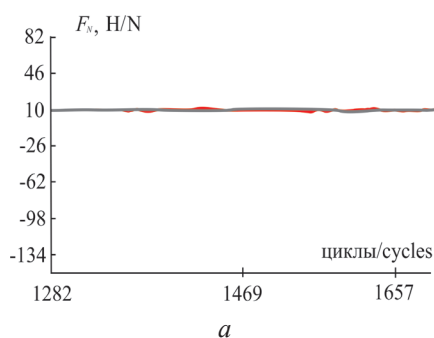


Рисунок 4 – Анализ модельного временного ряда методами вейвлет-преобразования и экспоненциальной скользящей средней, примененной к разностям вейвлет-коэффициентов (1), вейвлет-преобразования и простой скользящей средней, примененной к разностям вейвлет-коэффициентов (2), экспоненциальной скользящей средней (3), скользящей средней (4)

Figure 4 – Model time series analysis by wavelet transform and exponential moving average applied to the difference of the wavelet coefficients (1), wavelet transform and moving average applied to the differences of the wavelet coefficients (2), exponential moving average (3), moving average (4)

Апробированный на модельном ряде метод $wema$ был применен для сглаживания в реальном времени экспериментальных данных, поступающих от испытательного центра (см. рисунок 5).



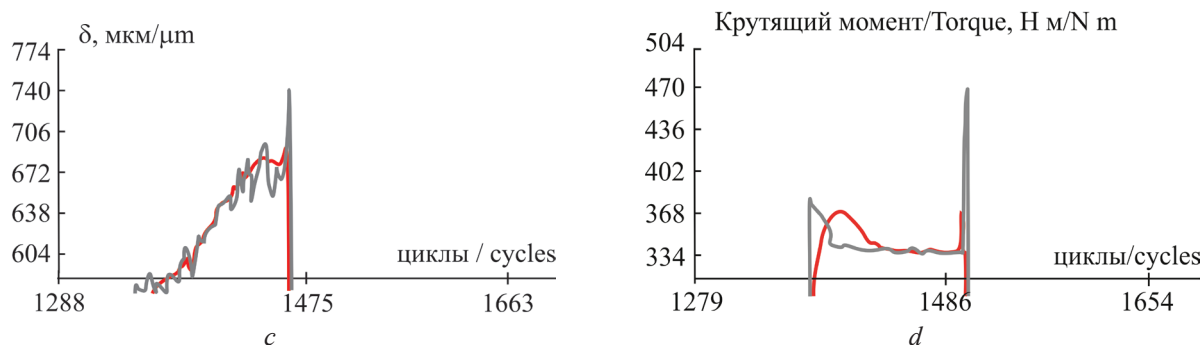


Рисунок 5 – Сглаживание экспериментальных данных методом экспоненциальной скользящей средней, примененной к разностям вейвлет-коэффициентов: контактная нагрузка (а), изгибающая неконтактная нагрузка (б), сближение осей ролика и вала (с), крутящий момент (д)

Figure 5 – Smoothing of experimental data by wavelet transform and exponential moving average applied to the difference of the wavelet coefficients method: contact load (a), bending non-contact load (b), approach of roller and shaft axes (c), torque (d)

На рисунках 5b, d видно характерное запаздывание сглаженного временного ряда при резком ступенчатом изменении исходного сигнала. Однако при сравнительно небольших колебаниях значений исходного сигнала (рисунок 5с, d) применение метода *weta* позволило сгладить временные ряды.

Заключение

Рассмотрено временное измерение момента трения, сближения осей (износа) и локальных повреждений при исследовании контактной и контактно-механической усталости на испытательном центре SZ-01 в зависимости от контактных и неконтактных нагрузок.

Разработан программный модуль для сглаживания экспериментальных данных поступающих от испытательного центра. На тестовом примере показано, что наилучшее приближение к исходному ряду дает вейвлет-преобразование с использованием экспоненциальной скользящей средней для сглаживания разностей между коэффициентами вейвлет-преобразования. Применение данной модели в центре SZ-01 позволило сгладить временные ряды, характеризующие изменение сближения осей ролика и вала и крутящего момента.

Список использованных источников

1. Мышкин, Н.К. Трибология. Принципы и приложения / Н.К. Мышкин, М.И. Петраковец. – ИММС НАНБ: Гомель, 2002. – 304 с.

2. Сосновский, Л.А. Основы трибофатики / Л.А. Сосновский. – Гомель: БелГУТ, 2003. – Т. 1 – 246 с., Т. 2 – 234 с.

3. Сосновский, Л.А. Механика износоусталостного повреждения / Л.А. Сосновский. – Гомель: БелГУТ, 2007. – 434 с.

