

ISSN 1996-0948
ISSN 2949-561X (Online)

**ПРИКЛАДНАЯ
ФИЗИКА**

**APPLIED
PHYSICS**

3` 25



Редакционная коллегия

Андреев Степан Николаевич	д.ф.-м.н., Институт общей физики им. А. М. Прохорова Российской академии наук, Москва, Россия
Болтарь Константин Олегович	д.ф.-м.н., профессор, ГНЦ РФ АО «НПО «Орион», Москва, Россия
Василяк Леонид Михайлович	д.ф.-м.н., профессор (<i>зам. гл. ред.</i>), Объединенный институт высоких температур Российской академии наук, Москва, Россия
Гусейн-заде Намик Гусейнович	д.ф.-м.н., профессор, Институт общей физики им. А. М. Прохорова Российской академии наук, Москва, Россия
Иванов Вячеслав Алексеевич	к.ф.-м.н., доцент, Институт общей физики им. А. М. Прохорова Российской академии наук, Москва, Россия
Иванов Виктор Владимирович	д.ф.-м.н., профессор, член-корреспондент РАН, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет), Москва, Россия
Конов Виталий Иванович	д.ф.-м.н., академик РАН, Институт общей физики им. А. М. Прохорова Российской академии наук, Москва, Россия
Климанов Евгений Алексеевич	д.т.н., профессор, ГНЦ РФ АО «НПО «Орион», Москва, Россия
Лебедев Юрий Анатольевич	д.ф.-м.н., Институт нефтехимического синтеза Российской академии наук, Москва, Россия
Лямшев Михаил Леонидович	к.ф.-м.н., Институт общей физики им. А. М. Прохорова Российской академии наук, Москва, Россия
Майоров Сергей Алексеевич	д.ф.-м.н., Объединенный институт высоких температур Российской академии наук, Москва, Россия
Никитов Сергей Аполлонович	д.ф.-м.н., академик РАН, профессор, Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова Российской академии наук, Москва, Россия
Пономаренко Владимир Павлович	д.ф.-м.н., профессор, ГНЦ РФ АО «НПО «Орион», Москва, Россия
Попов Сергей Викторович	д.т.н., Холдинг «Швабе», Москва, Россия
Холоднов Вячеслав Александрович	д.ф.-м.н., профессор, Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова Российской академии наук, Москва, Россия
Хомич Владислав Юрьевич	д.ф.-м.н., академик РАН, Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук, Москва, Россия
Яковлева Наталья Ивановна	д.т.н., ГНЦ РФ АО «НПО «Орион», Москва, Россия
Ямщиков Владимир Александрович	д.т.н., член-корреспондент РАН, Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук, Москва, Россия

Editorial Board

- Stepan Andreev** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Konstantin Boltar** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, RD&P Center ORION, Moscow, Russia
- Leonid Vasilyak** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor (*Deputy Editor-in-Chief*), Joint Institute for High Temperatures of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Namik Gusein-zade** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Vyacheslav Ivanov** PhD (Phys.-Math.), Associate Professor, Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Victor Ivanov** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Moscow Institute of Physics and Technology, Dolgoprudny, Moscow Region, Russian
- Vitaly Konov** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Academician of the Russian Academy of Sciences, Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Evgeniy Klimanov** Dr. Sci. (Eng.), Professor, RD&P Center ORION, Moscow, Russia
- Yuri Lebedev** Dr. Sci. (Phys.-Math.), A. V. Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Michael Lyamshev** PhD (Phys.-Math.), Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Sergey Maiorov** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Joint Institute for High Temperatures of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Sergey Nikitov** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, Academician of the Russian Academy of Sciences, Kotelnikov Institute of RadioEngineering and Electronics of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Vladimir Ponomarenko** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, RD&P Center ORION, Moscow, Russia
- Sergey Popov** Dr. Sci. (Eng.), Shvabe Holding, Moscow, Russia
- Vyacheslav Kholodnov** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, Kotelnikov Institute of RadioEngineering and Electronics of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Vladislav Khomich** Dr. Sci. (Phys.-Math.), Academician of the Russian Academy of Sciences, Branch of Federal State Budgetary Scientific Institution for Electrophysics and Electric Power of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia
- Natalia Iakovleva** Dr. Sci. (Eng.), RD&P Center ORION, Moscow, Russia
- Vladimir Yamshchikov** Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Branch of Federal State Budgetary Scientific Institution for Electrophysics and Electric Power of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

ПРИКЛАДНАЯ ФИЗИКА®

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

2025, № 3

Основан в 1994 г.

Москва

СОДЕРЖАНИЕ

ОБЩАЯ ФИЗИКА

- Параметры метеорных потоков и периодичность образования серебристых облаков в ограниченных широтах Земли
Василяк Л. М., Шубралова Е. В., Чикирев В. Н. 5
- Визуализация опухоли на основе обработки вейвлет-преобразования эластографического сигнала с помощью нейросети
Краевчук Д. А. 12

ФОТОЭЛЕКТРОНИКА

- Влияние режимов отжига контактных систем Si-Al и Si-Ti-Al на коэффициент усиления *n-p-n* биполярных транзисторов
Попов К. А., Антонова В. Е., Родина А. М., Климанов Е. А., Ляликов А. В. 19
- Анализ надежности фотомодуля инфракрасного диапазона с режимом временной задержки и накопления с цифровыми выходами
Романов Е. К., Бурлаков В. И., Чеботаренко Д. Д., Юдовская А. Д. 25
- Получение коллоидных квантовых точек PbSe и тонких пленок на их основе с использованием раствора селена в децане-1
Шуклов И. А., Миленкович Т., Вершинина О. В., Дубровина Н. В., Сапцова О. А., Попов В. С., Иванов В. В. 34

ФИЗИКА ПЛАЗМЫ И ПЛАЗМЕННЫЕ МЕТОДЫ

- Исследование процесса плазмохимического травления диоксида кремния для изготовления изделий МЭМС
Каранин Н. С. 42
- Регистрация спектров излучения плазмы гадолиния при воздействии лазерами на твердотельную мишень
Чернов Д. О., Гасин А. С., Дворниченко М. Е., Михайлов А. Д., Никифоров А. С., Саркаров Н. Э., Иванов А. И. 47

ФИЗИЧЕСКОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

- Некоторые результаты модификации лазерным излучением нанопорошка диоксида циркония в растворе нитрата серебра
Вальяно Г. Е., Бородина Т. И., Маликов М. М., Сажнова О. В. 53
- Вариация свободных поверхностных энергий пленок термически восстановленного оксида графена, полученных на подложках оксида индия и олова
Ильин М. Е., Тойкка А. С., Каманина Н. В. 60
- Влияние термического отжига на свойства пленок оксида меди, полученных методом высокочастотного магнетронного распыления
Саенко А. В., Билык Г. Е., Хубежов С. А., Козюменко К. А., Смирнов В. А. 66
- Исследование влияния величины сопротивления толстопленочных резистивных компонентов на мощность низкочастотного шума
Сокурченко В. А., Сахаров Ю. В., Артищев С. А. 74

ФИЗИЧЕСКАЯ АППАРАТУРА И ЕЁ ЭЛЕМЕНТЫ

- Влияние наносекундных импульсов напряжения на клетки модельных мембран млекопитающих
Шершунова Е. А., Мошкуное С. И., Небогаткин С. В., Романов К. И., Воеводин В. В., Рябинин А. А., Роговая О. С., Воротеляк Е. А., Мищенко В. В., Крюков А. И., Ильин М. М. 81
- Влияние времени воздействия СВЧ-излучения на микробную деконтаминацию и потребительские свойства какао-веллы молотой
Васильева Н. А., Тихонов В. Н., Фролова Н. А., Губина О. А., Иванов И. А., Горбатов С. А., Тихонов А. В. 88

ПЕРСОНАЛИИ

- Юбилей Александра Сергеевича Сигова 95

ИНФОРМАЦИЯ

- Правила для авторов 97

APPLIED PHYSICS [in Russian]

THE SCIENTIFIC AND TECHNICAL JOURNAL

2025, № 3

Founded in 1994

Moscow

CONTENTS

GENERAL PHYSICS

- Parameters of meteor showers and the frequency of formation of silvery clouds in limited latitudes of the Earth**
Vasilyak L. M., Shubralova E. V. and Chikirev V. N. 5
- Tumor visualization of elastographic study based on wavelet transform processing using neural network**
Kravchuk D. A. 12

PHOTOELECTRONICS

- Influence of annealing modes of Si-Al and Si-Ti-Al contact systems on the gain n - p - n of bipolar transistors**
Popov K. A., Antonova V. E., Rodina A. M., Klimanov E. A. and Lyalikov A. V. 19
- Analysis of the reliability of the infrared focal plane array with time delay integration with digital outputs**
Romanov E. K., Burlakov V. I., Chebotarenko D. D. and Yudovskaya A. D. 25
- Preparation of PbSe colloidal quantum dots and thin films by application of the solution of selenium in decene-1**
Shuklov I. A., Milenkovich T., Verшинina O. V., Dubrovina N. V., Saptsova O. A., Popov V. S. and Ivanov V. V. 34

PLASMA PHYSICS AND PLASMA METHODS

- Investigation of the process of plasma etching of silicon dioxide for the manufacture of MEMS devices**
Karanin N. S. 42
- Registration of Gd plasma spectra when exposed to lasers on solid target**
Chernov D. O., Gasin A. S., Dvornichenko M. E., Mikhaylov A. D., Nikiforov A. S., Sarkarov N. E. and Ivanov A. I. 47

PHYSICAL SCIENCE OF MATERIALS

- Some results of laser modification of zirconium dioxide nanopowder in silver nitrate solution**
Val'vano G. E., Borodina T. I., Malikov M. M. and Sazhnova O. V. 53
- Free energy variation of thermally reduced graphene oxide films obtained on indium tin oxide substrates**
Ilin M. E., Toikka A. S. and Kamanina N. V. 60
- Effect of thermal annealing on the properties of copper oxide films obtained by radio-frequency magnetron sputtering**
Saenko A. V., Bilyk G. E., Khubezhov S. A., Kozyumenko K. A. and Smirnov V. A. 66
- Study of the influence of the resistance value of thick-film resistive components on the power of low-frequency noise**
Sokurenko V. A., Sakharov Yu. V. and Artishchev S. A. 74

PHYSICAL EQUIPMENT AND ITS ELEMENTS

- Effect of nanosecond voltage pulses on mammalian model membrane cells**
Shershunova E. A., Moshkunov S. I., Nebogatkin S. V., Romanov K. I., Voevodin V. V., Riabinin A. A., Rogovaya O. S., Vorotelyak E. A., Mishchenko V. V., Kryukov A. I. and Ilyin M. M. 81
- The influence of microwave exposure time on microbial decontamination and consumer properties of ground cocoa shells**
Vasilyeva N. A., Tikhonov V. N., Frolova N. A., Gubina O. A., Ivanov I. A., Gorbatov S. A. and Tikhonov A. V. 88

PERSONALIA

- Anniversary of A. S. Sigov 95

INFORMATION

- Rules for authors 97

УДК 621.384.62; 629.7
EDN: AIPNTO

PACS: 87.65.+y, 96.50.Pw

Параметры метеорных потоков и периодичность образования серебристых облаков в ограниченных широтах Земли

© Л. М. Василяк^{1,*}, Е. В. Шубралова², В. Н. Чикирев²¹ Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, 125412 Россия

* E-mail: vasilyak@ihed.ras.ru.

² АО Центральный научно-исследовательский институт машиностроения,
Московская обл., г. Королёв, 141070 Россия

Статья поступила в редакцию 8.04.2025; после доработки 25.04.2025; принята к публикации 2.06.2025
Шифр научной специальности: 1.3.1

На основе анализа исследований свечения метеорных потоков, зарегистрированных в международных космических экспериментах «УФ-атмосфера» с 2019 г. и «Терминатор» на Международной космической станции, сделан вывод, что присутствие непрерывно движущиеся к Земле мельчайших частиц метеорных потоков является одной из причин периодического образования серебристых облаков в ограниченных широтах Земли. Анализ показал, что количество зарегистрированных случаев свечения метеоров в УФ области спектра в атмосфере превышает стандартное расчетное зенитное часовое число потоков, а установленная непрерывность и непостоянство частиц (плотности) в потоках кометных хвостов в эпоху активности объясняет регулярность образования и изменчивость структуры серебристых облаков. Регистрация серебристых облаков подтверждает динамичность околоземного пространства.

Ключевые слова: серебристые облака; метеорные потоки; международная космическая станция.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-5-11

Введение

Научные данные, полученные на международной космической станции (МКС) в космических экспериментах (КЭ) «УФ-атмосфера» с 2019 г. по регистрации импульсов свечения входящих в атмосферу метеоров и «Терминатор» по регистрации аэрозольных слоев на высотах верхней мезосферы, могут быть использованы для анализа явлений в околоземном пространстве, например, таких как «серебристые облака». Серебристые облака [1–4] (также известны как мезосферные облака или ночные светящиеся облака) – это очень разреженные облака, возникающие в мезосфере под мезопаузой (на высоте 75–90 км) и видимые при погружении Солнца под горизонт от -4° до -16° (после полного заката, либо перед

началом рассвета) на фоне слабо освещенного неба. Серебристые облака видны в Северном полушарии на широтах от 45° до 80° с. ш. с мая по август и в Южном полушарии на широтах от 40° до 65° с декабря по февраль [2]. Тропосферные облака видны на фоне зари темными, а серебристые мезосферные облака – светлыми, так как зашедшее солнце может подсвечивать только высокие объекты. Оптическая плотность мезосферных облаков низкая, и через них видны звёзды. [4]. Серебристые облака неоднократно регистрировались на МКС.

Средняя скорость перемещения серебристых облаков в верхних слоях атмосферы велика, около 27,8 м/с, поэтому они могут быстро изменяться и проходить по небу значительное расстояние [1, 2, 4]. Средняя непре-

ривная длительность их видимости для одного пункта составляет 3–7 ночи. Зафиксированы случаи длительности более 10 ночей, например, в Московской обл. в 1977 г. – 12 ночей, в 1981 г. – 13 ночей, в 1987 г. – 22 ночи подряд; в северных районах (60° с. ш.) – 13 ночей в 1995 г. [2].

Л. А. Кулик в 1926 году предложил гипотезу образования серебристых облаков, согласно которой метеорные частицы, попавшие в атмосферу Земли, являются ядрами конденсации водяного пара [3]. В [4] приведен пример частицы льда с твердой частицей внутри, которая была выловлена мезосфере. Однако эта теория не объясняла появление серебристых облаков в ограниченном интервале высот, образование их в один и тот же период времени в одном широтном диапазоне и с характерной тонкой структурой. Данные МКС позволяют дополнить эту гипотезу. Анализ выполнен на основе данных в [1–12].

Образования серебристых облаков в результате воздействия метеороидных потоков

Анализ известных фактов наблюдений серебристых облаков и статистики по времени и координатам места их наблюдения позволяет предложить, что причиной образования серебристых облаков являются метеорные потоки кометных хвостов. Это подтверждают исследования на МКС «УФ атмосфера» и «Терминатор» по регистрации свечения входящих в атмосферу частиц регулярных метеороидных потоков кометных хвостов. Регулярность из года в год метеороидных потоков, постоянство времени действия и радианта

позволяет объяснить регулярность образования серебристых облаков в зонах действия этих потоков. Непрерывность и колебания плотности частиц потоков в эпоху активности [5] объясняют изменчивость структуры облаков. В целом такая модель позволяет объяснить:

- образование серебристых облаков в ограниченном интервале высот (мезосфере);
- регулярность наблюдения серебристых облаков в определенный период времени года в определенном широтном диапазоне (широтное-временное постоянство);
- тонкую и меняющуюся структуру облаков;
- передвижение с высокой скоростью по небу при наблюдении.

Метеороидные потоки кометных хвостов характеризуются следующими параметрами: λ – Солнечная долгота, она позволяет точно отразить положение Земли на орбите, все λ относятся к эпохе J2000.0; α , δ – координаты положения радианта, обычно во время максимума, α – прямое восхождение, δ – склонение; V – скорость входа метеоров в атмосферу; r – популяционный индекс распределения метеоров потока по яркости, при $r=2-2,5$ яркость метеоров потока выше среднего, а если r больше 3 – слабая; ZHR – зенитное часовое число, среднее количество метеоров, которое идеальный наблюдатель увидел бы в радианте, находящемся в зените, измеряется в метеорах в час. Примеры потоков с радиантами в северных и южных широтах показаны на рисунке 1. В таблице представлены параметры тех метеорных потоков, которые могут являться причиной образования серебристых облаков, статистика которых приводится далее в статье.

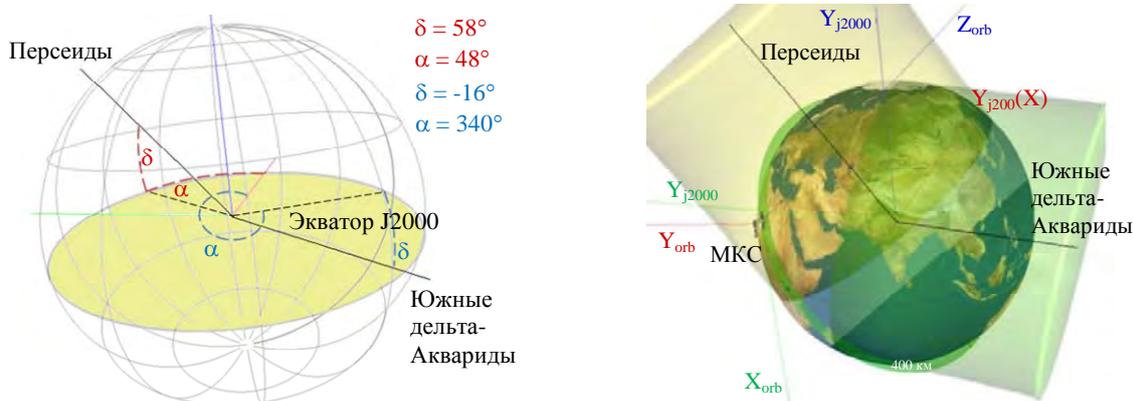


Рис. 1. Примеры потоков с радиантами в северных и южных широтах

Таблица

Параметры метеорных потоков

№ в тексте	Название потока	Эпоха активности	Максимум		Координаты радианта		V, км/с	r	ZHR
			Дата	λ	α	δ			
1	эта-Лириды	Май 03 – Май 14	Май 09	48,0°	287°	+44°	43	3,0	3
2	Июньские Боотиды	Июнь 22 – Июль 02	Июнь 27	95,7°	224°	+48°	18	2,2	Var
3	Персеиды	Июль 17 – Авг 24	Авг 12	140,0°	48°	+58°	59	2,2	150
4	каппа-Цигниды	Авг 03 – Авг 25	Авг 17	145°	286°	+59°	25	3,0	3
5	Дневные Ариетиды	Май 14 – Июнь 24	Июнь 07	76,6°	44°	+24°	38	2,8	50
6	Июньские Боотиды	Июнь 22 – Июль 02	Июнь 27	95,7°	224°	+48°	18	2,2	Var
7	Сентябрьские эpsilon-Персеиды	Сен 05 – Сен 21	Сен 09	166,7°	48°	+40°	64	3,0	5
8	Лириды	Апр 16 – Апр 25	Апр 22	32,32°	271°	+34°	49	2,1	18
9	дельта-Ауригиды	Окт 10 – Окт 18	Окт 11	198°	84°	+44°	64	3,0	2
10	Лео Минориды	Окт 19 – Окт 27	Окт 24	211°	162°	+37°	62	3,0	2
11	эта-Лириды	Май 03 – Май 14	Май 09	48,0°	287°	+44°	43	3,0	3
12	Геминиды	Дек 04 – Дек 17	Дек 14	262,2°	112°	+33°	35	2,6	120
13	Декабрьские Лео Минориды	Дек 05 – Фев 04	Дек 20	268°	161°	+30°	64	3,0	5
14	Урсиды	Дек 17 – Дек 26	Дек 22	270,7°	217°	+76°	33	3,0	10
15	Квадрантиды	Дек 28 – Янв 12	Янв 03	283,15°	230°	+49°	41	2,1	120
16	альфа-Центавриды	Янв 28 – Фев 21	Фев 08	319,2°	210°	-59°	56	2,0	6
17	гамма-Нормиды	Фев 25 – Март 28	Март 14	354°	239°	-50°	56	2,4	6
18	Фенициды	Ноя 28 – Дек 09	Дек 02	250,0°	18°	-53°	18	2,8	Var
19	Пуппиды/Велиды	Дек 01 – Дек 15	Дек 07	255°	123°	-45°	40	2,9	10
20	Южные дельта-Аквариды	Июль 17 – Авг 24	Авг 12	140,0°	48°	+58°	59	2,2	150

В экспериментах "УФ атмосфера" производилась регистрация импульсов свечения входящих в атмосферу метеоров в полосе длин волн ближнего УФ-излучения (300–400 нм) широкоугольным телескопом, который был установлен в надирной зоне МКС (угол обзора 44°) [6]. Количество зарегистрированных частиц, может достигать 250–350.

Поток "Персеиды": 21.07.2020 – 340 частиц, 22.07.2020 – 345 частиц, 13.08.2020 – 210 частиц, 14.08.2020 – 160 частиц, 20.08.2020 – 340 частиц, 21.08.2020 – 380 частиц.

Поток "Дневные Ариетиды": 25.05.2020 – 260 частиц, 26.05.2020 – 235 частиц, 15.06.2020 – 230 частиц, 16.06.2020 – 190 частиц.

Поток "Квадрантиды": 30.12.2019 – 170 частиц, 31.12.2019 – 160 частиц, 08.01.2020 – 75 частиц, 09.01.2020 – 50 частиц, 05.01.2021 –

75 частиц, 09.01.2021 – 120 частиц, 12.01.2021 – 120 частиц. Наблюдатели на Земле не увидят, возможно только с борта самолета.

Поток "Урсиды": 22.12.2020 – 310 частиц, 22.12.2023 – 55 частиц. Наблюдатели на Земле не увидят, возможно только с борта самолета.

Регистрация в надире МКС свечения значительно большего числа частиц, чем приводится в стандартных данных по зенитным часовым числам регулярных метеорных потоков может быть связано с более точной регистрацией мелких частиц, слабое свечение которые не видно с поверхности Земли на фоне шумов [5]. Результаты измерений показали динамичность околоземного пространства, присутствие непрерывно движущиеся к Земле мельчайших частиц метеорных потоков, кото-

рые создают серебристые облака, входя в верхнюю мезосферу (рис. 2).



Рис. 2. *Серебристые облака и крупная частица метеороидного потока. 08 июля 2020 г., Рязанская область [13]*

Это подтверждается результатами исследований КЭ «Терминатор», камерами которого в зоне лимба зарегистрированы аэрозольные слои на высотах верхней мезосферы – нижней термосферы (85–100 км) в средних широтах. Частицы метеороидных потоков кометных хвостов, входящие в атмосферу, разрушаются именно в этом диапазоне высот [7]. Наблюдаемые стационарные слоистые структуры находятся в динамическом равновесии, т. к. оседающие частицы, размер которых составляет несколько нанометров, замещаются частицами, прибывшими из метеорных потоков. Это согласуется с регистрацией телескопом в экспериментах «УФ атмосфера» свечения непрерывно движущихся к Земле мельчайших частиц метеорных потоков, создающих серебристые облака.

Статистические данные регистрации серебристых облаков

В северных широтах:

Для московской широты (55,44° с. ш.) и СПб региона (60° с. ш.) типичный период наблюдения серебристых облаков (СО) конец мая, июнь по июль (начало августа) определяется действием метеорных потоков с радиантомклонения от +44° с. ш. до +59° с. ш. (Таблица, №№ 1, 2, 3, 4, 20).

Даты регистрации серебристых облаков [1].

2003 г., июнь: 13, 14, 19, 20, 24, 25, 26, 27, 28.

2004 г.: июнь – 07, 08, 09, 11, 15, 17, 18, 20, 22, 25, 27, 29, 30; июль – 02, 03, 04, 05, 06, 07, 08, 14, 15, 17, 18, 19, 20; август – 12, 15.

2005 г.: май 2005 г. – 25; июнь – 01, 11, 13, 15, 16, 18, 19, 20, 23, 24, 25, 27, 28, 29, 30; июль – 01, 02, 03, 04, 05, 07, 10, 11, 13, 14, 15, 16, 17, 20, 21, 22, 24, 25, 26; август – 03.

2024 г.: июнь – 02, 04, 06, 13, 14, 15, 16, 19, 21, 22, 24, 27, 28, 29, 30; июль – 01, 02, 03, 04, 05, 06, 07, 08, 09, 10, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 21, 23, 25, 28; август – 02.

Даты и районы регистрации [2].

8 июня 1885 г., Киссинген (Германия) (50,12° с. ш.), 12 июня 1885 г., Москва (55,44° с. ш.), в том же месяце Отто Ессе в Германии, В. Ласка в Австро-Венгрии (от 42,1° до 51,3° с. ш.) (Таблица, № 5, 6).

В ночь с 1 на 2 июля 1908 г. самая южная точка наблюдений находилась на 44,5° с. ш. в Крыму, в районе г. Бахчисарая и на юге Франции в г. Барде (44° с. ш.), их появление связывали с космической катастрофой — Тунгусским взрывом (Таблица, № 6).

15, 16, 23 сентября 1968 г. в районе оз. Балхаш (46,9° с. ш.) (Таблица, № 7).

31 июля 1981 г., г. Томск (56,28° с. ш.) (Таблица, №№ 3, 20).

10–11 апреля 1982 г. вблизи Ленинграда (59,57° с. ш.) на горизонте были видны яркие (до пяти баллов) серебристые облака вместе с полярным сиянием (Таблица, № 8).

17–18 июля 2004 г., Whitehorse, Yukon Territory, Canada, и на следующую ночь вне Skagway, Alaska (59,28° с. ш.) (Таблица, №№ 3, 20).

13 октября 2012 г., Иран (в районе горы Салабан, 38° с. ш.) (Таблица, №№ 9, 10).

9 июня 2013 г. – провинция Альберта, Канада (54,30° с. ш.) (Таблица, № 5).

В ночь с 15 на 16 июня 2013 г. над Евразией от Белоруссии (от 56,1° до 51,16° с. ш.) до Красноярска (56,0° с. ш.) (Таблица, №№ 5, 6).

3, 4 мая 1938 г. 1, 2 мая 1976 г. неизвестные места в которых наблюдались СО (Таблица, № 11).

Регистрация с борта самолета [2].

9 декабря 1972 г., наклонные светящиеся полосы серебристых облаков над Сирией (35° с. ш.) и Ираком (33,20° с. ш.) (Таблица, №№ 12, 13).

28 декабря 1973 г. в виде ярких гребешков, гребней и волн наблюдали с самолета в

районе Балтийского моря ($58,37^\circ$ с. ш.) (Таблица, №№ 14, 15).

29 декабря 1978 г., на маршруте Москва–АлмаАта (43° с. ш.) (Таблица, № 15).

2 июля 2011 г., над Денвером, штат Колорадо США, 38° с. ш. (Таблица № 6).

В южных широтах.

Для регистрации серебристых облаков в южном полушарии от 40° до 65° ю. ш. наблюдения проводятся в конце декабря и в январе во время действия метеорных потоков с радиантом склонения от -45° до -59° (Таблица, №№ 16, 17, 18, 19).

17 ноября 2016 г. сезон серебристых облаков в Антарктиде начался раньше обычного (рис. 3). Ранее эти облака не появлялись до середины декабря. Поскольку снимок на рисунке 3 сделан на МКС, то возможно, что наблюдения с поверхности Земли не могли зафиксировать более ранние появления серебристых облаков.



Рис. 3. Серебристые облака над Антарктидой. Снимок сделан 17 ноября 2016 г. экипажем МКС-23 [12]

Химический (элементный) состав кометных хвостов на поверхности МКС

МКС в орбитальном полете на каждом витке пересекает метеороидные потоки. Анализ календарных данных метеороидных потоков и продолжительности пребывания МКС в зонах пересечения ими орбиты Земли показал, что МКС находится в потоке кометного вещества от 60 до 100% эпохи их активности. Расчёты, проведённые Центром управления полётами, показывают, что общее время нахождения в защищаемой Землей области

для МКС составляет 92,8 суток или 25,4 % суммарного времени прогнозирования движения станции на один год [10]. На внешнюю поверхность МКС попадает материал кометного вещества в течение более чем двух десятилетий орбитального полёта в околоземном космическом пространстве. В экспериментах «Тест» (АО «ЦНИИмаш») в период с 2010–2019 гг. космонавты отобрали четыре десятка проб мелкодисперсного осадка с поверхности МКС. Обнаружено 65 химических элементов, в том числе элементы, входящие в вулканические газы и в состав микрометеороидов в характерных соотношениях [8, 11]. По результатам нейтронно-активационного анализа в пробах выявлены радиоактивные изотопы осмия, радия, тория, урана, цезия (на загрязнённых участках анализируемых поверхностей концентрация этих элементов повышена в 3–4 раза), но источник следов не определен [9]. Эти элементы, особенно радиоактивные, могут быть инициаторами образования частиц льда и серебристых облаков. Проведение космическими средствами спектрального анализа серебристых облаков в даты действия конкретного потока позволит понять химический состав частиц в потоке, установить индивидуальность потоков и их состава, а также возможную степень опасности для космических аппаратов.

Заключение

Более 100 лет назад была предложена метеорно-метеороидная гипотеза образования серебристых облаков в результате попадания в атмосферу Земли метеорных частиц спорадических потоков. Однако эта теория не объясняла появление серебристых облаков в ограниченном интервале высот, образование их в один и тот же период времени в одном широтном диапазоне и с характерной тонкой структурой. Предложенная гипотеза образования серебристых облаков базируется на результатах исследований физики атмосферы Земли, выполненных в экспериментах на МКС «УФ атмосфера» и «Терминатор» по регистрации свечения входящих в атмосферу частиц 36 регулярных метеороидных потоков кометных хвостов. Постоянство времени пересечения орбиты Земли метеорными потоками и значения их радианта позволяет исполь-

зовать данные, полученные научной аппаратурой МКС на высотах верхней мезосферы – нижней термосферы Земли, для объяснения природы серебристых облаков. Установленная непрерывность частиц потоков (плотность) в эпоху активности объясняет регулярность образования и изменчивость структуры серебристых облаков в зонах действия потоков, а также диапазон широт Земли, где они наблюдаются. Результаты измерений показали динамичность околоземного пространства, и присутствие непрерывно движущиеся к Земле мельчайших частиц метеорных потоков, которые создают серебристые облака. Полученные результаты являются демонстрацией возможностей МКС как орбитальной исследовательской лаборатории.

Анализ данных по периодичности выполнен при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (Государственное задание № 075-00269-25-00).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Астрономический форум. Журнал наблюдений серебристых облаков. <https://astronomy.ru/forum/index.php/topic,2799.0.html>

2. Далин П. А., Ромейко В. А., Перцев Н. Н., Перминов В. И. / Природа. 2015. № 11. С. 18–26.
3. Кулик Л. А. / Мироведение. 1926. Т. XV. № 2. С. 173.
4. Бронитэн В. А. Серебристые облака и их наблюдение. – М.: Наука, 1984.
5. Василяк Л. М., Шубралова Е. И., Чикирев В. Н. / Прикладная физика. 2024. № 6. С. 14–19.
6. Белов А. А., Климов П. А., Шаракин С. А. / Пилотируемые полеты в космос. 2022. № 3(44). С. 93–104.
7. Беляев А. Н., Николайшвили С. Ш., Омельченко А. Н. и др. / Геомагнетизм и аэрономия. 2023. Т. 63. № 4. С. 455–466.
8. Шубралова Е. В., Беляев В. С., Василяк Л. М., Дешевая Е. А., Печеркин В. Я., Цыганков О. С. / Тезисы 3-й Международной конференции, посвященной 25-летию МКС. – Москва, 2023. С. 320–326.
9. Zinicovscaia I., Grozdov D., Yushin N., Safonov A., Proshin I., Volkov M., Pryadka A., Belyaev V., Shubralova E., Tsygankov O. / Acta Astronautica. 2021. Vol. 189. P. 278–282.
10. Deshevaya E. A., Shubralova E. V., Fialkina S. V. et al. / BioNanoScience. 2020. Vol. 10. P. 81–88.
11. Шубралова Е. В., Пеклевский А. В., Прокопович С. П., Успенский Ф. А., Чикирев В. Н. / Космические исследования. 2025. Т. 63. № 2. С. 29–38.
12. Сайт журнала «Северный маяк». <https://severnymayak.ru/2016/12/05/v-etom-godu-serebristye-oblaka-poyavilis-v-nebe-antarktidy-ranshe-obychnogo/>
13. Астронет. <https://www.astronet.ru/db/msg/1674925>

PACS: 87.65.+y, 96.50.Pw

Parameters of meteor showers and the frequency of formation of silvery clouds in limited latitudes of the Earth

L. M. Vasilyak^{1,*}, E. V. Shubralova² and V. N. Chikirev²

¹ Joint Institute for High Temperatures of Russian Academy of Sciences, Moscow, 125412 Russia

* E-mail: vasilyak@ihed.ras.ru

² Joint Stock Company «Central Research Institute for Machine Building», Korolev, Moscow Region, 141070 Russia

Received 8.04.2025; revised 25.04.2025; accepted 2.06.2025

Based on the analysis of studies of the glow of meteor showers recorded in the international space experiments “UV-atmosphere” since 2019 and “Terminator” on the International Space Station, it was concluded that the presence of tiny particles of meteor showers continuously moving towards the Earth is one of the reasons for the periodic formation of silvery clouds in limited latitudes of the Earth. The analysis showed that the number of recorded cases of meteor luminescence in the UV region of the spectrum in the atmosphere exceeds the estimated standard zenith hourly number of streams, and the established continuity and variability of particles (density) in the streams of cometary tails during the epoch of activity explains the

regularity of formation and variability of the structure of silvery clouds. The registration of silvery clouds confirms the dynamism of near-Earth space.

Keywords: silvery clouds; meteor showers; international space station.

REFERENCES

1. Astronomical Forum. A log of observations of silvery clouds. <https://astronomy.ru/forum/index.php/topic,2799.0.html>
2. Dalin P. A., Romeyko V. A., Pertsev N. N. and Perminov V. I., Nature, № 11, 18–26 (2015) [in Russian].
3. Kulik L. A., Mirovedenie **XV** (2), 173 (1926) [in Russian].
4. Bronshten V. A. Silvery clouds and their observation. Moscow, Nauka, 1984 [in Russian].
5. Vasilyak L. M., Shubralova E. V. and Chikirev V. N., Applied Physics, № 6, 14–19 (2024) [in Russian].
6. Belov A. A., Klimov P. A. and Sharakin S. A., Manned Space Flights, № 3(44), 93–104 (2022) [in Russian].
7. Belyaev A. N., Nikolaishvili S. Sh., Omelchenko A. N. et al., Geomagnetism and aeronomy **63** (4), 455–466 (2023) [in Russian].
8. Shubralova E. V., Belyaev V. S., Vasilyak L. M., Deshevaya E. A., Pecherkin V. Ya. and Tsygankov O. S., Abstracts of the 3rd International Conference dedicated to the 25th anniversary of the ISS. Moscow, 2023, pp. 320–326 [in Russian].
9. Zinicovscaia I., Grozdov D., Yushin N., Safonov A., Proshin I., Volkov M., Pryadka A., Belyaev V., Shubralova E. and Tsygankov O., Acta Astronautica **189**, 278–282 (2021).
10. Deshevaya E. A., Shubralova E. V., Fialkina S. V. et al., BioNanoScience **10**, 81–88 (2020).
11. Shubralova E. V., Peklevsky A. V., Prokopovich S. P., Uspensky F. A. and Chikirev V. N., Space research. **63** (2), 29–38 (2025) [in Russian].
12. The website of the Journal "Northern Lighthouse". <https://severnymayak.ru/2016/12/05/v-etom-godu-serebristye-oblaka-poyavilis-v-nebe-antarktity-ranshe-obychnogo/>.
13. Astronet, <https://www.astronet.ru/db/msg/1674925>

Об авторах

Василяк Леонид Михайлович, главный научный сотрудник, д.ф.-м.н., Объединенный институт высоких температур РАН (Россия, 125412, Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 2). E-mail: vasilyak@ihed.ras.ru SPIN-код РИНЦ 5623-5167, Author ID 19599

Шубралова Елена Владимировна, главный специалист, АО Центральный научно-исследовательский институт машиностроения (Россия, 141070, г. Королёв, Московской обл., ул. Пионерская, д. 4). E-mail: shubralova@mail.ru ORCID 0000-0001-6982-3038, Scopus 7004886755

Чикирев Владимир Николаевич, главный специалист, АО Центральный научно-исследовательский институт машиностроения (Россия, 141070, г. Королёв, Московской обл., ул. Пионерская, д. 4). E-mail: vladchi56@yandex.ru Author ID 609834

УДК 534.222
EDN: AUHEJF

PACS: 07.64.+z, *43.80.-n

Визуализация опухоли на основе обработки вейвлет-преобразования эластографического сигнала с помощью нейросети

© Д. А. Кравчук

ФГАОУ ВО «Южный федеральный университет» ИНЭП, г. Таганрог, 347922 Россия
E-mail: kravchukda@sfnedu.ru; denik545@ya.ru

Статья поступила в редакцию 11.12.2024; после доработки 14.02.2025; принята к публикации 2.06.2025
Шифр научной специальности: 2.2.12, 1.3.7

Рассмотрен новый неинвазивный диагностический метод получения изображений в эластографии, его принципы действия и клиническое применение, а также преимущества перед обычной ультразвуковой эластографией. На основе двумерного вейвлет преобразования построена зависимость поля смещения от поля упругости имитирующая образование злокачественных опухолей. Рассмотрены два типа моделируемых распределений модуля Юнга (с равномерным распределением Гаусса и в форме пересечения двух эллипсов). Сформированы поля смещений с изменяющимся пол глубине ткани модулем упругости. Сформированы 300 реализаций соответствующие каждому типу распределения для обучения разработанной нейронной сети. С помощью нейронной сети построены графические изображения моделируемых тканей с отображением изменения упругости тканей.

Ключевые слова: эластография; опухоль; нейронная сеть; модуль упругости; акустический сигнал.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-12-18

Введение

Эластография – это метод оценки твердости ткани путем визуализации деформации ткани с основным принципом, что сжатие ткани создает деформацию внутри ткани, которая ниже в твердой ткани, чем в мягкой ткани, и это изменение в характере деформации отображается как яркое и темное соответственно. Патологические изменения, такие как рост злокачественных опухолей в мягких тканях, приводят к увеличению жесткости тканей, и это создает контраст эластичности опухолей по сравнению с окружающими здоровыми тканями [1]. Клиническое применение – это дифференциация доброкачественных и злокачественных поражений, обнаружение новообразований в лимфатических узлах, оценка жесткости жевательной мышцы, оценка очаговых поражений в крупных слюн-

ных железах. В работе [2] освещается новый неинвазивный диагностический метод эластографии, его принципы действия и клиническое применение, а также преимущества перед обычной ультразвуковой эластографией.

Эластография, основана на теории модуля Юнга, описывающего продольную деформацию в ответ на продольное напряжение, через модуль сдвига, связанный с поперечной деформацией к поперечному напряжению. Распространение сдвиговой волны в изотропных однородных средах при изменении модуля объемной упругости, реагирующего на изменение объема материала под действием внешнего напряжения. Рассматриваемый метод позволяет оценить упругие свойства различных тканей, а полученные изображения сравниваются с изображениями до и после сжатия [3, 4]. Значение упругости меняется в различных тканях, и в одной и той же ткани

при разных патологических состояниях, например новообразование [5, 6]. Жесткость ткани имеет тенденцию изменяться (обычно увеличиваться) с течением болезни и может быть обнаружена путем измерения деформации ткани под действием приложенного напряжения [7, 8]. Полученные высококонтрастные изображения тканей могут привести к выявлению процессов заболевания на ранних стадиях, когда можно применить методы лечения. Затем данные сравниваются с использованием метода кросс-корреляции для определения величины смещения, которому подвергается каждая небольшая область ткани в ответ на сжатие, приложенное ультразвуковым датчиком [9].

В настоящее время известны методы эластографии для ультразвуковой и для магнитно-резонансной томографии [10]. Соноэластографией, основана на воспроизводимых различиях в обратно рассеянных ультразвуковых сигналах, которые возникают в результате сжатия тканей различной жесткости.

Материал и методы

В работе предложен метод получения изображений патологических тканей на основе разработанных моделей раковых клеток с помощью обучаемой нейронной сети для повышения точности распределения карты эластичности на изображении. Для достижения поставленной цели необходимо решение обратной задачи для определения распределения жесткости тканей.

В последние десятилетия обратные задачи, основанные на смещении или деформации, широко распространены [11]. Построение поля смещения используется для оценки пространственного распределения параметров материала согласно решению обратной задачи упругости. Обратная задача состоит из системы уравнений в частных производных на основе законов механики [12, 13]. При решении прямых задач измеренной поле смещений представляет собой сумму уравнений в частных производных и дают быстрый результат, но имеют ошибки при расчетах с большими градиентами деформации [14, 15]. Предлагается использовать базисные вейвлет-функции для отображения и картографирования операторов поля смещения.

Цель решения обратных задач на основе эластографии обеспечение неинвазивной оценки упругих свойств мягких тканей на основе распределения эластичности, что является диагностическим параметром.

Моделируемая плоскость формировалась в виде неоднородного поля модуля Юнга (E) в координатах (x, y) . Сформирована область размером 20×20 мм в которой предполагалось постоянное значение коэффициента Пуассона 0,3, с неоднородным распределением модуля Юнга. Дискретизация изменений модуля Юнга проводилась с шагом 0,1 мм. Для обучения было создано 300 значений распределений модуля Юнга в координатах (x, y) . Для формирования трехмерной структуры модели неоднородности по высоте h , мы внедрили включение диаметром 3 мм с гауссовым распределением роста амплитуды:

$$E(x, y) = 10 - 5e^{-\left[\left(\frac{x-x_\sigma}{\sigma} \right)^2 - \left(\frac{y-y_\sigma}{\sigma} \right)^2 \right]}$$

где (x_σ, y_σ) координата точек в ткани и σ – стандартное отклонение распределения Гаусса. Стандартное отклонение распределения Гаусса рассчитано для 200 реализаций ткани с различным распределением модуля упругости, которые были сформированы методом Монте-Карло. Пример расчета нормированного Гауссова распределения модуля упругости на максимальное значение модуля упругости в ткани (рис. 1).

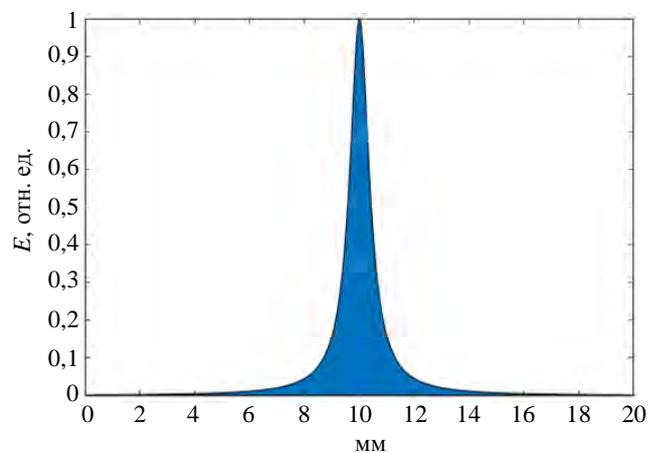


Рис. 1. Гауссово распределение модуля упругости

Известно, что доброкачественные опухоли имеют, как правило, четкие границы и с равномерным распределением модуля упру-

гости [16]. Злокачественные новообразования имеют различные формы с неоднородным распределением модуля упругости внутри (рис. 2а и рис. 2б). Модель злокачественной опухоли представим в виде двух пересекающихся эллипсов разного диаметра (x, y, b – координаты малого эллипса, X, Y, a – координаты большого эллипса):

$$E(x, y) = G \left(\sum_{i=1}^2 \chi_i \left[E_0 + E_i \left\{ 1 - \left(\frac{x - X_i}{a_i} \right)^2 \right\} \left\{ 1 - \left(\frac{y - Y_i}{b_i} \right)^2 \right\} \right] \right).$$

На рисунке 2 представлены моделируемые неоднородности распределения модуля упругости на плоскости 20×20 мм высотой 1 мм. На рисунке а) представлена ткань одним моделируемым слоем, на рисунке б) приведены 300 слоев формирующих неоднородность ткани.

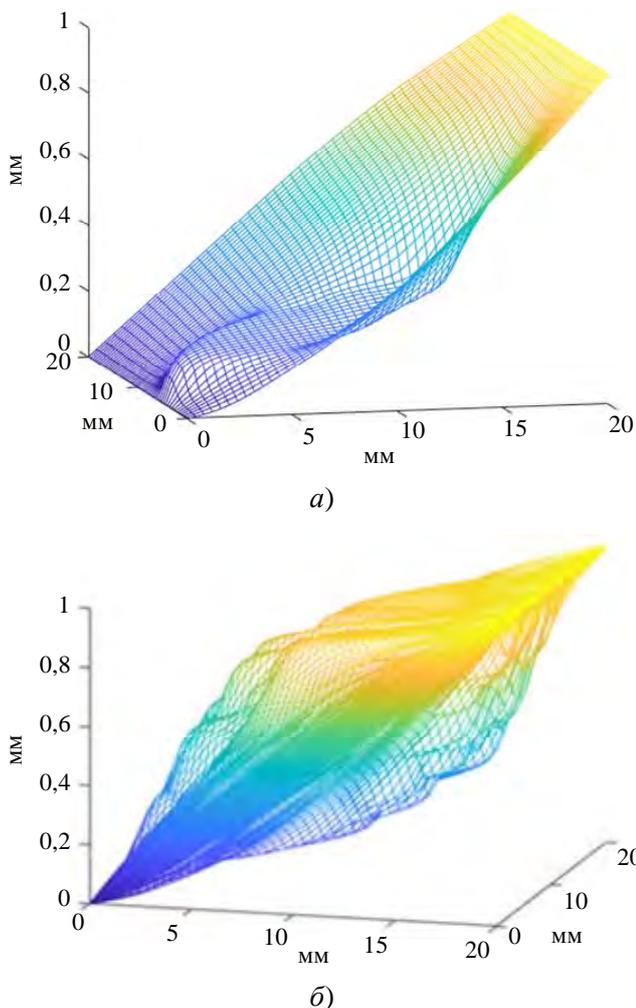


Рис. 2. Слой моделируемой ткани: а) – один слой, б) – 300 слоев

Система представляет собой обучаемую нейронную сеть на выходе которой построение поля упругих свойств биологических тканей. Для математической модели будем рассматривать поле смещений x, y, z и поле упругости $E(x)$. Для формирования сетки и точечной дискретизации введем параметр n , характеризующий разрешающую способность для построения точек изображения по осям x_n, y_n, z_n . Задача состоит в формировании оператора преобразующего поле смещения в поле упругости $E(x)$. При использовании стандартных методик формирования изображения при эластографии мы получаем только контур неоднородности, без внутренних структур (рис. 3).