4. Щербаков, С.С. Об одном требовании к выбору коэффициента трения в силовой системе / С.С. Щербаков // Заводская лаборатория. – 2005. – Т. 71, № 2. – С. 46–48.

5. Sosnovskiy, L.A. Methods and main results of Tribo-Fatigue tests / L.A. Sosnovskiy [et al.] // International Journal of Fatigue. – 2014. – Vol. 66. – P. 207–219.

DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2014.04.006

6. Тюрин, С.А. Исследование волн пластичности при контактно-механической усталости / С.А. Тюрин // Вестник Брестского государственного технического университета. – 2001. – № 4. – С. 11–14.

7. Eadie, D.T. Field studies of the effect of friction modifiers on short pitch corrugation generation. Proceedings of 7th international conference on contact mechanics and wear of rail/wheel systems / D.T. Eadie [et al.] // Brisbane. – 2006. – Vol. 1. – P. 235–243.

8. Kouanga, C.T. On the estimation of finite lifetime under fretting fatigue loading / C.T. Kouanga [et al.] // Int. J. of Fatigue. – 2018. – Vol. 112. – P. 138–152.

DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2018.03.013

9. Тюрин, С.А. Экспериментальное исследование остаточных волнообразных повреждений при инициированном начальном искажении формы образца / С.А. Тюрин, С.С. Щербаков // Вестник БелГУТ: Наука и транспорт. – 2005. – № 2 (11). – С. 88–93.

10. Wang, Y. Discrete Wavelet Transform for Nonstationary Signal Processing / Y. Wang [et al.] //

Discrete Wavelet Transforms – Theory and Applications, InTech. – 2011. – P. 21–42.

11. Akansu, A.N. Emerging applications of wavelets: A review / A.N. Akansu, W.A. Serdijn, I.W. Selesnick // Phys. Communication. – 2010. – Vol. 3, no. 1. – P. 1–18.
DOI: 10.1016/j.phycom.2009.07.001

12. Миротин, Е.А. Прогнозирование временных рядов с использованием непрореженного вейвлет-преобразования и односторонних фильтров / Е.А. Миротин // Вестник БГУ. Сер. 1. – 2011. – № 2 – С. 127–132.

References

1. Myshkin N.K., Petrakovets M.I. *Tribologiya. Printsipy i prilozheniya* [Tribology. Principles and applications]. Gomel, MPRI NASRB, 2002, 304 p.

2. Sosnovskii L.A. *Osnovy tribofatiki* [Fundamentals of tribo-fatigue]. Gomel, BelSUT, 2003, vol. 1, 246 p., vol. 2, 234 p.

3. Sosnovskii L.A. *Mekhanika iznosoustalostnogo povrezhdeniya* [Mechanics of wear-and-fatigue damage]. Gomel, BelSUT, 2007, 434 p.

4. Sherbakov S.S. [On one requirement for the choice of coefficient of friction in the power system]. *Zavodskaya laboratoriya* [Factory laboratory], 2005, vol. 71, no. 2, pp. 46–48 (in Russian).

5. Sosnovskiy L.A., Bogdanovich A.V., Yelovoy O.M., Tyurin S.A., Komissarov V.V., Sherbakov S.S. [Methods and main results of Tribo-Fatigue tests]. *International Journal of Fatigue*, 2014. vol. 66. pp. 207–219.
DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2014.04.006

6. Tyurin S.A. [Investigation of plasticity waves in contact-mechanical fatigue]. *Vestnik BrGTU* [BrSTU Bull.], 2001, no. 4, pp. 11–14 (in Russian).

7. Eadie D.T., Santoro M., Oldknow K., Oka Y. Field studies of the effect of friction modifiers on short pitch corrugation generation. Proceedings of 7th international conference on contact mechanics and wear of rail/wheel systems. *Brisbane*, 2006, vol. 1, pp. 235–243.

8. Kouanga C.T., Jones J.D., Reville I., Wormald A., Nowell D., Dwyer-Joyce R.S., Araújo J.A., Susmel L. On the estimation of finite lifetime under fretting fatigue loading. *Int. J. of Fatigue*, 2018, no. 112, pp. 138–152.
DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2018.03.013

9. Tyurin S.A., Sherbakov S.S. [Experimental investigation of residual wave-like damages at initiated initial distortion of the sample shape]. *Vestnik BelGUT* [BelSUT Bull.], 2005, no. 2 (11), pp. 88–93 (in Russian).

10. Yansong Wang, Weiwei Wu, Qiang Zhu and Gongqi Shen. Discrete Wavelet Transform for Nonstationary Signal Processing. *Theory and Applications, InTech.*, 2011, pp. 21–42.