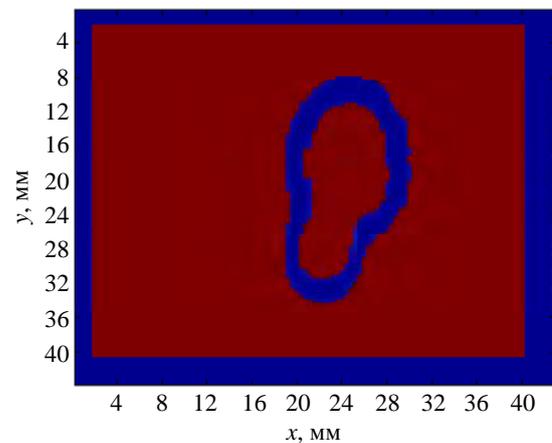


Рис. 3. Контур неоднородности без использования вейвлет преобразования и нейросети

Будем использовать дискретное вейвлет-преобразование, которое по скорости вычисления быстрее, чем непрерывное вейвлет-преобразование. Так же можно использовать множество базисных функций с различными свойствами локализации частоты. Использование двойного древовидного комплексного вейвлет-преобразования приводит к использованию более сложных базисных функций, которые имеют инвариантность сдвига и направленность, хотя математически так же быстро реализуемые, как и дискретное вейвлет-преобразование. Теоретические модели расчета акустического поля при соответствующих граничных условиях для моделей неоднородностей будем использовать из наших исследований [14].

Простейший нейрон состоит из входов x_i , веса w_i (смещение) и также функции активации. Функцию активации используем ReLU

для повышения скорости расчета. На рисунке 4 представлена схема нейронной сети тремя скрытыми слоя для обучения и построения изображения изменяющейся структуры ткани. Двумерное дискретное вейвлет-преобразование (DWT) имеет одну масштабирующую функцию и три вейвлет-функции, состоящие из произведения одномерных вейвлетов в горизонтальном и вертикальном направлениях [15].

Для двумерной свертки (с 1 входным каналом и 1 выходным каналом) градиент пропускания является градиентом относительно выхода, свернутых с временным обращением фильтра если $Y(z) = Y(z_1, z_2) = H(z)X(z)$, то: $\Delta X(z) = H(z^{-1})\Delta Y(z)$, где $H(z^{-1})$ – обратное преобразование времени/пространства $H(z)$, $\Delta Y(z)$ – градиент потерь относительно выхода, а $\Delta X(z)$ – градиент потерь относительно входа.

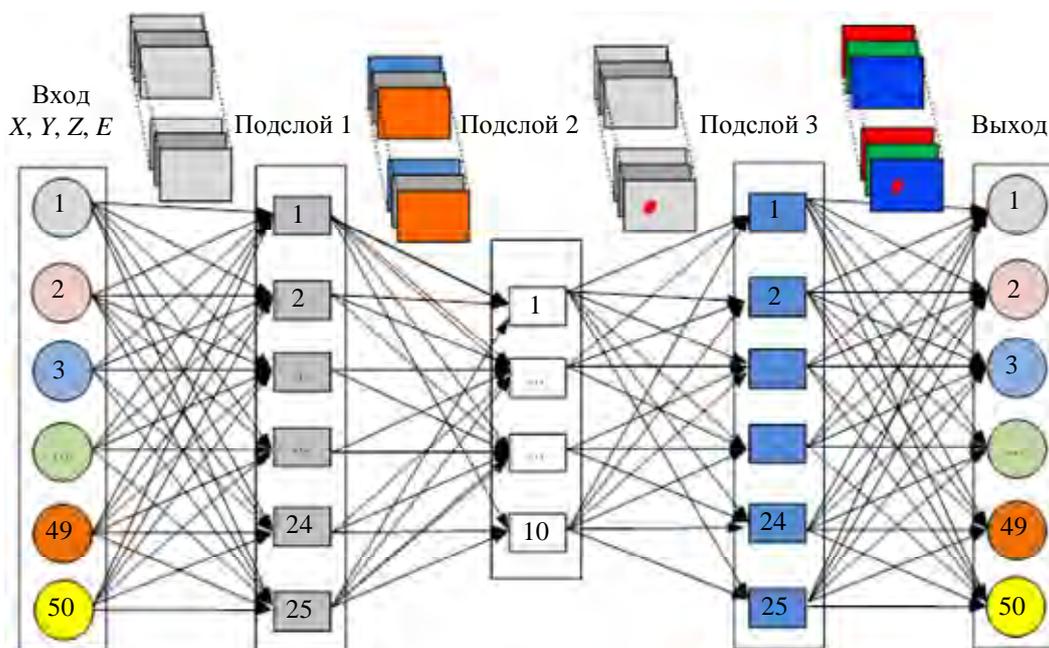


Рис. 4. Схема нейросети кодер-декодер

Результаты

На рисунке 5 приведены результаты построения изображений акустического отклика от моделируемых неоднородностей полей распределения модуля упругости. Обучение проводилось по 50 эпохам.

Рисунок 6 отображает результаты построения изображений акустического отклика от моделируемых неоднородностей полей распределения модуля упругости для 500 эпох обучения. Полученные рисунки отображают форму моделируемой опухоли по изменению модуля упругости. Например, рисунок в) иллюстрирует форму и неоднородности распределения более твердых тканей, которые имеют более темный оттенок красного цвета.

Патологические изменения, такие как рост злокачественных опухолей в мягких тканях, приводят к увеличению жесткости тканей, и это создает контраст эластичности опухолей по сравнению с окружающими здоровыми тканями [17]. Предложенный метод распознавания ультразвуковых изображений при ультразвуковой эластографии использует нейронную сеть на основе двумерного вейвлет-преобразования, который отображает изменение упругих свойства в биологических тканях. Нейронный оператор на основе вейвлета-преобразования преобразует поля смещения в поля упругости. Сформированные модели ткани с изменением модуля упругости по глубине тканей, позволили с помощью построенной сверточной нейронной сети получить изображения моделируемых эластографических изображений опухолевых тканей.

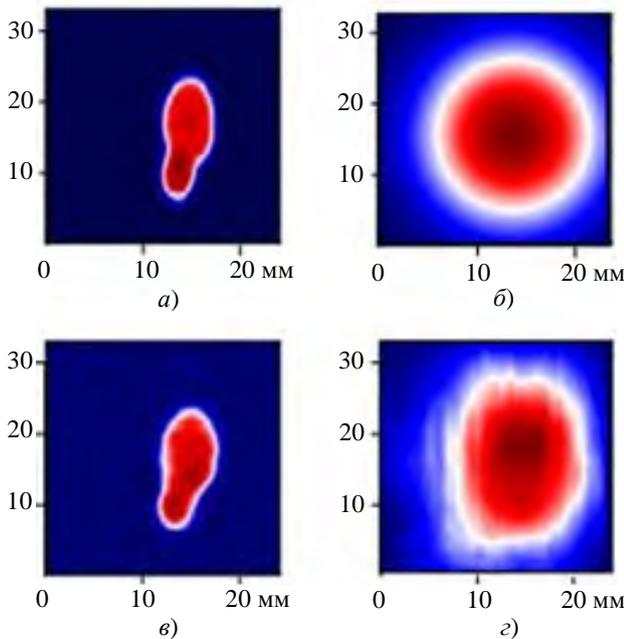


Рис. 5. Расчеты для 50 эпох обучения: а) моделируемая опухоль; б) моделируемая опухоль в виде Гауссова распределения модуля Юнга; в) обнаруженная нейросетью модель формы опухоли; г) обнаруженная нейросетью модель опухоли с Гауссовым распределение модуля Юнга

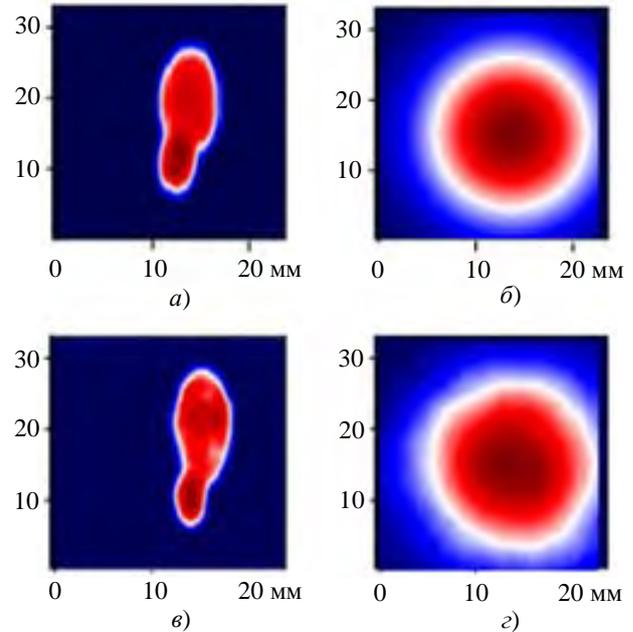


Рис. 6. Расчеты для 500 эпох обучения: а) моделируемая опухоль; б) моделируемая опухоль в виде Гауссова распределения модуля Юнга; в) обнаруженная нейросетью модель формы опухоли; г) обнаруженная нейросетью модель опухоли с Гауссовым распределение модуля Юнга

Заключение

Приведена модель визуализации упругости сдвиговой волны, связанная с модулем сдвига в ткани. Использование двумерного дискретного вейвлет-преобразования положенное в основу обработки распространения акустического сигнала в тканях с меняющимся модулем в по глубине ткани позволило получить изображение изменений происходящих в ткани, которые можно классифицировать как опухоль. Проведены сравнения изображений для изменяющего модуля упругости в биологических тканях, сформированные структуры позволяют сделать выводы о форме, размерах и структуре опухоли.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Palmeri M. L., Nightingale K. R. / Interface Focus. 2011. Vol. 1. № 4. P. 553–564.
2. Cui Xin-Wu, Li Kang-Ning, Yi Ai-Jiao, Wang Bin; Wei, Qi, Wu Ge-Ge, Dietrich Christoph F. / Endoscopic Ultrasound. 2022. Vol. 11. № 4. P. 252–274.
3. Cè Maurizio, Natascha Claudia D'Amico, Giulia Maria Danesini, Chiara Foschini, Giancarlo Oliva, Carlo Martinenghi, Michaela Cellina / BioMedInformatics. 2023. Vol. 3. № 1. P. 17–43.

4. Giovannini M., Hookey L. C., Bories E., Pesenti C., Monges G., Delpero J. R. / Endoscopy. 2006. Vol. 38. № 4. P. 344–348. doi: 10.1055/s-2006-925158
5. Yazaki T., Tobita H., Sato S., Miyake T., Kataoka M., Ishihara S. / Journal of International Medical Research. 2022. Vol. 50. № 6. Article no 3000605221100126. doi: 10.1177/03000605221100126.
6. Alam F., Naito K., Horiguchi J., Fukuda H., Tachikawa T., Ito K. / American Journal of Roentgenology. 2008. Vol. 191. № 2. P. 604–610. doi: 10.2214/AJR.07.3401
7. Miller T., Bello U. M., Tsang C. S. L., Winser S. J., Ying M. T. C., Pang M. Y. C. / Disability and Rehabilitation. 2023. Vol. 46. № 16. P. 3549–3563. <https://doi.org/10.1080/09638288.2023.2252744>
8. Harvey C. J., Pilcher J. M., Eckersley R. J., Blomley M. J., Cosgrove D. O. / Clinical Radio. 2002. Vol. 57. Is. 3. P. 157–177. <https://doi.org/10.1053/crad.2001.0918>.
9. Ophir J., Garra B., Kallel F., Konofagou E., Krouskop T., Righetti R. / Ultrasound in Medicine & Biology. 2020. Vol. 26. Suppl. 1. P. S23–S29. [https://doi.org/10.1016/S0301-5629\(00\)00156-3](https://doi.org/10.1016/S0301-5629(00)00156-3).
10. Awasthi A., Gautam U., Bhaskar S., Roy S. / Computer Methods and Programs in Biomedicine. 2020. Vol. 197. Article no 105688. <https://doi.org/10.1016/j.cmpb.2020.105688>.
11. Sandrin L., Fourquet B., Hasquenoph J.-M. / Ultrasound in Medicine and Biology. 2003. Vol. 29. № 12. P. 1705–1713. doi: 10.1016/j.ultrasmedbio.2003.07.001
12. Мухралиева А. И., Карстун В. А., Заграй Н. П., Чернов Н. Н. / Моделирование, оптимизация и информационные технологии. 2018. Т. 6. № 4(23).

С. 53–60. doi: 10.26102/2310-6018/2018.23.4.004 (дата обращения: 10.08.2024).

13. Кравчук Д. А., Чернов Н. Н., Михралиева А. И. / Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Управление, вычислительная техника, информатика. Медицинское приборостроение. 2024. Т. 14. № 1. С. 104–113.

<https://doi.org/10.21869/2223-1536-2024-14-1-104-113> (дата обращения: 10.09.2024).

14. Fovargue D., Nordsetten D., Sinkus R. / NMR Biomed. 2018. Vol. 31. № 10. Article no e3935. <https://doi.org/10.1002/nbm.3935>

15. Chia-Yen Lee, Guan-Lin Chen, Zhong-Xuan Zhang, Yi-Hong Chou, Chih-Chung Hsu / Journal of Healthcare Engineering. 2018. Vol. 2018. Article no 8413403. <https://doi.org/10.1155/2018/8413403>

16. Tripura T., Awasthi A., Roy S., Chakraborty S. / Computer Methods and Programs in Biomedicine. 2023. Vol. 232. Article no 107436.

17. Лагута М. В., Кравчук Д. А., Чернов Н. Н. / Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Управление, вычислительная техника, информатика. Медицинское приборостроение. 2025. Т. 15. № 1. С. 131–143. doi: 10.21869/2223-1536-2025-15-1-131-143 (дата обращения: 3.03.2025).

PACS: 07.64.+z, *43.80.-n

Tumor visualization of elastographic study based on wavelet transform processing using neural network

D. A. Kravchuk

*Southern Federal University, Taganrog, 347922 Russia
E-mail: kravchukda@sfedu.ru; denik545@ya.ru*

Received 11.12.2024; revised 14.02.2025; accepted 2.06.2025

The article considers a new noninvasive diagnostic method for obtaining images in elastography, its operating principles and clinical application, as well as advantages over conventional ultrasonography. Based on the two-dimensional wavelet transform, the dependence of the displacement field on the elasticity field simulating the formation of malignant tumors is constructed. Two types of simulated distributions of Young's modulus are considered (with a uniform Gaussian distribution and in the form of an intersection of two ellipses). Displacement fields with a changing elasticity modulus throughout the tissue depth are formed. 300 realizations corresponding to each type of distribution are formed for training the developed neural network. Using the neural network, graphical images of the simulated tissues are constructed with the display of changes in tissue elasticity.

Keywords: elastography; tumor; neural network; elastic modulus; acoustic signal.

REFERENCE

- Palmeri M. L. and Nightingale K. R., Interface Focus **1** (4), 553–564 (2011).
- Cui Xin-Wu, Li Kang-Ning, Yi Ai-Jiao, Wang Bin; Wei, Qi, Wu Ge-Ge and Dietrich Christoph F., Endoscopic Ultrasound **11** (4), 252–274 (2022).
- Cè Maurizio, Natascha Claudia D'Amico, Giulia Maria Danesini, Chiara Foschini, Giancarlo Oliva, Carlo Martinenghi and Michaela Cellina, BioMedInformatics **3** (1), 17–43 (2023).
- Giovannini M., Hookey L. C., Bories E., Pesenti C., Monges G. and Delpero J. R., Endoscopy **38** (4), 344–348 (2006). doi: 10.1055/s-2006-925158
- Yazaki T., Tobita H., Sato S., Miyake T., Kataoka M. and Ishihara S., Journal of International Medical Research **50** (6), 3000605221100126 (2022). doi: 10.1177/03000605221100126.
- Alam F., Naito K., Horiguchi J., Fukuda H., Tachikawa T. and Ito K., American Journal of Roentgenology **191** (2), 604–610 (2008). doi: 10.2214/AJR.07.3401
- Miller T., Bello U. M., Tsang C. S. L., Winser S. J., Ying M. T. C. and Pang M. Y. C., Disability and Rehabilitation **46** (16), 3549–3563 (2023). <https://doi.org/10.1080/09638288.2023.2252744>
- Harvey C. J., Pilcher J. M., Eckersley R. J., Blomley M. J. and Cosgrove D. O., Advances in ultrasound. Clinical Radio **57** (3), 157–177 (2002). <https://doi.org/10.1053/crad.2001.0918>.

9. Ophir J., Garra B., Kallel F., Konofagou E., Krouskop T. and Righetti R., *Ultrasound in Medicine & Biology* **26** (1), S23–S29 (2020). [https://doi.org/10.1016/S0301-5629\(00\)00156-3](https://doi.org/10.1016/S0301-5629(00)00156-3).
10. Awasthi A., Gautam U., Bhaskar S. and Roy S., *Computer Methods and Programs in Biomedicine* **197**, 105688 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.cmpb.2020.105688>.
11. Sandrin L., Fourquet B. and Hasquenoph J.-M., *Ultrasound in Medicine and Biology* **29** (12), 1705–1713 (2003). doi: 10.1016/j.ultrasmedbio.2003.07.001
12. Mihralieva A. I., Karstin V. A., Zagrai N. P. and Chernov N. N., The scientific journal modeling, optimization and information technology **6** (4(23)), 53–60 (2018). doi: 10.26102/2310-6018/2018.23.4.004 [in Russian].
13. Kravchuk D. A., Chernov N. N. and Mihralieva A. I., Proceedings of the Southwest State University. Series: Control, Computer Engineering, Information Science. Medical Instruments Engineering **14** (1), 104–113 (2024). <https://doi.org/10.21869/2223-1536-2024-14-1-104-113> [in Russian].
14. Fovargue D., Nordsletten D. and Sinkus R., Stiffness reconstruction methods for MR elastography, *NMR Biomed* **31** (10), e3935 (2018). <https://doi.org/10.1002/nbm.3935>
15. Chia-Yen Lee, Guan-Lin Chen, Zhong-Xuan Zhang, Yi-Hong Chou and Chih-Chung Hsu, *Journal of Healthcare Engineering* **2018**, 8413403 (2018). <https://doi.org/10.1155/2018/8413403>
16. Tripura T., Awasthi A., Roy S. and Chakraborty S., *Computer Methods and Programs in Biomedicine* **232**, 107436 (2023).
17. Laguta M. V., Kravchuk D. A. and Chernov N. N. Proceedings of the Southwest State University. Series: Control, Computer Engineering, Information Science. Medical Instruments Engineering **15** (1), 131–143 (2025). <https://doi.org/10.21869/2223-1536-2025-15-1-131-143> [in Russian].

Об авторе

Кравчук Денис Александрович, д.т.н., профессор, ФГАОУ ВО «Южный федеральный университет» ИНЭП (Россия, 347922, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2, корп. «Е»). E-mail: kravchukda@sfedu.ru; denik545@ya.ru SPIN-код РИНЦ 2826-3107, Author ID 550525

УДК 621
EDN: BBGZSL

PACS: 85.30.-z

Влияние режимов отжига контактных систем Si-Al и Si-Ti-Al на коэффициент усиления *n-p-n* биполярных транзисторов© К. А. Попов^{1,2,*}, В. Е. Антонова^{1,2}, А. М. Родина^{1,3}, Е. А. Климанов^{1,4}, А. В. Ляликов¹¹ АО «НПО «Орион», Москва, 111538 Россия

* E-mail: kostya.popov.2001@gmail.com

² НИТУ «МИСиС», Москва, 119049 Россия³ МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва, 105005 Россия⁴ МИРЭА – Российский технологический университет, Москва, 119454 Россия

Статья поступила в редакцию 10.04.2025; после доработки 28.04.2025; принята к публикации 2.06.2025

Шифр научной специальности: 2.2.2

*Проведено исследование режимов отжига контактных систем Si-Al и Si-Ti-Al на коэффициент усиления по току биполярных транзисторов *n-p-n* типа. Показано, что при использовании контактных систем Si-Al требуемые значения коэффициента усиления достигаются при температурах отжига более 400 °С, в то время как для системы Si-Ti-Al необходим отжиг при температуре не менее 520 °С. Полученные результаты объясняются переходом подслоя Ti в соединения с последующим образованием на поверхности кремния слоя, обогащенного алюминием.*

Ключевые слова: отжиг; контактный слой; металлизация; коэффициент усиления.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-19-24

Известно, что для устранения взаимной диффузии алюминия и кремния при создании металлизации Al-Si в ИС, приводящей к образованию ямок травления на кремнии, заполненных алюминием (пиков Al) и закорачивающих *p-n*-переход [1–3], используются подслои тугоплавких металлов, в частности, титана.

Имеется большое число работ, посвященных влиянию термических отжигов на контактное сопротивление систем металлизации на основе алюминия и Ti-Al [4, 5]. Так, в работе [4] установлена монотонная зависимость контактного сопротивления Al-*n*+-Si от температуры отжига в диапазоне 440–565 °С с малыми изменениями в диапазоне 440–520 °С и возрастанием при больших температурах. Для контакта Al-*p*+-Si наблюдались малые изменения сопротивления во всем указанном диапазоне.

Однако практически отсутствует доступная информация о влиянии отжигов на ко-

эффициент усиления биполярных транзисторов (БТ) с указанными системами металлизации.

Целью работы являлось исследование влияния режимов отжигов в диапазоне температур 300–550 °С на коэффициент усиления по току биполярных транзисторов с системами металлизации на основе алюминия и Ti-Al.

Исследования проводились на биполярных ИС, изготавливаемых на эпитаксиальных структурах со скрытым слоем 100 КЭФ 1,5 25ЭКЭС / 460 КДБ10 (111) 4(110).

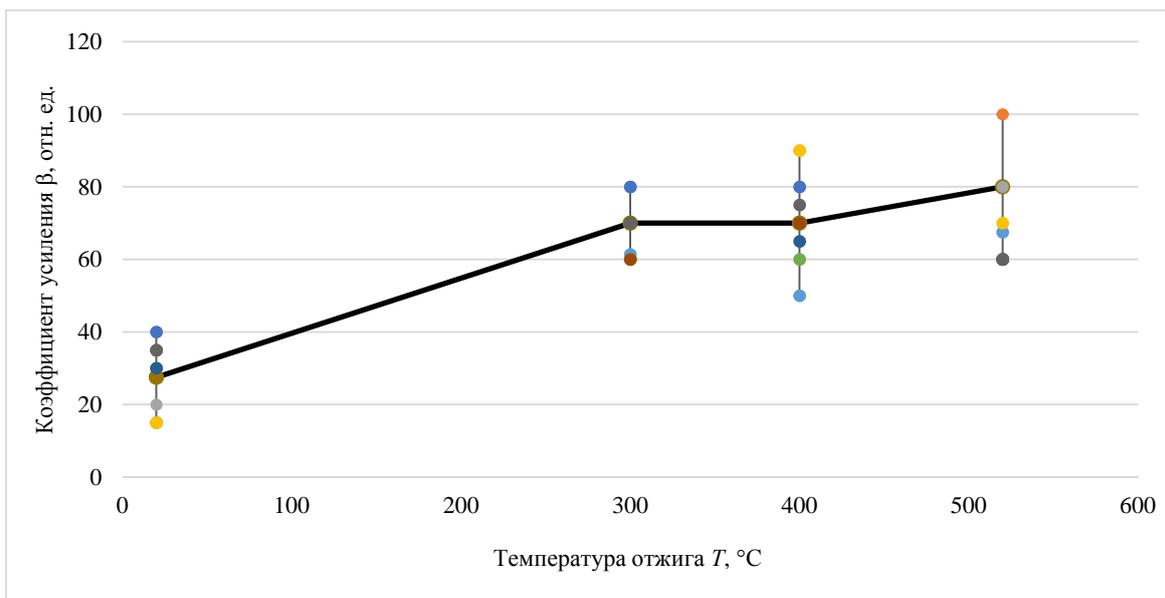
Измерения вольтамперных характеристик (ВАХ) и коэффициента усиления по току (β) проводились на тестовых структурах на зондовой установке и характеристикографе Agilent 4156С. Сравнение результатов измерений на зондах и после термокомпрессионной приварки проволоки к контактным площадкам не показали существенных различий при рабочих напряжениях на переходах эмиттер – база и эмиттер-коллектор.

Слои металлизации формировались методом магнетронного напыления из мишеней Al и Ti. Толщина слоев составляла для Al – 1,2–1,3 мкм, для Ti – 0,1 мкм. Отжиг проводился в диффузионной печи в атмосфере азота в диапазоне температур 300–550 °С в течение 30 минут.

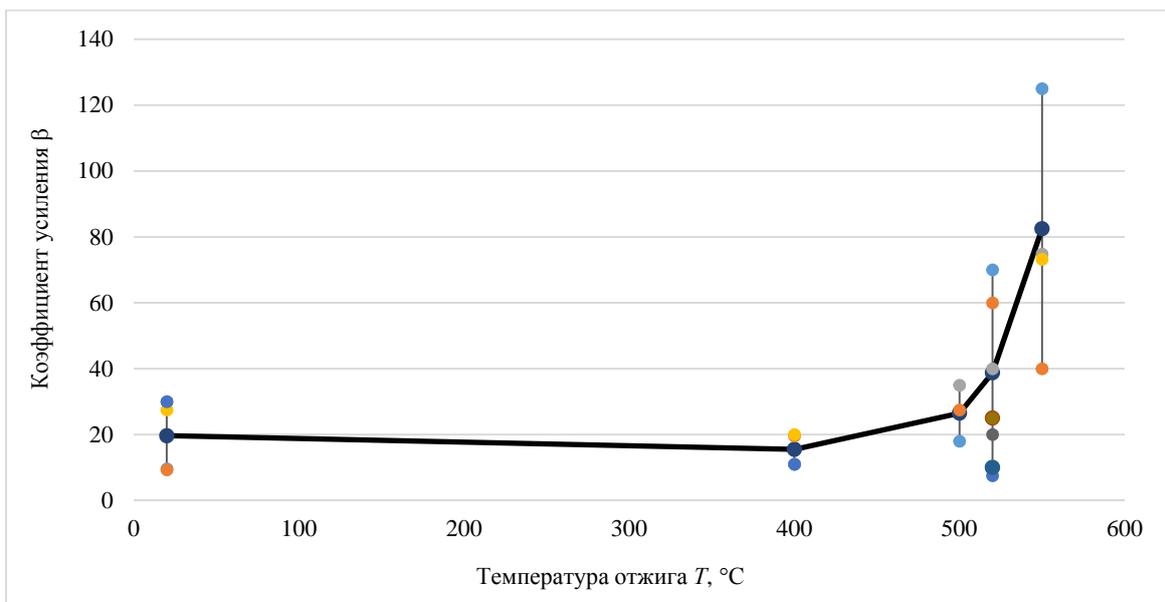
Из приведенных ниже графиков зависимости коэффициента усиления по току в схеме с общим эмиттером β от температуры отжига

(рис. 1) видно существенное различие влияния отжига на усиление БТ с Al и Ti-Al металлизацией. В первом случае наблюдается резкое возрастание β , начиная с 300 °С, во втором для этого требуется отжиг при температуре 520–550 °С.

Различие в зависимостях коэффициента усиления от температуры отжига для систем металлизации Al и Ti-Al может быть связано с влиянием подслоя Ti.



а)



б)

Рис. 1. Зависимости коэффициента усиления от температуры отжига для а) – системы Si-Al, б) – системы Si-Ti-Al

Так, в работе [4] было проведено исследование влияния отжига на характеристики контактов алюминий-титан и предложена модель, объясняющая изменения электрических и структурных свойств контактов последовательным образованием соединений $TiAl_3$ и $Ti-Si-Al$. Показано, что образование второго соединения на границе с кремнием нарушает защитное действие пленки Ti и возобновляется взаимная диффузия алюминия и кремния, приводящая к образованию ямок травления в кремнии и резкому изменению сопротивления. Используя приведенное в этой работе выражение для толщины образуемого при отжиге слоя $TiAl_3$,

$$X^2 = td_0 \exp\left(-\frac{Ea}{kT}\right),$$

где $Ea = 1,85$ эВ, $d_0 = 0,15$ см²/с, можно получить значения толщин образуемого при отжиге слоя $TiAl_3$: при температурах 400 °С,

500 °С и времени отжига 30 минут $h = 0,02 \times 10^{-4}$ см и $h = 0,14 \times 10^{-4}$ см соответственно. Следовательно, при толщине слоя титана $h = 0,1 \times 10^{-4}$ см при температурах $T > 500$ °С следует ожидать полного перехода слоя титана в указанные соединения и взаимной диффузии Al и Si с образованием на поверхности образцов контактного слоя обогащенного Al .

Результаты исследования влияния образования контактного слоя на значения коэффициента усиления приведены в таблице, где сравниваются результаты отжига при 500 °С и 520 °С с контактным слоем Al и без него. Приведенные результаты показывают, что отжиг эффективен для увеличения β только при наличии слоя Al (образцы №№ 7–11). При этом химическое травление слоя алюминия с поверхности образца практически не изменяет величину β , полученную после отжига (образцы №№ 12–15).

Таблица

Результаты исследования влияния образования контактного слоя на значения коэффициента усиления

№ образца	β до отжига (отн. ед.)	β после отжига без Al (отн. ед.)	β после отжига с Al (отн. ед.)	β после травливания Al
1	7	6		
2	7	6,5		
3	12	15		
4	10	10		
5	15	12		
6	16	20		
7	20	20	200	
8	12	15	110	
8	15	14	140	
9	15	15	100	
10	20	20	100	
11	20	20	150	
12			100	80
13			100–150	100
14			150	150
15			150	200

Результаты влияния отжига на коэффициент усиления образцов с алюминиевой металлизацией могут объясняться образованием в приповерхностном слое кремния области, обогащенной алюминием. Этот слой не удаляется химическим травлением и обеспечивает

сохранение высоких значений β после травливания основного слоя алюминия.

Данный вывод подтверждается проведенным анализом примесного состава приповерхностной области образцов отожженных при 520 °С с алюминиевыми контактами после

химического травливания слоя алюминия. Анализ проводился с помощью регистрации рентгеновского излучения, возбуждаемого электронами с энергиями от 2 до 6 кэВ (электронно-зондовый рентгено-спектральный анализ). Обнаружен обогащенный алюминием слой глубиной порядка 300 Å с концентрацией Al до 10 атомных процентов. Качественный профиль распределения Al в приповерхностном слое кремния приведен на рис. 2. Существование локальных областей *p*-типа в при-

поверхностном слое было также обнаружено методом электрохимического вольт-фарадного профилирования на концентрационном профиле эмиттера (рис. 3).

Возможным механизмом влияния указанного слоя на усиление по току БТ может быть образование на поверхности эмиттера соединения кремния с алюминием, создающего потенциальный барьер, снижающий скорость поверхностной рекомбинации носителей.



Рис. 2. Профиль распределения атомов Al от глубины залегания в слое Si

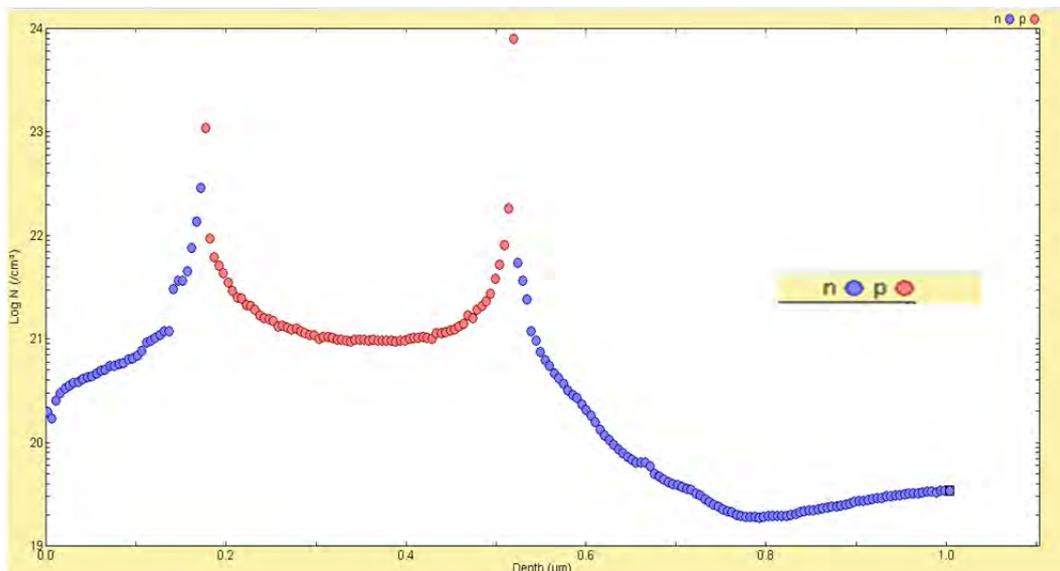


Рис. 3. Профиль распределения носителей заряда в эмиттере

Эффект уменьшения скорости поверхностной рекомбинации на поверхности диффузионного слоя фосфора в результате отжига при 400 °С с напыленным слоем Al на поверхности наблюдался в работе [6].

Образование приповерхностных слоев *p*-типа также наблюдалось в ряде работ на структурах с барьерами Шоттки, сформированными Al на кремнии *n*-типа с относительно низкой концентрацией носителей заряда [7, 8].

Существованием этого слоя объяснялось увеличение эффективной высоты потенциального барьера для электронов на поверхности и повышение эффективности солнечных элементов [9]. Механизм увеличения коэффициента усиления в БТ за счет образования барьера в эмиттере используется для объяснения больших значений β в БТ с эмиттером поликремний-монокремний [10].

В нашем случае из-за высокой концентрации фосфора на поверхности диффузионного слоя ($>10^{20} \text{ см}^{-3}$), превышающей предельную растворимость алюминия в кремнии (10^{19} см^{-3}), p -слой наблюдается на некотором расстоянии от поверхности и также может приводить к образованию в эмиттере потенциального барьера, снижающего скорость поверхностной рекомбинации носителей, что приводит к уменьшению базового тока и, следовательно, увеличению β .

Выводы

1. Показано, что значительное увеличение коэффициента усиления по току в схеме с общим эмиттером β в биполярных транзисторах с системой металлизации Al-Si достигается отжигом при температурах выше $400 \text{ }^\circ\text{C}$, для системы металлизации Si-Ti-Al необходимая температура отжига не ниже $520\text{--}550 \text{ }^\circ\text{C}$.

2. Указанное различие объясняется переходом при отжиге слоя Ti в температурном интервале $520\text{--}550 \text{ }^\circ\text{C}$ в соединения TiAl_3 и Ti-Si-Al с последующим образованием на поверхности кремния локальных областей слоя, обогащенного алюминием.

3. Существование указанного слоя установлено с помощью электронно-зондового

рентгено-спектрального анализа и электрохимического вольт-фарадного профилирования.

4. Установлено, что возрастание коэффициента усиления β в результате отжига связано не с воздействием термической обработки, а с образованием указанного приповерхностного слоя.

5. Возможным механизмом возрастания β при образовании приповерхностного слоя является снижение скорости поверхностной рекомбинации в эмиттере за счет образования локальных областей p -типа в этом слое, создающих потенциальные барьеры для носителей заряда.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Зу С. Технология СБИС. Т. 2. – М.: «Мир», 1986.
2. Громов Д. Г., Мочалов А. И., Сулимин А. Д., Шевяков В. И. Металлизация ультрабольших интегральных схем. – М.: БИНОМ, 2009.
3. Достанко А. П., Баранов В. В., Шаталов В. В. Пленочные токопроводящие системы СБИС. – Минск: «Высшая школа», 1989.
4. Bower R. W. / Applied Physics letters. 1973. Vol. 23. P. 99–101.
5. McNeil G. / Journal of electrochemical society. 1969. Vol. 116. № 9. P. 1311–1312.
6. King R. R., Sinton R. F., Swanson R. M. / IEEE Transaction on electron devices. 1990. Vol. 37. № 2. P. 365–371.
7. Basterfield J., Shannon J. M., Gill A. / Solid-State Electronics. 1975. Vol. 18. P. 290–291.
8. Card H. C. / IEEET Transaction on electron devices. 1976. Vol. ED-23. № 8. P. 538.
9. Peibst R. et al. / Solar Energy Materials and Solar Cells. 2016. Vol. 158. P. 1–8.
10. Post I. C., Ashburn P., Wolstenholm G. R. / IEEE Transaction on electron devices. 1992. Vol. 39. № 7. P. 1717–1730.

PACS: 85.30.–z

Influence of annealing modes of Si-Al and Si-Ti-Al contact systems on the gain n - p - n of bipolar transistors

K. A. Popov^{1,2,*}, V. E. Antonova^{1,2}, A. M. Rodina^{1,3}, E. A. Klimanov^{1,4} and A. V. Lyalikov¹

¹ RD&P Center ORION, JSC, Moscow, 111538 Russia

* E-mail: kostya.popov.2001@gmail.com

² National University of Science and Technology MISiS, Moscow, 119049 Russia

³ Bauman Moscow Technical University, Moscow, 105005 Russia

⁴ MIREA – Russian Technological University, Moscow, 119454 Russia

Received 10.04.2025; revised 28.04.2025; accepted 2.06.2025

A study of annealing modes of Si-Al and Si-Ti-Al contact systems for current gain of n-p-n type bipolar transistors is carried out. It is shown that when using Si-Al contact systems, the required gain values are achieved at annealing temperatures of more than 400 °C, while for the Si-Ti-Al system, annealing at a temperature of at least 520 °C is required.

Keywords: annealing; contact layer; metallization; gain.

REFERENCES

1. Zi S. Tekhnologiya SBIS. Vol. 2. Moscow, «Mir», 1986 [in Russian].
2. Gromov D. G., Mochalov A. I., Sulimin A. D. and Shevyakov V. I. Metallizatsiya ul'trabol'shikh integral'nykh skhem. Moscow, BINOM, 2009 [in Russian].
3. Dostanko A. P., Baranov V. V. and Shatalov V. V. Plenochnye tokoprovodyashchie sistemy SBIS. Minsk, «Vysheishaya shkola», 1989 [in Russian].
4. Bower R. W., Applied Physics letters **23**, 99–101 (1973).
5. McNeil G., Journal of electrochemical society **116** (9), 1311–1312 (1969).
6. King R. R., Sinton R. F. and Swanson R. M., IEEE Transaction on electron devices **37** (2), 365–371 (1990).
7. Basterfield J., Shannon J. M. and Gill A., Solid-State Electronics **18**, 290–291 (1975).
8. Card H. C., IEEE Transaction on electron devices **ED-23** (8), 538 (1976).
9. Peibst R. et al., Solar Energy Materials and Solar Cells. **158**, 1–8 (2016).
10. Post I. C., Ashburn P. and Wolstenholm G. R., IEEE Transaction on electron devices **39** (7), 1717–1730 (1992).

Об авторах

Попов Константин Алексеевич, инженер, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9); НИТУ «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). E-mail: kostya.popov.2001@gmail.com SPIN-код РИНЦ 5321-4009.

Антонова Валерия Евгеньевна, инженер 2 кат., АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9); НИТУ «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). E-mail: avaleriya98@mail.ru

Родина Алёна Максимовна, инженер, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9); МГТУ им. Н. Э. Баумана (105005, Россия, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1). E-mail: rodinalyona@gmail.com

Климанов Евгений Алексеевич, главный научный сотрудник, д.т.н., профессор, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9); МИРЭА – Российский технологический университет (119454, Россия, Москва, просп. Вернадского, д. 78). E-mail: klimanov3@mail.ru SPIN-код РИНЦ 7697-4688.

Ляликов Алексей Владимирович, ведущий инженер, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9). E-mail: a.lyalikov@mail.ru

УДК 621.383
EDN: DHPVJB

PACS: 42.79.Pw, 85.60.Gz, 07.57.Kp

Анализ надежности фотомодуля инфракрасного диапазона с режимом временной задержки и накопления с цифровыми выходами

© Е. К. Романов*, В. И. Бурлаков, Д. Д. Чеботаренко, А. Д. Юдовская

АО «НПО «Орион», Москва, 111538 Россия

* E-mail: robogear0@gmail.com

Статья поступила в редакцию 25.03.2025; после доработки 9.04.2025; принята к публикации 2.06.2025

Шифр научной специальности: 2.2.6

Рассмотрен принцип работы и надежность фотомодулей (ФМ) формата 1024×10 элементов на основе кадмий-ртуть-теллура (КРТ), чувствительных в инфракрасном (ИК) диапазоне, предназначенных для построения многорядного крупноформатного фотоприёмного устройства (ФПУ), разработанного для бортовой аппаратуры сканирующего типа, предназначенной для гидрометеорологических исследований и другого гражданского применения в части космического мониторинга Земли. Построена структурная схема надежности ФМ, проведен расчет надежности ФМ, подтверждающий достаточное время безотказной работы ФМ на протяжении более 10 лет на геостационарной орбите (ГСО).

Ключевые слова: фотомодуль; инфракрасный диапазон; режим временной задержки и накопления; надежность; фотоприёмные устройства.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-25-33

Введение

ИК ФПУ с режимом ВЗН активно используются в составе космических систем мониторинга (КСМ) Земли. Ключевым элементом таких ИК ФПУ являются ИК ФМ с режимом ВЗН, в каналах которых имеются фоточувствительные элементы (ФЧЭ), формирующие фоточувствительный слой (ФЧС) ФПУ. ФЧЭ определяют фотоэлектрические характеристики (ФЭХ) каналов ИК ФМ, в том числе и пороговые, такие как шум, SNR , D^* и другие. ФЭХ каналов фотомодуля определяют ФЭХ фотоприёмного устройства.

Система КСМ длительное время эксплуатируется на орбите Земли под постоянным воздействием ионизирующего излучения космического пространства (ИИКП). Последнее провоцирует деградацию полупроводниковых материалов ФЧЭ и больших интегральных схем (БИС) считывания. В процессе создания современных КСМ Земли было спроектирова-

но два основных вида ФМ: ФМ с аналоговыми выходами и ФМ с цифровыми выходами [3]. Для современных ФПУ перспективнее использование ФМ с цифровыми выходами, но для подтверждения возможности их применения остается важным вопрос надежности подобных ФМ.

Актуальность темы

Актуальность работы обусловлена следующими тремя основными причинами:

- 1) появление принципиально нового ФМ с цифровыми выходами;
- 2) работы, проведенные ранее по анализу надежности матричных фотоприемников, имеют общий вид и для использования в расчете надежности ИК ФПУ космического базирования недостаточны [1];
- 3) определение достигнутого уровня показателей надежности современных ФМ.

Особенности расчета надежности

Расчет надежности ФМ-Д предусматривает идентификацию аппаратуры, подлежащей расчету, выбор метода расчета с учетом особенностей аппаратуры и исходными данными, составление расчетных моделей для каждого рассчитываемого показателя надежности, а также оценка принципиальной возможности обеспечения требований по надежности. Дополнительным параметром, влияющим на эксплуатацию ФМ-Д является рабочая температура, равная минус 100 °С. Ее влияние также необходимо учесть, используя соответствующий коэффициент.

За исходные данные примем вероятность безотказной работы ФМ-Д на геостационарной орбите в течение 11 лет должна быть не менее 0,99.

Расчет надежности основывается на следующих допущениях:

- каждый элемент ФМ-Д может находиться в одном из двух состояний – работоспособность или отказ;
- интенсивности отказов ЭРИ и их соединений в условиях эксплуатации λ_3 и хранения $\lambda_{хр}$ не зависят от времени, справедлив экспоненциальный закон распределения отказов;
- отказы ЭРИ и их соединений являются событиями случайными и независимыми;
- отказ любого не резервируемого ЭРИ или их соединений приводит к отказу ФМ-Д;
- доля конструкционных отказов пренебрежимо мала в сравнении с общей долей отказов ЭРИ и их интенсивность в условиях эксплуатации и хранения можно считать равной нулю;
- закон распределения времени между отказами элементов экспоненциальный;
- при экспоненциальном законе распределения времени между отказами интенсивность отказов является величиной постоянной;
- при расчете учитываются только внезапные отказы;
- отказы, связанные с процессами износа и старения, в расчете не рассматриваются;

– нагрузки, действующие на рассматриваемом этапе, не влияют на интенсивность отказов на последующих этапах;

– при расчетах надежности структур, содержащих средства программируемой автоматики и/или вычислительной техники, предполагается безошибочность системного и прикладного программного обеспечения;

– соединения компонентов последовательное.

Структурное представление ФМ-Д

В целях упрощения процедуры расчета и определения понятия отказа составных частей и аппаратуры в целом используется структурная схема надежности изделия и составных частей. Структурная схема надежности (ССН) ФМ-Д приведена на рисунке 1.

Отказом ФМ-Д считается выход из строя канала передачи информации (КПИ), а также отказ более двадцати каналов ВЗН или отказа трех и более соседних каналов ВЗН.

Критериями отказа ФМ-Д являются следующие требования:

- ФМ-Д становится неработоспособным, если число неработоспособных ФЧЭ в нем $N_{\text{деф}} \geq 2 \%$;
- канал ФМ-Д становится неработоспособным, если величина его ПЧ возрастает до $P_{\text{пор_кан}} \geq 2 \times P_{\text{порТЗ}}$.

В состав фоточувствительного модуля формата 1024×10 входит матрица фоточувствительных элементов из КРТ, состыкованная с кремниевой большой интегральной схемой (БИС) считывания. Структура БИС показана на рисунке 2. В её состав входит матрица входных ячеек размером 60×45 мкм, которая имеет топологию из четырёх субматриц, сдвинутых на 15 мкм поперек направления сканирования, далее сигнал коммутируется в блок ВЗН суммирования, после которого следует блок «1024 каналов дельта-сигма АЦП с разрешением 14 бит». После преобразования сигнал с каждого канала записывается в блок статической памяти и далее последовательно выводится через 2 выхода.