11. Akansu A.N., Serdijn W.A., Selesnick I.W. Emerging applications of wavelets: A review. *Phys. Communication*, 2010, no. 3, pp. 1–18.
DOI: 10.1016/j.phycom.2009.07.001

12. Mirotin E.A. [Forecasting time series using non-decimated wavelet transform and one-sided filters]. *Vestnik BSU* [BSU Bull.], Ser. 1., 2011, no. 2, pp. 127–132 (in Russian).

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ СТАТЕЙ

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

1. Материал статьи должен соответствовать профилю журнала и излагаться предельно ясно.

2. Статья представляется на русском или английском языке и публикуется на языке представления.

3. Поступившие в редакцию статьи проходят двойное полуслепое рецензирование. Основные критерии целесообразности опубликования – актуальность тематики, информативность, научная новизна.

4. Статья представляется в распечатанном и в электронном виде в формате текстового редактора Word for Windows. Объем статьи не должен превышать 14 страниц, включая текст (шрифт Times New Roman, размер 12 п., интервал 1,5), таблицы, графический материал, всю необходимую информацию на английском языке.

5. На первой странице статьи указываются: индекс УДК, название статьи, фамилии авторов (фамилия автора, с которым следует вести переписку, отмечается звездочкой и указывается его адрес электронной почты), названия и почтовые адреса организаций (улица, номер дома, индекс, город, страна), в которых работают авторы, на русском и английском языках. Статья включает: аннотацию (в пределах 200–250 слов); ключевые слова (не более 5); введение, в котором 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 четким. Фотографии представляются в электронном виде (**формат tif, jpg, разрешение не менее 300 dpi**). Все рисунки нумеруются и сопровождаются подписными подписями. Фрагменты рисунка обозначаются строчными курсивными латинскими буквами – «a», «b» и т. д. Надписи на рисунках и подписи к рисункам даются на русском и английском языках. Все сокращения и обозначения на рисунках должны быть расшифрованы в подписной подписи. Рисунки желательно предоставлять в цвете.

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 (grad, div, ln, min, max и др.), 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 вверх не ставятся).

12. Список использованных источников составляется в порядке упоминания ссылок по тексту, должен содержать полные библиографические данные и приводится в конце статьи. Не рекомендуется давать ссылки на материалы конференций, статьи из электронных журналов без идентификатора DOI, учебные пособия, интернет-ресурсы. Ссылки на неопубликованные работы не допускаются. Желательно, чтобы количество ссылок было не менее 10; самоцитирование – не более 20 %.

13. Авторы на отдельной странице предоставляют о себе следующие сведения: фамилия, имя, отчество, ученая степень и звание, место работы и занимаемая должность, адрес электронной связи.

14. Статьи, излагающие результаты исследований, выполненных в учреждениях, должны иметь соответствующее разрешение на опубликование в открытой печати.

15. При необходимости в конце основного текста указываются наименование фонда, оказавшего финансовую поддержку, или уровень и наименование программы, в рамках которой выполнена работа, на русском и английском языках.

16. Авторы несут ответственность за направление в редакцию статей, ранее уже опубликованных или принятых к печати другими изданиями.

17. Статьи, не соответствующие перечисленным требованиям, к рассмотрению не принимаются и возвращаются авторам. Датой поступления считается день получения редакцией первоначального варианта текста.

18. Редакция предоставляет возможность первоочередного опубликования статей лицам, осуществляющим послевузовское обучение (аспирантура, докторантура, соискательство), в год завершения обучения; не взимает плату с авторов за опубликование научных статей; оставляет за собой право производить редакторские правки, не искажающие основное содержание статьи.

AUTHOR GUIDELINES

1. Article materials should correspond to the journal profile and be clearly written.

2. An article should be submitted in Russian or English and will be published in its original language.

3. Articles received by the Editorial Board will be reviewed by 2 specialists. The main criteria of acceptance are theme actuality, information value, and scientific novelty.

4. All materials should be submitted in two hard copies together with electronic file in the Word for Windows format (97/2000/2003). The paper should not exceed 14 pages of the typewritten text (Times New Roman, 12 points, 1.5-space).

5. The article should contain UDC number, Title (printed in capitals), Authors' names (the corresponding author name should be marked with asterisk), full Address of organization(s) in which the author(s) work, 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 described.

8. Tables should be placed directly in the article body. Diagrams and tables should not contain the same information. Each table should have the title. All tables, diagrams and figures should be referenced in the text.

9. Symbols and abbreviations which are used in articles should be deciphered directly in the text and also (if necessary) taken out on a separate page.

10. Dimensions of all quantities used in the article should correspond to International System of Units.

11. Formulas should be typed in 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