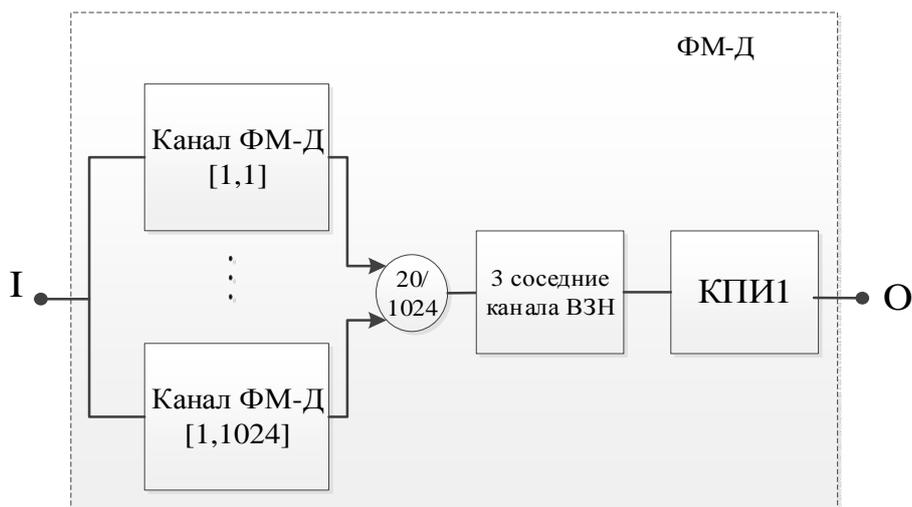


Рис. 1. Структурная схема надежности ФМ-Д

Структура одного канала с электронным трактом мультиплексора приведена на рисунке 3. В него входят 10 входных ячеек, расположенных вдоль направления сканирования, с электронным трактом мультиплексора и схем ВЗН преобразования и считывания (в соответствии с разделом 3 технического задания).

Структура АЦП с памятью для вывода результата предыдущего преобразования в момент пока производится текущее, приведена на рисунке 4.

Формулы расчетов эксплуатационных интенсивностей отказов компонентов и вспомогательные коэффициенты получены из справочника [4]. Справочник содержит сведения, предназначенные для использования при расчетах показателей надёжности радиоэлектронной аппаратуры военного назначения в соответствии с требованиями основополагающих нормативных документов, а также формулы, коэффициенты и характеристики элементов, применяемые в расчетах.

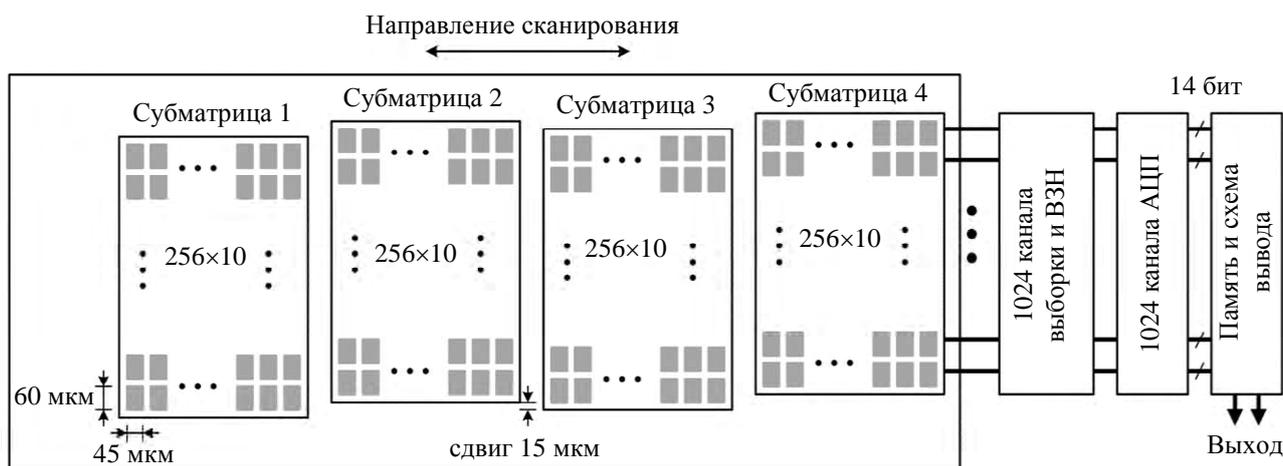


Рис. 2. Блок-схема БИС считывания

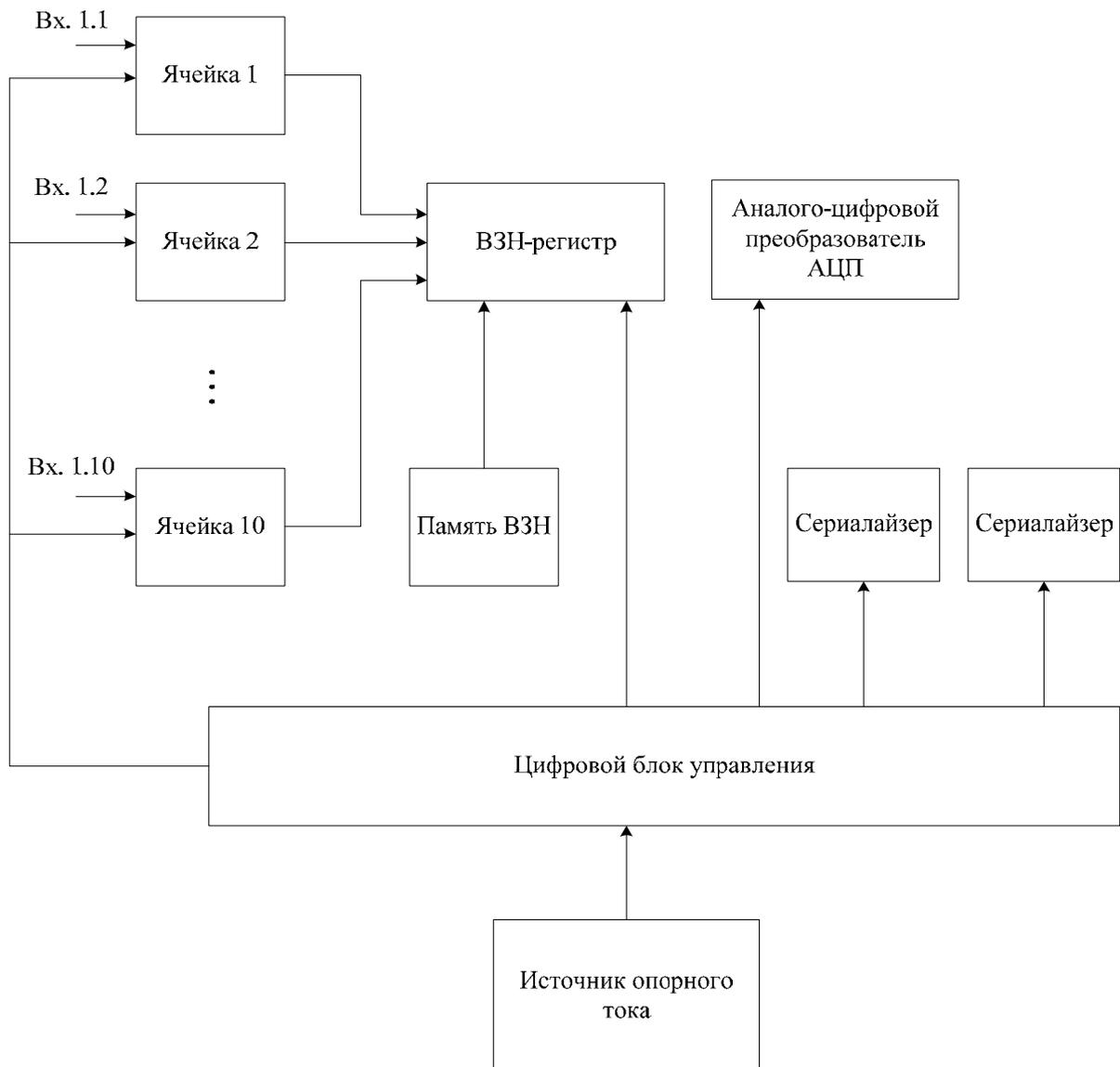


Рис. 3. Структурная схема канала с электронным трактом мультиплексора

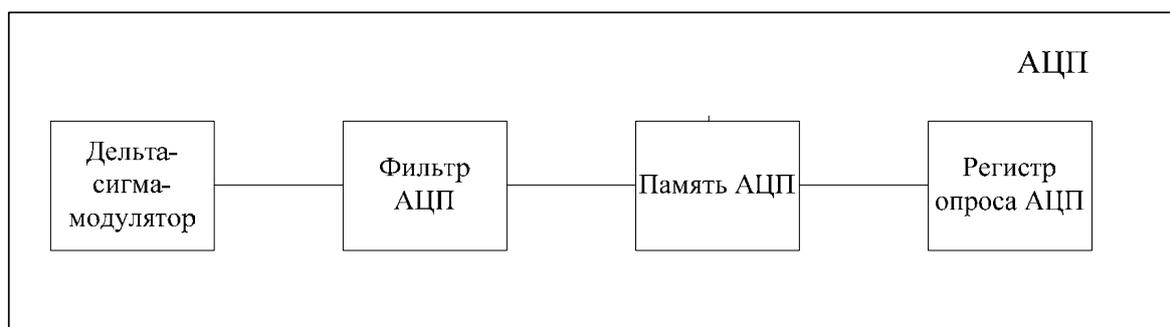


Рис. 4. Структура АЦП

Расчет надежности

Вероятность безотказной работы (ВБР) матрицы фоточувствительных элементов (МФЧЭ) из материала $\text{Cd}_x\text{Hg}_{x-1}\text{Te}$ (КРТ) 1:

$$P_{\text{крт}0}(t) = e^{-\lambda_{\text{э1крт}} \cdot t \cdot K_{\text{ка}}}, \quad (1)$$

где $\lambda_{\text{э1крт}}$ – эксплуатационная интенсивность отказов фотоприемников из КРТ; по результатам испытаний на безотказность матричного

фотоприемного устройства (МФПУ) ФУК10М формата 256×256 № 832/05-08, изготовленного по ОКР «Сеанс» в 2007 г.; $\lambda_{\text{бкрт}}$ – базовая интенсивность отказов, равная $3,8 \times 10^{-6}$ (1/ч); t – время работы, равное 113880 ч; K_a – коэффициент качества производства аппаратуры, определенное в справочнике [4]. K_a учитывает уровень требований к разработке и изготовлению аппаратуры. Коэффициент K_a отражает среднестатистическую разницу в интенсивности отказов ЭРИ в аппаратуре и равен 0,2.

Для заданных условий применения и эксплуатации фотоприемников $K_{\text{пркрт}} = 1,0$, $K_{\text{экрт}} = 1$, группа 5.3 (см. рис. 5) (2):

$$\lambda_{\text{элкрт}} = \lambda_{\text{бкрт}} \times K_{\text{экрт}} \times K_{\text{пркрт}} + \lambda_{\text{ячейка}} + \lambda_{\text{эллипчип}} + \lambda_{\text{эсварка}} = 3,60588674 \times 10^{-6} [1/\text{ч}], \quad (2)$$

где $K_{\text{экрт}}$ – коэффициент эксплуатации КРТ, равный 0,9997193785; $K_{\text{пркрт}}$ – коэффициент приемки КРТ, равный 0,9992362709; $\lambda_{\text{ячейка}}$ – эксплуатационная интенсивность отказов ячейки, равная 0,999844089; $\lambda_{\text{эллипчип}}$ – эксплуатационная интенсивность отказов метода корпусирования, равный 0,99987527; $\lambda_{\text{эсварка}}$ –

эксплуатационная интенсивность отказов сварки, равная 0,99987527.

С учетом формулы (2), получаем $P_{\text{крт0}}$ по формуле (3):

$$P_{\text{крт0}}(113880) = 0,9211543415269. \quad (3)$$

Канал ВЗН включает десять ФЧЭ. Работоспособность сохраняется при работе в канале трех ФЧЭ. Согласно формуле Бернулли ВБР канала ВЗН за время $t = 113880$ ч при отказе семи и более ФЧЭ из 10 ФЧЭ (4):

$$P_{\text{крт1}} = \sum_{j=0}^7 \frac{10!}{j!(10-j)!} \cdot P_{\text{крт0}}^{10-j} \cdot (1 - P_{\text{крт0}})^j = 0,9999999418765. \quad (4)$$

На рисунке 5 приведена ССН канала ФМ-Д.

Flip-chip – это метод корпусирования интегральной схемы, при котором механическое и электрическое поэлементное соединение каждой пары МФЧЭ и БИС осуществляется с помощью стыковки индиевых столбиков.

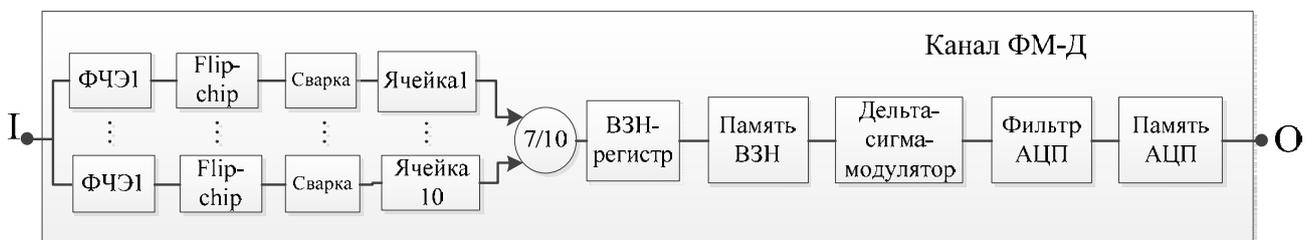


Рис. 5. Структурная схема надежности канала ФМ-Д

К отказу ФЧЭ приводит потеря контакта индиевых столбиков. Отказы ФЧЭ, в свою очередь, приводят к потере сигнала и как следствие к отказу канала ВЗН. Соединение внешних выводов фоточувствительного модуля с коммутационной платой осуществляется с помощью сварки. Механическое и электрическое поэлементное соединение каждой пары МФЧЭ и БИС осуществляется с помощью

стыковки индиевых столбиков. Соединение контактных площадок БИС с токоведущими дорожками выходных контактов МФЧЭ осуществляется с помощью сварки.

Для расчета надежности БИС считывания используются данные по элементам, из которых состоит БИС считывания. Исходные данные по элементам основных узлов БИС считывания приведены в таблице 1.

Таблица 1

Количество элементов в основных узлах БИС считывания

Наименование элемента	nmos	pmos	nmos+pmos
Ячейка	32	16	48
ВЗН (1 канал)	107	24	131
Дельта-сигма модулятор (1 канал)	89	86	175
Фильтр АЦП (1 канал)	542	542	1084
Регистр опроса АЦП (1 канал)	45	45	90
Память ВЗН (1 канал)	184	184	368
Память АЦП (1 канал)	320	320	640
Сериалайзер (2 канала)	1410	1410	2820
Цифровой блок управления	13750	13750	27500
Источник опорного тока	297	383	680

ВБР БИС считывания рассчитывается по формуле (5):

$$P_{\text{крт2}} = P_{\text{крт1}} \times P_{\text{взрег}} \times P_{\text{дельтасигма}} \times P_{\text{фильтраци}} \times P_{\text{памятьвзн}} \times P_{\text{памятьаци}} \quad (5)$$

С учетом пересчета на минус 100 °С ВБР БИС считывания и с учетом K_a (6):

$$P_{\text{крт2}} = 0,9990494517125. \quad (6)$$

Базовая интенсивность λ_6 по основным узлам БИС считывания, полученная при расчете с помощью программы АСРН исходя из данных таблицы 1.

ФМ-Д включает 1024 ВЗН-канала, не допускается отказ более 20 каналов ВЗН и при этом отказа трех соседних каналов ВЗН. ВБР каналов ФМ-Д рассчитывается по формуле (7):

$$P_{\text{крт3}} = \sum_{l=0}^n P(B_l) \times P(A/B_l), \quad (7)$$

где B_l – событие, заключающееся в том, что в модуле из n каналов ВЗН число отказавших каналов ВЗН равно l ($l = 0, 1, 2, \dots, n$); $P(B_l)$ – вероятность события B_l ; $P(A/B_l)$ – условная вероятность того, что ФМ-Д работоспособен, когда число его отказавших каналов ВЗН равно одному (в нашем случае 20).

Вероятность события B_l описывается выражением (8):

$$P(B_l) = C_n^l \times Q_{\text{крт3}}^l \times P_{\text{крт2}}^{1024-l}. \quad (8)$$

Условная вероятность того, что модуль работоспособен, когда число его отказавших каналов ВЗН равно одному, находится как отношение числа исходов, благоприятствующих событию A , равному $n(l)$, к общему числу исходов при событии $B(l)$, равному C_n^l .

Количество комбинаций $n(l)$, благоприятствующих работоспособному состоянию модуля, при числе отказавших каналов равном одному, рассчитанное по индукции (9):

$$P(B_l) = C_{n+2-1}^l \text{ для } l \leq L \leq \left[\frac{n+2}{3} \right], \quad (9)$$

и $n(l) = 0$ для $l > L$, поскольку элементарные исходы, благоприятствующие событию A , отсутствуют.

ВБР каналов ВЗН (10):

$$P_{\text{крт3}} = \sum_{l=0}^{\left[\frac{n+2}{3} \right]} C_{n+2-1}^l \times P_{\text{крт2}}^{n+2-1} \times Q_{\text{крт2}}^l. \quad (10)$$

ВБР каналов ВЗН ФМ-Д с отказами не более 20 каналов ВЗН, из которых не должно быть три подряд расположенных (11):

$$P_{\text{крт3}} = 0,9981187355381. \quad (11)$$

Далее необходимо найти ВБР функционального устройства, которое имитирует КПИ. В состав канала входят два сериалайзера, цифровой блок управления, источник опорного тока, регистр опроса АЦП. Компо-

ненты КПИ соединены последовательно (см. рис. 6), что означает, если один из компонентов выходит из строя, отказывает фотомодуль. ВБР КПИ с учетом $P_{крт3}$ рассчитывается по формуле (12).

На рисунке 6 приведена ССН канала передачи информации (КПИ).

Согласно ССН за $t = 113880$ с учетом коэффициента K_a и пересчетом на минус $100\text{ }^\circ\text{C}$ ВБР (12):

$$P_{крт4} = P_{СЕРИАЛ} \times P_{СЕРИАЛ} \times P_{ЦИФРЬЛУПР} \times P_{ИСТОПОРТОКА} \times P_{РЕГОПРАЦП} \times P_{крт3}, \quad (12)$$

где $P_{СЕРИАЛ} = 0,9997193785$; $P_{ЦИФРЬЛУПР} = 0,9992362709$; $P_{ИСТОПОРТОКА} = 0,999844089$; $P_{РЕГОПРАЦП} = 0,99987527$.

В таблице 2 отдельно приведены промежуточные значения, использовавшиеся в расчете.



Рис. 6. Структурная схема надежности КПИ

Таблица 2

Промежуточные значения ВБР составных компонентов ФМ-Д

Характеристика	Обозначение	Значение ВБР
ВБР фотоэлемента на основе КРТ	$P_{крт0}$	0,9211543415269
ВБР канала ВЗН при отказе не более 7 ФЧЭ	$P_{крт1}$	0,9999999418765
БИС считывания		
ВБР ВЗН-регистра	$P_{взрег}$	0,9997975735809
ВБР дельта сигма модулятора	$P_{дельтасигмамод}$	0,9998440894814
ВБР фильтра АЦП	$P_{фильтрацп}$	0,9997193775666
ВБР памяти ВЗН	$P_{памятьвзн}$	0,9998440894814
ВБР памяти АЦП	$P_{памятьацп}$	0,9998440894814
ВБР БИС считывания с учетом $P_{крт1}$	$P_{крт2}$	0,9990494517125
ВБР ФМ-Д с отказами не более 20 каналов, из которых не должно быть 3 подряд расположенных		
ВБР при не более 20 отказавших каналов ВЗН и при этом не более 3 расположенных рядом	$P_{крт3}$	0,9981187355381
Канал передачи информации		
ВБР сериалайзера	$P_{СЕРИАЛ}$	0,9997193785
ВБР сериалайзера	$P_{СЕРИАЛ}$	0,9997193785
ВБР цифрового блока управления	$P_{ЦИФРЬЛУПР}$	0,99923627
ВБР источника опорного тока	$P_{ИСТОПОРТОКА}$	0,999844089
ВБР регистра опроса АЦП	$P_{РЕГОПРАЦП}$	0,9998752696

Таким образом, на основе промежуточных вычислений, приведенных в таблице 2, получено значение ВБР ФМ-Д $P_{крт4}$ (13):

$$P_{крт4} = 0,9965170398001. \quad (13)$$

Заключение

В настоящей работе был проведен анализ структуры современных ИК ФМ с цифровыми выходами для ИК ФПУ, используемых

для КСМ Земли, составлена структурная схема надежности для ФМ с цифровыми выходами, на основе которой был проведен расчет надежности ФМ для подтверждения возможности его эксплуатации на ГСО в течении длительного периода.

В ходе анализа структуры ИК ФМ была разработана структурная схема надежности канала ФМ. Структурная схема надёжности канала ФМ позволила определить элементы и структуры, выход из строя которых приведет к отказу ИК ФМ. Выход из строя трех ФЧЭ, в том числе элементов соединения ФЧЭ с БИС, или входной ячейки ФЧЭ в БИС приводит к выходу из строя ФМ. Выход из строя ВЗН-регистра, памяти ВЗН, дельта-сигма-модулятора, фильтра АЦП или памяти АЦП тоже приводит к выходу из строя ФМ. В таблице 2 приведены промежуточные значения вероятности безотказной работы составных компонентов ФМ.

Исходя из ВБР всех составных элементов ФМ была рассчитана ВБР ФМ равная 0,9965170398001, что позволяет говорить о высокой степени безотказной работы ФМ в течении 96 360 часов на ГСО. Для дальнейшего увеличения ВБР ФМ необходимо улучшение материала КРТ для изготовления фоточувствительных матриц.

Для подтверждения проведенной оценки надежности будут проведены ресурсные ис-

пытания для подтверждения возможности безотказной работы на протяжении 11 лет.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Патрашин А. И., Бурлаков И. Д. / Успехи прикладной физики. 2015. Т. 3. № 3. С. 287–300.
2. Романов Е. К., Хрущев А. О., Бурлаков В. И. / Тезисы докладов XIV научно-практической конференции молодых ученых и специалистов «Фотосенсорика: новые материалы, технологии, приборы, производство». – Москва, 2025. С. 112–114.
3. Бурлаков В. И., Гапонов О. В., Морковников Н. И. / Российский форум «Микроэлектроника 2024». 10-я научная конференция «ЭКБ и микроэлектронные модули». Сборник тезисов. – М.: Издательство «ТЕХНОСФЕРА», 2024. С. 789–791.
4. Справочник «Надежность электрорадиоизделий». – М.: МО РФ, 2006.
5. Автоматизированная система расчета надежности. Надежность электрорадиоизделий. Разработан ГУП «22 ЦНИИ» МО РФ, РНИИ «Электронстандарт» и ОАО «Электронстандарт», 2002.
6. ГОСТ 25.504-84. Расчеты и испытания на прочность. Методы расчета характеристик сопротивления усталости. – М.: Издательство стандартов, 1982.
7. ГОСТ 27.002-2015. Надежность в технике. Термины и определения. – М.: Стандартинформ, 2016.
8. ГОСТ 27.301-95. Надежность в технике. Расчет надежности. Основные положения. – М.: ИПК Издательство стандартов, 1996.
9. ГОСТ Р 59606-2021. Оптика и фотоника. Устройства фотоприёмные второго и последующего поколения. Методы измерений фотоэлектрических параметров и определение характеристик. – М.: Российский институт стандартизации, 2021.

PACS: 42.79.Pw, 85.60.Gz, 07.57.Kp

Analysis of the reliability of the infrared focal plane array with time delay integration with digital outputs

E. K. Romanov*, V. I. Burlakov, D. D. Chebotarenko and A. D. Yudovskaya

RD&P Center ORION, JSC, Moscow, 111538 Russia

* E-mail: robogear0@gmail.com

Received 25.03.2025; revised 9.04.2025; accepted 2.06.2025

The operating principle and reliability of focal plane array (FPA) of 1024×10 format elements based on cadmium-mercury-tellurium (CMT), sensitive in the infrared (IR) range, intended for the construction of a multi-row large-format photodetector (PD) developed for on-board scanning equipment intended for hydrometeorological research and other civil applications in terms of space monitoring of the Earth are considered. A structural diagram of the reliability

of the FPA is constructed, the reliability of the FPA is calculated, confirming sufficient time of failure-free operation of the FPA for more than 10 years in the geostationary orbit (GEO).

Keywords: focal plane array; infrared range; time delay integration mode; deselection; reliability; photodetector.

REFERENCES

1. Patrashin A. I. and Burlakov I. D., Usp. Prikl. Fiz. (Advances in Applied Physics) **3** (3), p. 287–300 (2015) [in Russian].
2. Romanov E. K., Khrushchev A. O. and Burlakov V. I. Proc. XIV scientific and practical conference of young scientists and specialists “Fotosensorika: novye materialy, tekhnologii, pribory, proizvodstvo”. Moscow, 2025, pp. 112–114 [in Russian].
3. Burlakov V. I., Gaponov O. V. and Morkovnikov N. I. Russian forum “Mikroelektronika 2024”. 10th scientific conference “EKB i mikroelektronnye moduli”. Collection of abstracts, Moscow, Publishing house “TEHNOSFERA”, pp. 789–791 (2024) [in Russian].
4. Directory “Nadezhnost elektroradioizdelij”, Moscow, MD RF, 2006 [in Russian].
5. Avtomatizirovannaya sistema rascheta nadezhnosti. Nadezhnost elektroradioizdelij. Developed by SUE “22 CNII” MD RF, RSRI “Electronstandart” & JSC “Electronstandart”, 2002 [in Russian].
6. GOST 25.504-84, Raschety i ispytaniya na prochnost. Metody rascheta karakteristik soprotivleniya ustalosti, Moscow, Izdatelstvo standartov, 1982 [in Russian].
7. GOST 27.002-2015, Nadezhnost v tekhnike. Terminy i opredeleniya, Moscow, Standartinform, 2016 [in Russian].
8. GOST 27.301-95, Nadezhnost v tekhnike. Raschet nadezhnosti. Osnovny`e polozheniya, Moscow, IPK Izdatelstvo standartov, 1996 [in Russian].
9. GOST R 59606-2021, Optika i fotonika. Ustrojstva fotopriyomnye vtorogo i posleduyushchego pokoleniya. Metody izmerenij fotoelektricheskikh parametrov i opredelenie karakteristik, Moscow, Rossijskij institut standartizacii, 2021 [In Russian].

Об авторах

Романов Евгений Константинович, инженер 2 категории, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9). E-mail: robogear0@gmail.com SPIN-код РИНЦ 2791-2916, Author ID 1256220

Бурлаков Владислав Игоревич, начальник отдела, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9). E-mail: vlad-burlakov@mail.ru SPIN-код РИНЦ 5697-4861, Author ID 1152653

Чеботаренко Даниил Дмитриевич, инженер, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9). E-mail: moifoto2014@yandex.ru

Юдовская Александра Дмитриевна, ведущий инженер, АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, д. 9). E-mail: tigris_kisa@mail.ru SPIN-код РИНЦ 9887-4230, Author ID 1227585

УДК 621.
EDN: EOALOY

PACS: 85.60.–g

Получение коллоидных квантовых точек PbSe и тонких пленок на их основе с использованием раствора селена в децене-1

© И. А. Шуклов*, Т. Миленкович, О. В. Вершинина, Н. В. Дубровина, О. А. Сапцова,
В. С. Попов, В. В. Иванов

Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет),
Московская обл., г. Долгопрудный, 141701 Россия
* E-mail: shuklov.ia@mipt.ru

Статья поступила в редакцию 29.11.2024; после доработки 4.02.2025; принята к публикации 10.02.2025
Шифр научной специальности: 1.3.11

Разработан новый метод получения коллоидных квантовых точек селенида свинца с использованием раствора серого селена в децене-1. Исследована зависимость размера, распределения по размерам и спектральных характеристик коллоидных квантовых точек PbSe от температуры реакции. Для образцов проведена характеристика кристаллической фазы и лигандной оболочки. Из полученных образцов были получены тонкие пленки и определена их морфология. Была изучена кинетика замены исходной лигандной оболочки на роданид и йодид анионы в тонких пленках и определено время максимального замещения для исследованных систем. На основе полученных коллоидных материалов на золотых встречно-штыревых электродах была получена фото-чувствительная структура.

Ключевые слова: селенид свинца; высокотемпературный коллоидный синтез; прекурсор; квантовые точки.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-34-41

Коллоидные квантовые точки (ККТ) являются перспективными наноматериалами для создания биометок, лазеров, солнечных батарей, фотодетекторов, и светодиодов. Эти коллоидные наноматериалы имеют большие перспективы для применений благодаря возможности простого перестраивания спектрального диапазона чувствительности и удобству нанесения золь на различные подложки. Эти особенности делают их особенно привлекательными для применения в области электроники, включая создание фотодетекторов [1, 2]. Нобелевская премия по химии 2023 года была присуждена за выдающиеся достижения в области разработки и применения коллоидных квантовых точек, что открыло новые перспективы в различных областях науки и технологии [3].

Коллоидные наноматериалы могут стать экономичной альтернативой традиционным эпитаксиальным материалам для детекторов инфракрасного диапазона, таким как HgCdTe и InSb. В настоящее время разработано несколько типов коллоидных нанокристаллов, способных покрывать различные участки инфракрасного спектра, включая ближний [4], средний [5] и дальний ИК-диапазоны [6].

Для получения коллоидных нанокристаллов селенидов, таких как CdSe, PbSe или HgSe наиболее часто используется раствор триоктилфосфин селенида в триоктилфосфине [7, 8]. Данный реагент получается при растворении элементарного селена в триоктилфосфине. Исходный фосфин при этом доступен в техническом качестве с содержанием основного вещества порядка 90 %. Низкая воспро-

изводимость синтезов коллоидных нанокристаллов с этим прекурсором, является следствием варьирующегося состава примесей в нем. В частности, диоктилфосфин является типичной плохо отделяемой примесью при синтезе триоктилфосфина через реактив Гриньяра и PCl_3 [9]. В условиях синтеза прекурсора, это примесное вещество образует более реакционноспособный в синтезе наночастиц селенидов диоктилфосфина селенид. Таким образом скорость образования наночастиц селенидов может существенно отличаться с разными партиями триоктилфосфина в зависимости от концентрации в нём высоко-реакционноспособных примесей [10]. Важным фактором является также необходимость в импортозамещении триоктилфосфина, который не производится российской химической промышленностью.

В рамках работ по исследованию синтеза и свойств коллоидных квантовых точек халькогенидов тяжелых металлов [11, 12], проводимых в нашей группе, возникла необходимость в разработке более совершенных прекурсоров халькогенов для синтеза наночастиц. Особый внимание было уделено прекурсорам на основе химических реактивов российского производства.

Ранее нами были предложен новый прекурсор селена на основе децена-1 [13]. С его помощью были успешно получены коллоидные квантовые точки HgSe с средним диаметром от 5 до 7 нм. В рамках представленной работы данный прекурсор был исследован синтезе ККТ PbSe с его использованием.

Прекурсор реагирует с раствором олеата свинца при температурах от 80 °С с образова-

нием темно окрашенных зелей селенида свинца. При температурах от 100 °С до 120 °С нам удалось получить образцы с четко выраженными экситонными пиками с положением максимума от 1173 нм до 1366 нм [14]. При этом значение полуширины экситонного пика (FWHM) оставалось практически неизменным для образцов наночастиц, полученных при вышеуказанных температурах, и равнялось ~120 нм. Образец полученный при 150 °С не обладал выраженным экситонным пиком (рис. 1).

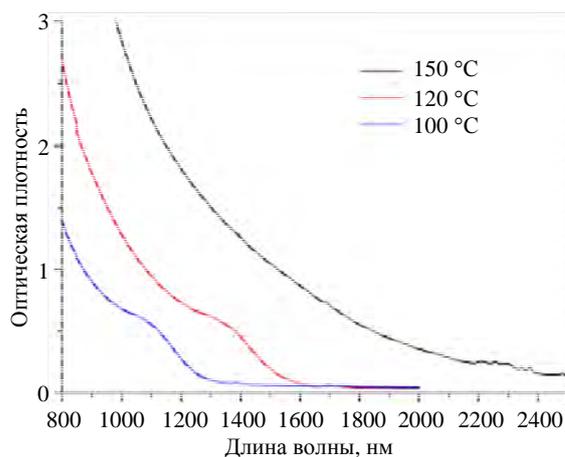
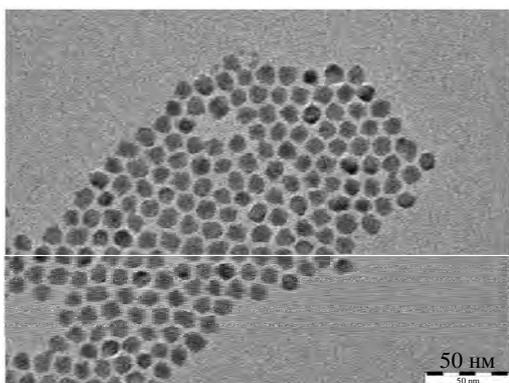
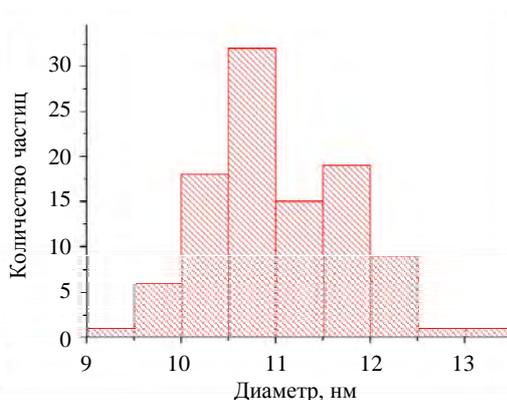


Рис. 1. Изменение спектра поглощения образцов ККТ PbSe в зависимости от температуры синтеза

Полученные при 150 °С нанокристаллы обладают смешанной формой вида нанокубов и усеченных октаэдров со средним размером порядка 11 нм (рис. 2). Переход от кинетически выгодных сферических частиц PbSe к термодинамически предпочтительным нанокубам характерен для наночастиц селенида свинца при размерах свыше 9 нм [15]. С исходной олеатной оболочкой частицы не агрегированы.



а)



б)

Рис. 2. а) – микрофотография ПЭМ и б) – гистограмма распределения по размерам ККТ PbSe , полученных при 150 °С

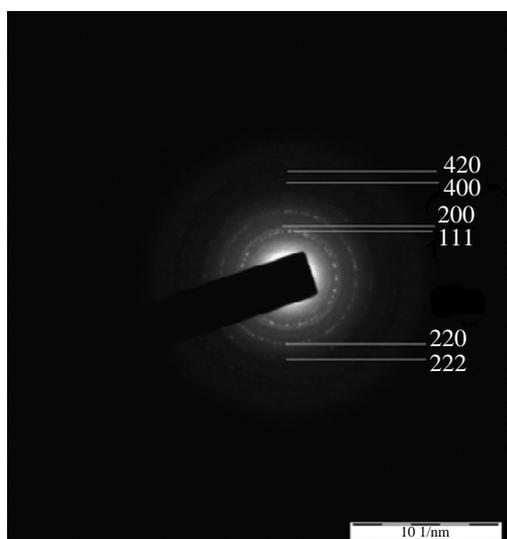
Форма SAED (Selected Area Electron Diffraction) типична для поликристаллических образцов с равномерным распределением по площади образца (рис. 3а). В SAED наблюдаются кольца рефлексов от плоскостей (111), (200), (220), (222), (400), (420) с межплоскостными расстояниями характерными для клаусталита и кубической сингонии [16]. В ИК-спектре наблюдаются сигналы лигандной оболочки, состоящей из олеиламина (рис. 3б) [17].

На основе полученных ККТ PbSe были получены тонкие пленки. На приставке многократного нарушенного внутреннего отражения была изучена скорость замены исходной лигандной оболочки на йодид и роданид ионы с использованием тетрабутиламмония йодида и роданида аммония в качестве замещающих реагентов соответственно. Для этого модельные тонкие пленки были получены испарением золь непосредственно на германиевой пластине приставки. Использование МНПВО [18, 19] для отслеживания процесса замены позволяет достичь очень высокую чувствительность при наблюдении процесса замены в образцах пленок, при этом максимально приближенном по своим параметрам к используемым при создании фотодетекторов.

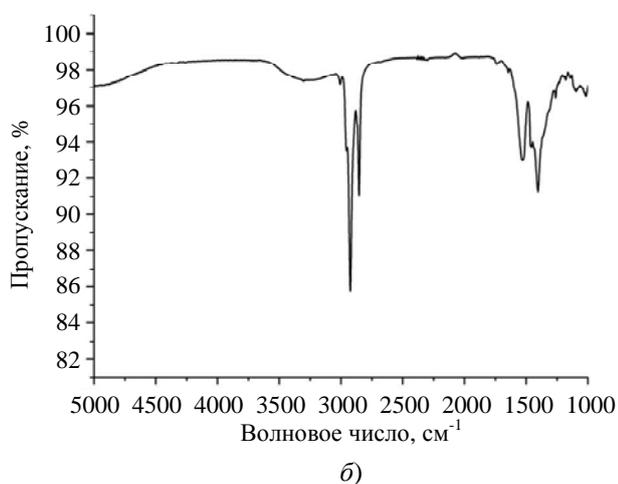
Замещение олеатных лигандов в тонкой пленке ККТ PbSe йодид-анионами проводилось с использованием раствора тетрабутиламмония йодида в формамиде (рис. 4). Изменения в диапазоне $3000\text{--}2800\text{ см}^{-1}$, где находятся сигналы валентных трансформаций

C-H связей, показывают, что максимальное возможное замещение исходной оболочки происходит после 3 минут взаимодействия с замещающим раствором. Наблюдается падение интенсивности на 90 % и дальнейшего изменения сигналов при более длительном контакте с замещающим раствором не происходит. Также наблюдается рост интенсивности сигналов адсорбированного на поверхности наночастиц формамида, в частности карбонильной группы.

Замещение олеатных лигандов в тонкой пленке ККТ PbSe роданид-анионами проводилось с использованием роданида аммония в изопропанол. По данным ИК-спектроскопии эта трансформация происходит быстрее, чем с йодид ионом. Уже через минуту наблюдается исчезновение сигналов валентной деформации C-H связей метиленовых групп исходных олеатов (рис. 5а). При 2050 см^{-1} появляется сигнал сложной формы, состоящий из двух сигналов соотношение интенсивностей которых меняется при обработке раствора замещающего лиганда роданида аммония и при промывках изопропанолом (рис. 5б). Сигнал состоит из сигнала свободного тиоцианат аниона при 2067 см^{-1} и координированного по азоту с ионом свинца тиоцианата при 2044 см^{-1} . Схожее поведение описано для замещения роданидом аммония лигандной оболочки в точках теллурида цинка [20]. В регионе $3200\text{--}3100\text{ см}^{-1}$ наблюдается широкий сигнал связанный с валентными деформациями N-H связей в сорбированных ионах аммония.



а)



б)

Рис. 3. а) SAED-изображение и б) ИК-спектр ККТ PbSe, полученных при $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

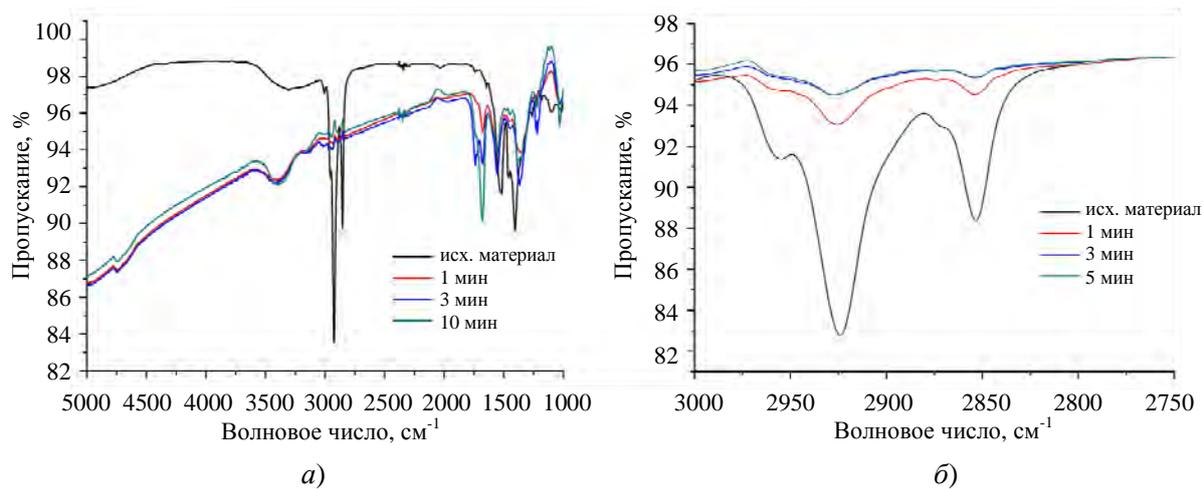


Рис. 4. Изменение спектра пропускания пленки ККТ HgSe в процессе замены лигандов на йодид ион: а) – спектр в диапазоне 5000–1000 см⁻¹ и б) – область валентных С-Н колебаний в диапазоне 3000–2750 см⁻¹

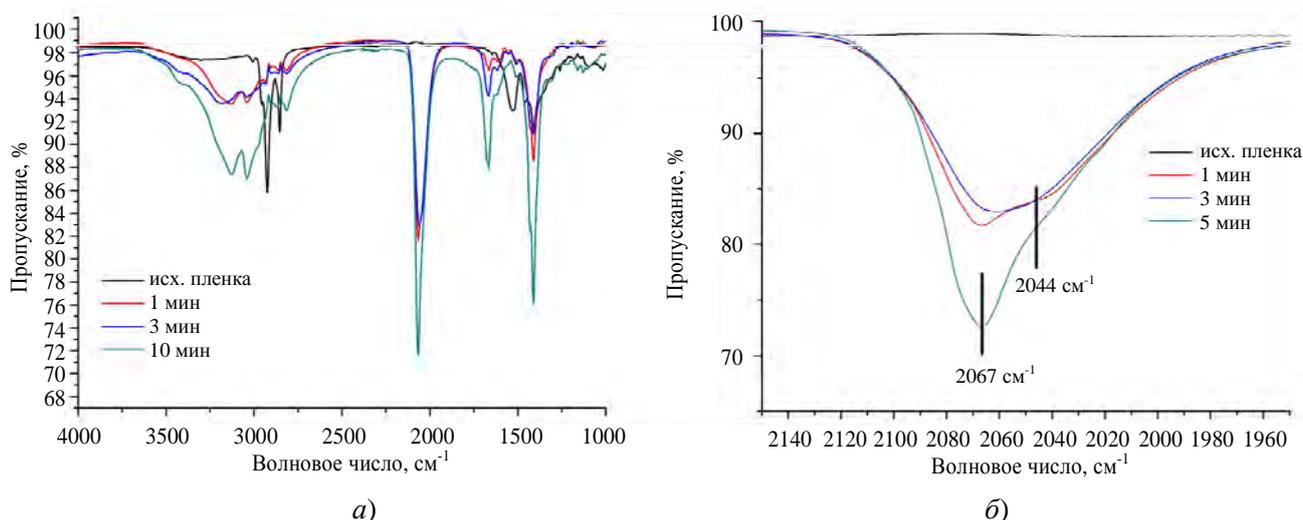


Рис. 5. Изменение спектра пропускания пленки ККТ HgSe в процессе замены лигандов на SCN

На основании данных полученных на модельных системах были выбраны оптимальные условия для создания фоточувствительной структуры резистивного типа. На золотые встречно-штыревые электроды с помощью спин-коатера были нанесена тонкая пленка ККТ селенида свинца и при засветке лазером 980 нм были определены вольт-амперные характеристики.

Величину фотоотклика и быстродействие фоторезистора оценивали по зависимости величины тока от времени при постоянном смещении (1В) и модулированной засветке (рис. 6). Средние значения величин фотоотклика и ампер-ваттной чувствительности составили 5,5 пА и 0,1 мкА/Вт, соответственно.

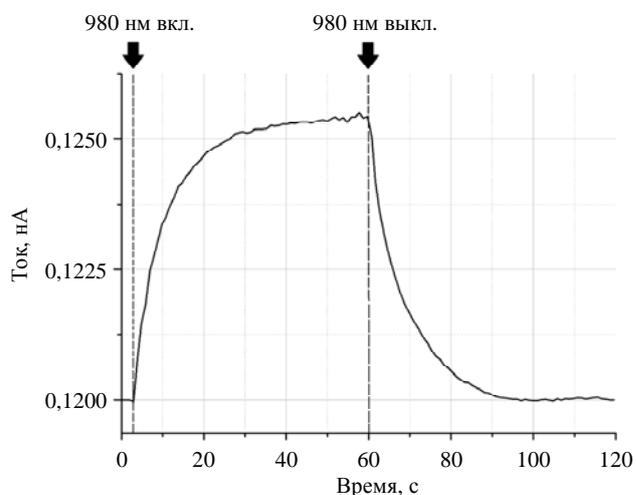


Рис. 6. Зависимость тока от времени при постоянном напряжении 1 В при засветке лазерным диодом с длиной волны 980 нм

Среднее значение времени спада фототока для всех исследованных фоторезисторов составило более 20 с. Полученное высокое значение времени спада позволяет предположить, что фотонным процессам в фотодетекторе при засветке сопутствуют тепловые процессы, которым свойственно длительное рассеивание тепловой энергии при выключении засветки.

Экспериментальная часть

Реактивы.

Следующие химикаты были использованы без дополнительной очистки: оксид свинца (99,998 %, Ланхит), селен (99,99 %, Ланхит), тетрабутиламмония йодид (99 %, Acros), децен-1 (90 %, Вектон), декан (эталонный, Компонентреактив), изопропанол (осч, Компонентреактив), цетан (эталонный, Компонентреактив). Олеиновая кислота (хч, Вектон) и олеиламин (80–90 %, Acros) были высушены нагревом (100 °С) при пониженном давлении (1 мбар). Прекурсор селена был получен по ранее опубликованной методике [13].

Методы измерений.

Для исследования размеров, морфологии и структуры наночастиц использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEM-2100 производства компании JEOL (Япония) с ускоряющим напряжением 200 кВ. Анализ кристаллической структуры проводился путем сопоставления межплоскостных расстояний, измеренных по полученным SAED-изображениям, со значениями из базы данных для кристаллических структур. Оптические свойства оценивались методами спектрофотометрии с помощью спектрофотометра (JASCO V-770, JASCO) и методом спектрометрии на ИК-Фурье спектрометре (Spectrum 100, PerkinElmer) с приставкой многократного нарушенного полного внутреннего отражения (МНПВО), оснащённой призмами из Ge и ZnSe (угол падения 45°, число отражений 25). С помощью атомно-силового микроскопа NT-MDT Solver-PRO в полуконтактном режиме была исследована морфология поверхности тонких пленок.

Исследования фоточувствительности проводились в ячейке со стальными подпружиненными контактами с использованием ис-

точника-измерителя тока и напряжения Keithley 2636В при комнатной температуре в воздушной атмосфере. Исследования проводились при постоянном напряжении $U = 1$ В, с модулированным излучением от лазерного диода с длиной волны 980 нм с продолжительностью засветки 60 с и скважностью 2.

Методика синтеза KKT PbSe.

Прекурсор свинца синтезировался, используя 0,446 г PbO (2 ммоль), 1,578 мл олеиновой кислоты и 5,1 мл децена. Полученную смесь перемешивали в течении 1 часа в токе аргона в двугорлой колбе при 120 °С, после чего доводили до оговоренной для каждого эксперимента температуры (110, 150 °С). Раствор селена в децене-1 (2 мл) с помощью шприца в течении 2 секунд добавили к приготовленному прекурзору ртути при выбранной температуре. После впрыска прекурсора селена температура реакционной смеси падает и поддерживается на необходимом уровне температуры синтеза. Реакционная смесь приобретает черную окраску в течении минуты. Время синтеза определялось индивидуально в диапазоне от 5 до 60 мин. После чего реакция останавливается резким охлаждением и погружением в ледяную баню. Частицы отмывались в системе гексан–изопропанол:ацетон (2:1). Для характеристики с помощью ПЭМ и ИК-Фурье спектрометрии полученные образцы растворяли в тетрахлорэтилене.

Методика изучения замены

На пластину приставки МНПВО (германий, 45°, площадь окна 5 см³), предназначенную для измерения жидкостей, наносится 0,3 мл коллоидного раствора квантовых точек селенида свинца в тетрахлорэтилене с концентрацией 10 мг/л. Растворитель из золя удаляется потоком воздуха при комнатной температуре с образованием тонкой пленки, после чего регистрируется спектр.

Далее на полученную пленку на приставке МНПВО наливается раствор замещающего лиганда (1 мл). Для предотвращения испарения приставка закрывается крышкой, и пленка подвергается действию замещающего раствора в течении желаемого времени. Избыток непрореагировавшего реагента смывается растворителем, после чего пленка высушивается на воздухе и производится измерение спектра.

Изготовление образцов фоторезисторов с заменой лигандов на йодид:

50 мкл золя коллоидных квантовых точек селенида свинца с концентрацией 5 мг/мл в тетрахлорэтилене были нанесены на встречно-штыревые электроды методом спин-коатинг (скорость 2500 оборотов/мин, время 45 с). Замена лигандов проводилась нанесением 50 мкл подготовленного раствора ТВАИ с концентрацией 20 мг/мл в формамиде на неподвижную подложку в течение 40 секунд, после чего последовал второй цикл центрифугирования с ускорением до 2500 оборотов/мин методом спин-коатинг (время 45 с). Избыток ТВАИ и продукты реакции удалялись нанесением 50 мкл формамида и 50 мкл ацетона на подложку методом спин-коатинг (скорость 2500 оборотов/мин, время 45 с). Для достижения требуемой толщины процедура нанесения и замены повторялась.

Выводы

Разработан инновационный метод синтеза коллоидных квантовых точек селенида свинца с применением раствора серого селена в децене-1. Проведено исследование влияния температуры реакции на размеры, распределение по размерам и спектральные характеристики квантовых точек PbSe. Осуществлена характеристика кристаллической структуры и лигандной оболочки полученных образцов. На основе этих материалов были созданы тонкие пленки, а также проанализирована их морфология. Исследована динамика замены исходной лигандной оболочки на анионы роданида и йодида в тонких пленках, и определено время, необходимое для достижения максимального замещения в изучаемых системах. На основе полученных коллоидных материалов была сформирована фоточувствительная структура на золотых встречно-штыревых электродах.

Авторы выражают благодарность А. А. Мардини за ряд ценных и важных замечаний.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ (проект № 23-23-00300).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ponomarenko V. P., Popov V. S., Shuklov I. A., Ivanov V. V., Razumov V. F. / Russ. Chem. Rev. 2024. Vol. 93. № 4. P. RCR5113.
2. Shuklov I. A., Razumov V. F. / Russ. Chem. Rev. 2020. Vol. 89. № 3. P. 379.
3. Yu K., Schanze K. S. / ACS Central Science. 2023. Vol. 9. № 11. P. 1989–1992.
4. Böberl M., Kovalenko M., Gamerith S., List E. J. W., Heiss W. / Adv. Mater. 2007. Vol. 19. P. 3574–3578.
5. Ackerman M. M., Tang X., Guyot-Sionnest P. / ACS Nano 2018. Vol. 12. P. 7264–7271.
6. Keuleyan S. E., Guyot-Sionnest P., Delerue C., Allan G. / ACS Nano 2014. Vol. 8. P. 8676–8682.
7. Shen G., Guyot-Sionnest P. / Chem. Mater. 2019. Vol. 31. № 1. P. 286–293.
8. Bundulis A., Shuklov I. A., Kim V. V., Mardini A. A., Grube J., Alnis J., Lizunova A. A., Razumov V. F., Ganeev R. A. / Nanomaterials. 2021. Vol. 11. № 12. P. 3351.
9. Voskuil W., Arens J. F. / Org. Synth. 1968. Vol. 48. P. 47.
10. Evans C. M., Evans M. E., Krauss T. D. / J. Am. Chem. Soc. 2010. Vol. 132. № 32. P. 10973–10975.
11. Shuklov I. A., Mardini A. A., Skabitsky I. V., Dubrovina N. V., Perepukhov A. M., Lizunova A. A., Razumov V. F. / Nano-Structures & Nano-Objects. 2023. Vol. 35. P. 101020.
12. Shuklov I. A., Mikhel I. S., Nevidimov A. V., Birin K. P., Dubrovina N. V., Lizunova A. A., Razumov V. F. / ChemistrySelect. 2020. Vol. 5. № 38. P. 11896–11900.
13. Шуклов И. А., Миленкович Т., Майорова А. В., Вершинина О. В., Иванова В. А., Павлова В. Д., Понов В. С. / Прикладная физика. 2024. № 1. С. 43–50.
14. Moreels I., Lambert K., De Muynck D., Vanhaecke F., Poelman D., Martins J. C., Allan G., Hens Z. / Chemistry of Materials. 2007. Vol. 19. № 25. P. 6101–6106.
15. Murphy J. E., Beard M. C., Norman A. G., Ahrenkiel S. P., Johnson J. C., Yu P., Mičić O. I., Ellingson R. J., Nozik A. J. / J. Am. Chem. Soc. 2006. Vol. 128. № 10. P. 3241–3247.
16. Kumar U., Sharma S. N., Singh S., Kar M., Singh V. N., Mehta B. R., Kakkar R. / Materials Chemistry and Physics. 2009. Vol. 113. № 1. P. 107–114.
17. Pan Y., Soheli M. A., Pan L., Wei Z., Bai H., Tamargo M. C., John R. / Materials Today: Proceedings. 2015. Vol. 2. № 1. P. 281–286.
18. Бёккер Ю. Спектроскопия. – М.: Техносфера, 2009.
19. Kazarian S. G., Chan K. L. A. / Appl. Spectrosc. 2010. Vol. 64. № 5. P. 135A–152A.
20. Fafarman A. T., Koh W.-K., Diroll B. T., Kim D. K., Ko D.-K., Oh S. J., Ye X., Doan-Nguyen V., Crump M. R., Reifsnnyder D. C. / J. Am. Chem. Soc. 2011. Vol. 133. № 39. P. 15753–15761.

Preparation of PbSe colloidal quantum dots and thin films by application of the solution of selenium in decene-1

I. A. Shuklov*, T. Milenkovich, O. V. Vershinina, N. V. Dubrovina, O. A. Saptsova, V. S. Popov and V. V. Ivanov

Moscow Institute of Physics and Technology, Dolgoprudny, Moscow Region, 141701 Russia

* *E-mail: shuklov.ia@mipt.ru*

Received 29.11.2024; revised 4.02.2025; accepted 10.02.2025

A new approach for the preparation of PbSe colloidal quantum dots applying a solution of gray selenium in decene-1 as a chalcogen precursor has been developed. The study of dependences of the size, size distribution, and spectral characteristics of PbSe colloidal quantum dots on the reaction temperature was performed. The crystal phase and ligand shell were investigated for the synthesized samples. Thin films were obtained from the obtained samples and their morphology was determined. The kinetics of the initial ligand shell exchange with thiocyanate and iodide anions in thin films was studied and the time of maximum ligand replacement for the studied systems was determined. The photosensor was manufactured by deposition of the prepared colloidal nanomaterial on the interdigitated electrodes.

Keywords: lead selenide; high-temperature colloidal synthesis; precursor; quantum dots.

REFERENCES

1. Ponomarenko V. P., Popov V. S., Shuklov I. A., Ivanov V. V. and Razumov V. F., *Russ. Chem. Rev.* **93** (4), RCR5113 (2024).
2. Shuklov I. A. and Razumov V. F., *Russ. Chem. Rev.* **89** (3), 379 (2020).
3. Yu K. and Schanze K. S., *ACS Central Science* **9** (11), 1989–1992 (2023).
4. Böberl M., Kovalenko M., Gamerith S., List E. J. W. and Heiss W., *Adv. Mater.* **19**, 3574–3578 (2007).
5. Ackerman M. M., Tang X. and Guyot-Sionnest P., *ACS Nano* **12**, 7264–7271 (2018).
6. Keuleyan S. E., Guyot-Sionnest P., Delerue C. and Allan G., *ACS Nano* **8**, 8676–8682 (2014).
7. Shen G. and Guyot-Sionnest P., *Chem. Mater.* **31** (1), 286–293 (2019).
8. Bundulis A., Shuklov I. A., Kim V. V., Mardini A. A., Grube J., Alnis J., Lizunova A. A., Razumov V. F. and Ganeev R. A., *Nanomaterials* **11** (12), 3351 (2021).
9. Voskuil W. and Arens J. F., *Org. Synth.* **48**, 47 (1968).
10. Evans C. M., Evans M. E. and Krauss T. D., *J. Am. Chem. Soc.* **132** (32), 10973–10975 (2010).
11. Shuklov I. A., Mardini A. A., Skabitsky I. V., Dubrovina N. V., Perepukhov A. M., Lizunova A. A. and Razumov V. F., *Nano-Structures & Nano-Objects* **35**, 101020 (2023).
12. Shuklov I. A., Mikhel I. S., Nevidimov A. V., Birin K. P., Dubrovina N. V., Lizunova A. A. and Razumov V. F., *ChemistrySelect* **5** (38), 11896–11900 (2020).
13. Shuklov I. A., Milenkovich T., Majorova A. V., Vershinina O. V., Ivanova V. A., Pavlova V. D. and Popov V. S., *Applied Physics*, № 1, 43–50 (2024) [in Russian].
14. Moreels I., Lambert K., De Muynck D., Vanhaecke F., Poelman D., Martins J. C., Allan G. and Hens Z., *Chemistry of Materials* **19** (25), 6101–6106 (2007).
15. Murphy J. E., Beard M. C., Norman A. G., Ahrenkiel S. P., Johnson J. C., Yu P., Mičić O. I., Ellingson R. J. and Nozik A. J., *J. Am. Chem. Soc.* **128** (10), 3241–3247 (2006).
16. Kumar U., Sharma S. N., Singh S., Kar M., Singh V. N., Mehta B. R. and Kakkar R., *Materials Chemistry and Physics* **113** (1), 107–114 (2009).
17. Pan Y., Sohel M. A., Pan L., Wei Z., Bai H., Tamargo M. C. and John R., *Materials Today: Proceedings* **2** (1), 281–286 (2015).

18. Bjokker Ju. Spektroskopija. Moscow, Tehnosfera, 2009.
19. Fafarman A. T., Koh W.-K., Diroll B. T., Kim D. K., Ko D.-K., Oh S. J., Ye X., Doan-Nguyen V., Crump M. R. and Reifsnnyder D. C., J. Am. Chem. Soc. **133** (39), 15753–15761 (2011).
20. Dou Q. and Ng K. M., Powder Technology **301**, 949–958 (2016).

Об авторах

Шуклов Иван Алексеевич, ведущий научный сотрудник, доцент, Dr. rer. nat. (к.х.н.), Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9). E-mail: shuklov.ia@mipt.ru SPIN-код РИНЦ 4060-7233, Author ID 1146575

Миленкович Теодора, младший научный сотрудник, аспирант, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9). E-mail: tmilenkovich@mail.ru

Вершинина Олеся Валерьевна, младший научный сотрудник, аспирант, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9). E-mail: seraia.ov@phystech.edu

Дубровина Наталья Владимировна, старший научный сотрудник, доцент, PhD (к.х.н.), Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9). Author ID 598

Сапцова Ольга Алексеевна, младший научный сотрудник, магистр, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9).

Попов Виктор Сергеевич, заведующий лабораторией, ведущий научный сотрудник, доцент, к.х.н., Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9). E-mail: popov.vs@mipt.ru SPIN-код РИНЦ 1128-2332, Author ID 625948

Иванов Виктор Владимирович, главный научный сотрудник, профессор, д.ф.-м.н., чл.-корр. РАН. Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9). E-mail: Ivanov.vv@mirt.ru SPIN-код РИНЦ 1856-3914, Author ID 19128

УДК 533.924
EDN: GAATQM

PACS: 81.65.Cf

Исследование процесса плазмохимического травления диоксида кремния для изготовления изделий МЭМС

© Н. С. Каранин

*Университет ИТМО, Санкт-Петербург, 197101 Россия
E-mail: karanin.ns@gmail.com**Статья поступила в редакцию 1.11.2024; после доработки 27.12.2024; принята к публикации 2.06.2025
Шифр научной специальности: 2.2.9*

Исследованы селективности травления диоксида кремния к фоторезисту, а также к кремнию в различных условиях низкотемпературной фторуглеродной ВЧ-плазме. Получены результаты по неравномерности скорости травления диоксида кремния и фоторезиста при различных условиях по поверхности кремниевой подложки диаметром 150 мм. Было установлено, что селективность травления диоксида кремния к фоторезисту и неравномерность травления обоих материалов сильно зависят от давления внутри камеры и состава газовой смеси и в меньшей степени от мощности ВЧ-разряда. Полученные результаты были использованы для травления диоксида кремния через фоторезистивную маску для формирования двуслойной защитной маски.

Ключевые слова: низкотемпературная ВЧ-плазма; емкостно-связанный источник плазмы; селективность травления; неравномерность травления; скорость травления; диоксид кремния; фоторезист.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-42-46

Введение

В технологии изготовления изделий МЭМС, связанной с формированием структур с высоким аспектным соотношением, активно используют глубокое реактивно-ионное травление [1, 2]. Для проведения процесса травления необходимо формировать фоторезистивную маску с высоким разрешением, что ограничивает ее толщину. При этом фоторезист обладает селективностью не более 20:1 при травлении структур в кремнии с аспектным соотношением 30:1 и выше [1], что недостаточно для изготовления изделий микроэлектромеханических систем (МЭМС), таких как акселерометры и гироскопы с толщинами приборных слоев 60 мкм и более [2], где важно обеспечить вертикальную стенку профиля травления функциональных структур. Для этих целей обычно используют диоксид кремния при травлении структур в кремнии [1, 3],

либо металлические маски при травлении структур в карбиде кремния или кварце [4]. Диоксид кремния может выступать как основным слоем, так и дополнительным, в зависимости от того, удаляется фоторезистивный слой после травления диоксида кремния или нет. Предпочтительным является второй случай, когда после травления диоксида кремния оставляют фоторезист, что позволяет формировать диоксид кремния меньше толщины. На сегодняшний день хорошо изучены условия плазмохимического травления для достижения наибольшей селективности травления диоксида кремния к кремнию в низкотемпературной ВЧ-плазме в газовой среде CHF_3 , CF_4 , а также смеси CHF_3/Ar [5, 6].

Цель работы – определить оптимальные условия плазмохимического травления для достижения наивысшего значения селективности диоксида кремния к фоторезисту, а также наименьшее значение неравномерности

скорости травления по пластине для формирования двуслойной защитной маски.

Материалы и методы

Кремниевая пластина диаметром 150 мм и толщиной 450 мкм была подвергнута высокотемпературному влажному окислению до образования диоксида кремния толщиной 2 мкм. На окисленной пластине были протравлены полости в диоксиде кремния до слоя кремния через рисунок фоторезистивной маски с последующим ее удалением. На этой же стороне была выполнена фотолитография и сформированы элементы на кремнии из фоторезиста ФП-2520. На установке реактивно-ионного травления PlasmaPro 800 на полученной заготовке были проведены экспериментальные исследования, в ходе которых варьировали мощностью ВЧ-разряда, давлением внутри камеры, а также составом газовых смесей CHF_3/Ar и $\text{CF}_4/\text{CHF}_3/\text{Ar}$, объемная доля которых определялась следующим образом:

$$\sigma(\text{CHF}_3) = \frac{Q(\text{CHF}_3)}{Q(\text{CHF}_3) + Q(\text{Ar})}, \quad (1)$$

$$\sigma(\text{CF}_4) = \frac{Q(\text{CF}_4)}{Q(\text{CF}_4) + Q(\text{CHF}_3) + Q(\text{Ar})}, \quad (2)$$

где $\sigma(\text{CHF}_3)$ и $\sigma(\text{CF}_4)$ – объемные доли трифторметана (CHF_3) и тетрафторида углерода (CF_4) соответственно; $Q(\text{CHF}_3)$, $Q(\text{Ar})$, $Q(\text{CF}_4)$ – объемные расходы CHF_3 , аргона (Ar) и CF_4 соответственно. Параметры экспериментальных исследований плазмохимического травления заготовки представлены в таблице.

Измерения проводились на установке MicroProf 200 в 49 точках, расположенных равноудаленно друг от друга по пластине. Скорость травления фоторезиста ФП-2520 и диоксида кремния определяли по изменению их толщин интерференционным методом [7] с помощью датчика FTR. Скорость травления кремния – локально по изменению толщины кремниевой пластины конфокальным методом [8] с помощью двух датчиков CWL. По полученным данным определялись селективность и неравномерность скорости травления по пластине. Селективностью является отноше-

ние скоростей травления двух материалов [9] и определяется выражением:

$$s(A/B) = \frac{r_A}{r_B}, \quad (3)$$

где $s(A/B)$ – селективность травления материала А по отношению к материалу В, r_A и r_B – значения скоростей травления материалов А и В соответственно.

Таблица

Параметры плазмохимического травления диоксида кремния, ФП-2520 и кремния

Наименование параметра	Предельные значения диапазона
Давление внутри камеры p , Па (мТорр)	1,33–6,67 (10–50)
Мощность ВЧ-разряда P , Вт	200–400
Объемный расход $v(\text{CHF}_3)$, $\text{см}^3/\text{мин}$	0–50
Объемный расход $v(\text{Ar})$, $\text{см}^3/\text{мин}$	5–50
Объемный расход $v(\text{CF}_4)$, $\text{см}^3/\text{мин}$	0–25
Объемная доля $\sigma(\text{CHF}_3)$, %	9–91
Объемная доля $\sigma(\text{CF}_4)$, %	0–100
Температура подложкодержателя T , К	293
Продолжительность травления t , мин	10

Неравномерность травления δ определяли как отношение разброса значений скоростей травления к их среднему арифметическому:

$$\delta = \frac{r_{\text{макс}} - r_{\text{мин}}}{r_{\text{ср}}}, \quad (4)$$

где $r_{\text{ср}}$, $r_{\text{мин}}$ и $r_{\text{макс}}$ – среднее, минимальное и максимальное значения скорости травления.

Результаты экспериментальных исследований и их обсуждение

Установка реактивно-ионного травления PlasmaPro 800 имеет емкостно-связанный источник плазмы, в котором напряжение смещения на нижний электрод не регулируется напрямую [9], а зависит от параметров процесса (давление внутри камеры, мощность ВЧ-разряда и др.) и материала подложкодержателя. При травлении использовался кварце-

вый подложкодержатель, расположенный на нижнем электроде, для достижения небольших значений напряжений смещения ($U_{см} \leq 250$ В), что приводит к возникновению меньшего числа дефектов в приповерхностном слое за счет низкой энергии ионов.

На рис. 1 представлены результаты плазмохимического травления в зависимости от давления внутри камеры.

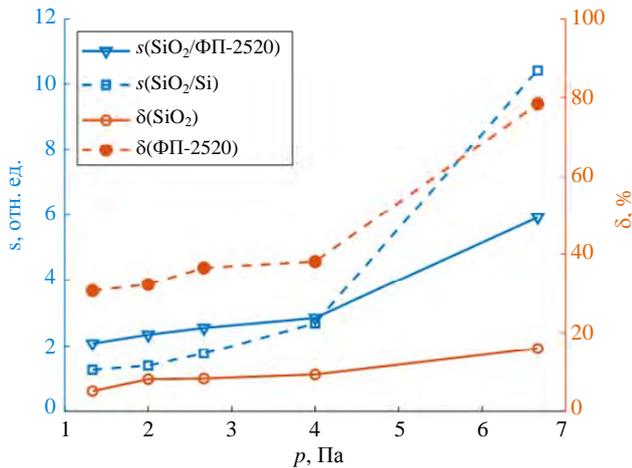


Рис. 1. Зависимости селективностей и неравномерностей травления от давления внутри камеры

На представленной зависимости (рис. 1) видно, что с повышением давления внутри камеры увеличиваются как селективности травления, так неравномерности травления, что связано с образованием полимерной пленки большей толщины [9], а также увеличением химической составляющей скорости травления диоксида кремния и снижением ионной составляющей, которая одинаково влияет на скорости травления кремния и фоторезиста.

Результаты плазмохимического травления в зависимости от мощности ВЧ-источника продемонстрированы на рис. 2.

Незначительное изменение параметров травления (рис. 2) в зависимости от мощности ВЧ-разряда объясняется пропорциональным изменением скоростей травления материалов как за счет ионной составляющей, так как повышается напряжение смещения, так и за счет повышения концентрации химически активных частиц, что сильнее увеличивает скорость травления диоксида кремния и кремния.

Зависимости селективности и неравномерности травления от объемной доли CHF_3 приведены на рис. 3. Представленные резуль-

таты коррелируются с данными, представленными в работе по исследованию селективности травления диоксида кремния к кремнию для применения в фотовольтаике [5].

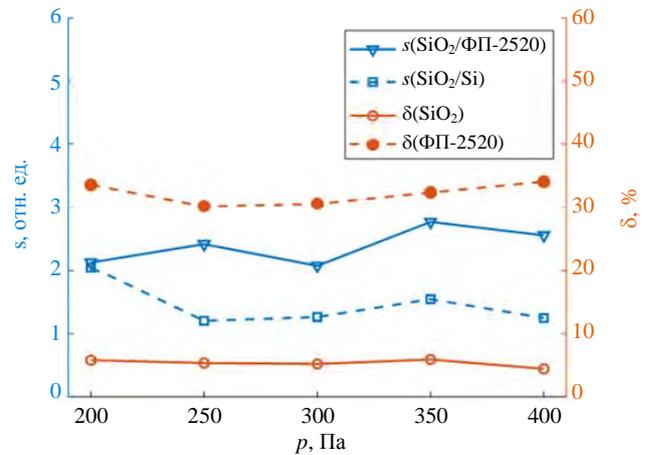


Рис. 2. Зависимости селективностей и неравномерностей травления от мощности ВЧ-разряда

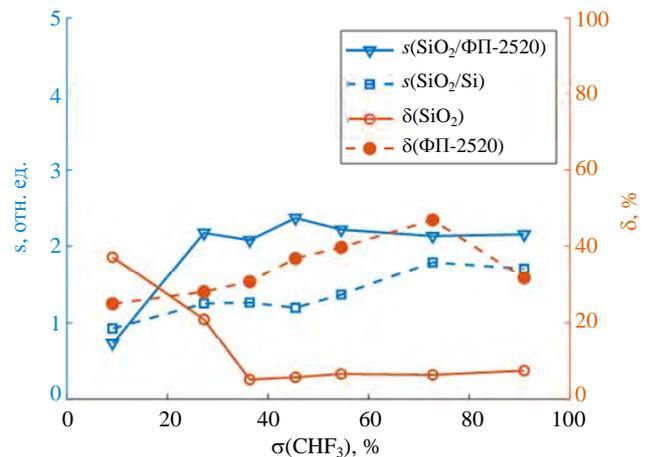


Рис. 3. Зависимости селективностей и неравномерностей травления от объемной доли CHF_3

Наиболее существенное повышение селективности травления диоксида кремния по отношению к фоторезисту происходит при объемной доле CHF_3 более 20 %, что связано с резким увеличением химической составляющей скорости травления диоксида кремния [9]. Неравномерность травления диоксида кремния существенно снижается при объемной доле CHF_3 более 40 %, при этом увеличивается неравномерность травления фоторезиста за счет большего снижения скорости травления на краю заготовки по сравнению с центром.

Результаты исследования плазмохимического травления от объемной доли CF_4 про-

демонстрированы на рис. 4. Селективность травления диоксида кремния к кремнию совпадает с характеристикой, представленной в [6].

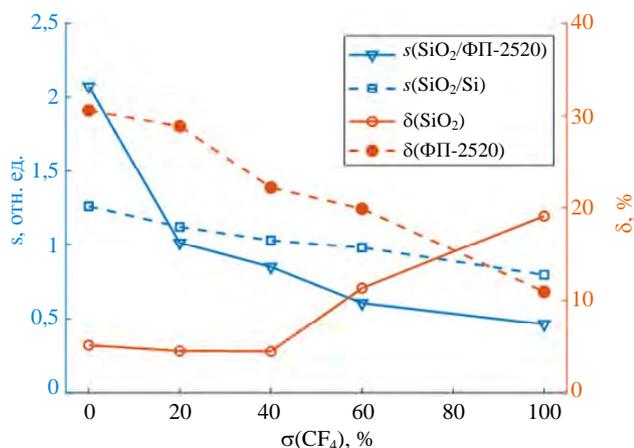


Рис. 4. Зависимости селективностей и неравномерностей травления от объемной доли CF_4

За счет повышения объемной доли CF_4 существенно повышается скорости травления фоторезиста и кремния, что приводит к снижению значений селективности травлению диоксида кремния по отношению к этим материалам. Кроме того, при объемной доле CF_4 более 40 % существенно повышается неравномерность травления диоксида кремния за счет более существенного повышения значения скорости травления в области края заготовки по отношению к центру.

Добавление CF_4 в газовую смесь при травлении диоксида кремния не является целесообразным, так как приводит к снижению селективности травления по отношению к фоторезисту. По приведенным результатам оптимальными условиями травления диоксида кремния для достижения высокой селективности и низкой неравномерности травления являются давление в камере 4 Па, мощность ВЧ-разряда 350 Вт и объемная доля CHF_3 45 %. По представленному режиму был протравлен диоксид кремния толщиной $0,70 \pm 0,05$ мкм через фоторезистивную маску, выполненную из ФП-2520, толщиной $1,95 \pm 0,05$ мкм.

Предложенные параметры режима травления позволили сформировать двухслойную защитную маску с остаточной толщиной фо-

торезиста не менее 1,75 мкм и соответствует селективности травления диоксида кремния не менее 2,1 с учетом неравномерности травления диоксида кремния не более 10 % на пластине диаметром 150 мм.

Заключение

Приведены результаты экспериментальных исследований плазмохимического травления диоксида кремния от давления внутри камеры, мощности ВЧ-разряда и различных составов газовых смесей. Представленные результаты существенно расширяют знания о плазмохимическом травлении диоксида кремния с точки зрения селективности по отношению к фоторезисту, а также неравномерностей травления исследуемых материалов. Полученные параметры травления диоксида кремния позволяют эффективно использовать двухслойные защитные маски при формировании структур с высоким аспектным соотношением для изготовления различных изделий инерциальных микроэлектромеханических систем.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Tang Y., Sandoughsaz A., Owen K. J., Najafi K. / J. Microelectromech. Syst. 2018. Vol. 27. № 4. P. 686–697.
2. Wu B., Kumar A., Pamarthy Sh. / J. Appl. Phys. 2010. Vol. 108. № 5. P. 051101.
3. Geisberger A., Schroeder S., Dixon J., Suzuki Y., Makwana J., Qureshi S. / 2013 Transducers & Euroensors XXVII: The 17th Intern. Conf. on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXVII). – Spain, 2013. P. 18–21.
4. Mo J., Shankar S., Pezone R. et al. / Microsyst Nanoeng. 2024. Vol. 10. № 1.
5. Gatzert C., Blakers A. W., Deenapanray P., Macdonald D., Auret F. D. / J. Vac. Sci. Technol. A. 2006. Vol. 24. № 5. P. 1857–1865.
6. Toyoda H., Komiya H., Itakura H. / J. Electron. Mater. 1980. Vol. 9. P. 569–584.
7. Kim J., Kim K., Pakh H. J. / Current Optics and Photonics. 2017. Vol. 5. № 5. P. 505–513.
8. Ma Y. D., Xiao Y. C., Wang Q. Q., Yao K., Wang X. R., Zhou Y. P., Liu Y. C., Sun Y., Duan J. / 2023 3rd International Conference on Fluid and Chemical Engineering. – China, 2023. P. 1–10.
9. Nojiri K. Dry Etching Technology for Semiconductors. – Switzerland: Springer, 2015. P. 11–30.

Investigation of the process of plasma etching of silicon dioxide for the manufacture of MEMS devices

N. S. Karanin

ITMO University, Saint Petersburg, 197101 Russia

E-mail: karanin.ns@gmail.com

Received 1.11.2024; revised 27.12.2024; accepted 2.06.2025

The etching selectivity of silicon dioxide to photoresist and to silicon was researched at different regimes of low-temperature fluorocarbon RF plasma. The results on the non-uniformity of the etching rate of silicon dioxide and photoresist were obtained at different regimes on the surface of a silicon substrate with a diameter of 150 mm. It was found the selectivity of silicon dioxide to photoresist and the etching non-uniformity of both materials highly depend at the chamber pressure and the gas mixture and, to a lesser extent, on the RF discharge power. The obtained results were used for etching silicon dioxide through a photoresist mask to form a two-layer protective mask.

Keywords: low-temperature RF plasma; capacitively coupled plasma; selectivity; non-uniformity etch rate; etch rate; silicon dioxide; photoresist.

REFERENCES

1. Tang Y., Sandoughsaz A., Owen K. J. and Najafi K., J. Microelectromech. Syst. **27** (4), 686–697 (2018).
2. Wu B., Kumar A. and Pamarthy Sh., J. Appl. Phys. **108** (5), 051101 (2010).
3. Geisberger A., Schroeder S., Dixon J., Suzuki Y., Makwana J. and Qureshi S. 2013 Transducers & Eurosensors XXVII: The 17th Intern. Conf. on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXVII). Spain, 2013, pp. 18–21.
4. Mo J., Shankar S., Pezone R. et al., Microsyst Nanoeng. **10** (1), (2024).
5. Gatzert C., Blakers A. W., Deenapanray P., Macdonald D. and Auret F. D., J. Vac. Sci. Technol. A. **24** (5), 1857–1865 (2006).
6. Toyoda H., Komiya H. and Itakura H., J. Electron. Mater. **9**, 569–584 (1980).
7. Kim J., Kim K. and Pahk H. J., Current Optics and Photonics **5** (5), 505–513 (2017).
8. Ma Y. D., Xiao Y. C., Wang Q. Q., Yao K., Wang X. R., Zhou Y. P., Liu Y. C., Sun Y. and Duan J. 2023 3rd Intern. Conf. on Fluid and Chemical Engineering. China, 2023, pp. 1–10.
9. Nojiri K. Dry Etching Technology for Semiconductors, Switzerland: Springer, 2015.

Об авторах

Каранин Никита Сергеевич, аспирант, Университет ИТМО (197101, Россия, Санкт-Петербург, Кронверкский просп., д. 49). E-mail: karanin.ns@gmail.com

УДК 544.032.65
EDN: HPQQNV

PACS: 79.20.Eb

**Регистрация спектров излучения плазмы гадолиния
при воздействии лазерами на твердотельную мишень**© Д. О. Чернов*, А. С. Гасин, М. Е. Дворниченко, А. Д. Михайлов, А. С. Никифоров,
Н. Э. Саркаров, А. И. Иванов*АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований»,
Московская обл., г. Троицк, 142190, Россия
* E-mail: chernov.d@triniti.ru**Статья поступила в редакцию 28.11.2024; после доработки 6.02.2025; принята к публикации 7.04.2025
Шифр научной специальности: 1.3.9****Приведены исследования по воздействию мощного лазерного излучения на твердотельные мишени из редкоземельного элемента Gd в качестве плазмообразующего рабочего вещества с целью получения излучения на длине волны 6,7 нм.****Ключевые слова:* плазмообразование; гадолиниевая мишень; лазер; спектры.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-47-52

Введение

Востребованность в развитии производственной базы микроэлектроники послужила причиной роста интереса к исследованиям и разработкам в области спектра экстремального ультрафиолета (ЭУФ), где в том числе интерес представляют источники мягкого рентгеновского излучения на основе редкоземельных элементов с длиной волны менее 13,5 нм, таких как гадолиний (Gd) и тербий (Tb), которые и в текущий момент являются предметом исследований – как теоретических, так и экспериментальных [1, 2]. Однако существуют и нерешённые проблемы, среди которых стоит задача по созданию прототипа источника ЭУФ-излучения типа LPP, генерирующего на длине волны 6,7 нм с целью уменьшения геометрических размеров микроэлектроники.

В работе [1] изучено временное поведение гадолиниевой (Gd) плазмы, созданной лазером, с использованием спектрометра ISAN в диапазоне от 5 до 15 нм. Обнаружено, что ЭУФ-излучение соответствует временному характеру лазерного импульса при самой высокой плотности мощности лазера $4,4 \times$

$\times 10^{12}$ Вт/см², при котором длительность импульса мягкого рентгеновского излучения составляет 7,5 нс, тогда как при $5,4 \times 10^{11}$ Вт/см² и $7,6 \times 10^{10}$ Вт/см² импульс длится всего 4 нс и 2,5 нс соответственно, что оказывается меньше, чем длительность самого лазерного импульса из-за более низкой температуры электронов, достигаемой при генерации плазмы.

В работе [2] представлены исследования лазерной плазмы, которая была получена путём воздействия наносекундного лазерного излучения управляемой пространственной когерентности на различные мишени из металлического гадолиния, оксида гадолиния, алюминия, а также сплава гадолиния и алюминия. Отмечается, что мишень из гадолиния даёт больший выход, чем мишень из сплава.

В настоящей работе представлены расчётные параметры для двух типов лазеров. Проведены исследования спектра излучения Gd плазмы, образующейся в результате воздействия на твердотельную мишень лазерами с расчётными параметрами. Рассмотрена целесообразность использования двух типов лазеров для создания источника ЭУФ-излучения.

Расчет модели взаимодействия лазерного излучения с твердотельной мишенью гадолиния

В данном разделе представлены результаты моделирования воздействия двух типов лазеров на твердотельные мишени из гадолиния (Gd) с характеристиками, представленными в таблице 1. При расчете вариация мощности воздействия на мишень осуществляется только путём изменения диаметра фокального пятна, остальные параметры лазеров в рамках данного расчета фиксированы. Для твердотельной плоской мишени из гадолиния были проведены расчёты для лазеров № 1 и № 2 с диаметрами фокального пятна от 100 до 500 мкм и от 150 до 700 мкм, соответственно.

Результаты моделирования были получены в RZLINE с помощью РГД кода в $r-Z$ геометрии. При моделировании лазерное излучение (ЛИ) было направлено вдоль оси Z ,

а поверхность мишени устанавливалась в координате $Z=0$. Чтобы избежать прохождения лазерного излучения мимо мишени, рабочее вещество в радиальном направлении заполняло всю область. Эффект сквозного прожигания был исключен из расчетов за счет задания избыточной толщины мишени. Эффективность конверсии лазерного излучения в коротковолновое излучение (КИ) плазмы была оценена в узком интервале вокруг длины волны 6,77 нм. Радиационные и термодинамические свойства материалов мишеней были получены с использованием кода THERMOS с использованием ряда приближений.

На основании полученных данных по моделированию были выбраны оптимальные режимы работы лазеров, представленные в таблице 2. При данных режимах наблюдается максимальный коэффициент конверсии лазерного излучения в коротковолновое излучение.

Таблица 1

Характеристики лазерных установок

№	Обозначение	Активная среда	Длина волны, мкм	Энергия в импульсе, мДж	Длительность импульса, нс	Диаметр фокального пятна, мкм
1	Лазер № 1	Газовый CO ₂	10,64	600	100	100–500
2	Лазер № 2	Твердотельный Nd:YAG	1,064	1400	11	150–700

Таблица 2

Интегральные результаты серии расчётов с твердотельной гадолиниевой мишенью

№ Лазера	Диаметр фокального пятна, мкм	Пиковая интенсивность ЛИ, Вт/см ²	Поглощение ЛИ, %	Отражение ЛИ, %	Коэффициент конверсии ЛИ в излучение, %	Энергия в импульсе КИ, мДж	Спектральная чистота, %	Радиальный размер источника КИ, мкм	Аксиальный размер источника КИ, мкм	Доля энергии на быстрых ионах, %	Толщина испаренного слоя, мкм
1	150	1,38E+12	99,35	0,53	46,87	0,80	1,35	301,8	200,0	33,05	21,11
2	300	1,61E+10	66,69	33,19	16,92	0,24	1,09	439,1	219,7	25,62	1,30

Было выявлено, что для CO₂ наиболее оптимальной интенсивностью является значение $I_{\max} \approx 10^{10}$ Вт/см². Для Nd:YAG-лазеров наиболее оптимальной интенсивностью является значение $I_{\max} \approx 10^{12}$ Вт/см².

Доля поглощённого ЛИ для Nd:YAG-лазеров оказалась близка к 100 %, в то время как для CO₂-лазера в оптимальном режиме около 20 % энергии лазера отражается, что легко объяснить более низкой критической

плотностью и, соответственно, меньшей глубиной проникновения для 10,64 мкм излучения (критическая плотность электронов $N_{\text{Ce}} \sim 10^{19}$ см⁻³) по сравнению с лазерным излучением на длине волны 1,064 мкм, для которого $N_{\text{Ce}} \sim 10^{21}$ см⁻³.

Параметр спектральной чистоты в данной работе характеризует отсутствие побочных спектров излучения вне малой области (δ) вокруг длины волны 6,7 нм. При моделирова-

нии было замечено, что воздействие лазера № 1 (CO₂) генерирует более чистый спектр в окрестности целевого интервала, хотя в целом спектральная чистота Gd плазмы при воздействии данного типа лазера уступает Nd:YAG-лазерам. Это может быть связано с высокой плотностью мощности излучения Nd:YAG-лазера на мишени. Таким образом, при моделировании, несмотря на то, что в спектре излучения Gd от лазеров в более широком диапазоне длин волн присутствуют нежелательные гармоники, в узком интервале спектр Gd при воздействии Nd:YAG-лазером может быть более контрастным и, с точки зрения обсуждаемого параметра, более «чистым» (рис. 1).

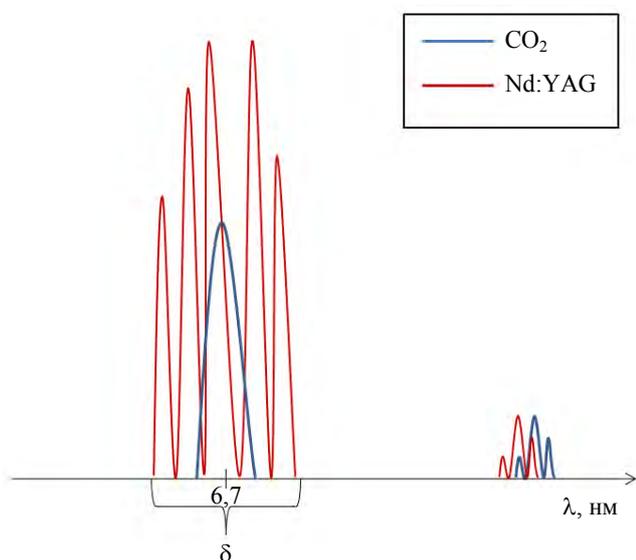


Рис. 1. Схематичный вид спектра при моделировании взаимодействия лазеров с мишенью Gd

Экспериментальные исследования

Плотность мощности излучения лазеров в фокальной плоскости

Экспериментальный стенд (рис. 2) содержит вакуумную камеру с окнами для ввода лазерного излучения и наблюдения, со съемной подставкой для установления мишеней, и аппаратурой для измерения оптических и электрических параметров излучения, электрическими вводами для энергообеспечения мишенной зоны. В экспериментальных исследованиях использовали проточный импульсный CO₂-лазер с замкнутым контуром (лазер № 1 на рис. 2) и твердотельный импульсный лазер Nd:YAG (лазер № 2 на рис. 2).

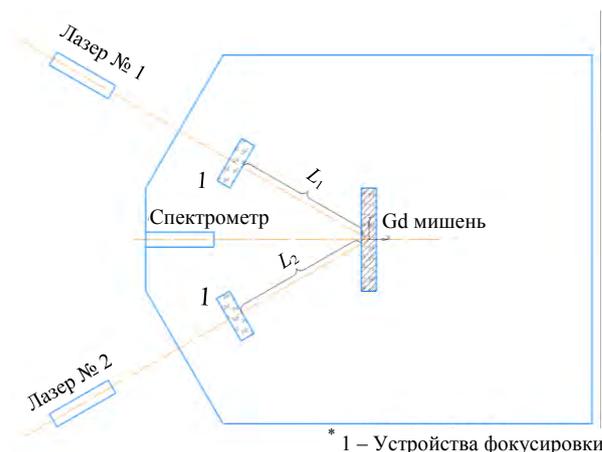


Рис. 2. Схема экспериментального стенда

Излучение CO₂-лазера пропускали в вакуумную камеру через окно из KCl, а твердотельного импульсного Nd:YAG-лазера через окно из кварца. Для фокусировки излучения CO₂-лазера на образец использовалась просветленная линза из ZnSe с фокусным расстоянием примерно 30,5 мм, в то время как излучение твердотельного импульсного лазера Nd:YAG фокусировалось линзой с фокусным расстоянием около 100 мм. В качестве мишеней для лазерного воздействия использовались пластины из гадолиния. Излучение, возникающее в фокальной плоскости линз при взаимодействии лазерного излучения с материалом мишени, регистрировалось с помощью спектрометра скользящего падения – GIS.

В экспериментах лазеры использовались в следующих режимах:

CO₂-лазер в режиме:

- энергия генерации в диапазоне 0,18–0,22 Дж/импульс,
- длительность головной части импульса излучения – 100 нс,
- частота повторения импульсов до 1–300 Гц.

Твердотельный Nd:YAG-лазер в режиме:

- энергия генерации – 1,7 Дж/импульс,
- длительность импульса лазерного излучения – 9 нс,
- частота повторения импульсов до 10 Гц.

В ходе экспериментальных исследований проводились работы, направленные на изучение возможности достижения необходимых параметров лазерного излучения в фокальной плоскости оптической системы как для длины волны $\lambda = 10,6$ мкм, так и для $\lambda = 1,06$ мкм.

Диаметр пучка в фокальной плоскости оптической схемы для CO_2 -лазера определялся методом прожига на мишени из оргстекла, а для Nd:YAG-лазера – по прожигу на мишени из гетинакса, так как известны пороговые значения воздействия излучения на эти материалы.

Экспериментально было получено, что для CO_2 -лазера площадь пятна, с увеличением расстояния от плоскости фокусирующей линзы примерно до $L_1 = 32$ мм, монотонно убывает до порядка $0,02 \text{ мм}^2$ в каустике фокусированного луча оптической схемы после чего практически не меняется на интервале (32–33,5 мм). При этом плотность мощности, напротив, возрастает до максимума при $L_1 = 33$ мм.

Для Nd:YAG-лазера площадь пятна убывает на интервале 98–101 мм (от $7 \times 10^{11} \text{ Вт/см}^2$ до $0,5 \times 10^{11} \text{ Вт/см}^2$), после чего монотонно возрастает. Плотность мощности возрастает до максимального значения при $L_2 = 100$ мм, после чего убывает.

Таким образом, использованная оптическая схема фокусировки позволяет достичь пиковой плотности мощности в фокальном пятне для излучения CO_2 -лазера $J \sim 10^{10} \text{ Вт/см}^2$, при использовании Nd:YAG-лазера – $J \sim 10^{12} \text{ Вт/см}^2$. В экспериментальных исследованиях в соответствии с вышеописанными рассуждениями мишени воздействия лазерного излучения устанавливали на расстояниях 32 мм от плоскости фокусирующей линзы при длине волны $\lambda = 10,6$ мкм и на расстояниях 98–100 мм при длине волны $\lambda = 1,06$ мкм.

Экспериментальные результаты

Для регистрации спектра в диапазоне от 2,5 нм до 1300 нм использовались решетки 20 шт./мм, 150 шт./мм, 300 шт./мм, 600 шт./мм, 1200 шт./мм. Основные спектральные линии в диапазоне от 2,5 нм до 30 нм получали с дифракционной решеткой 1200 шт./мм и при воздействии на материалы мишеней двумя лазерными пучками с длиной волн $\lambda = 10,6$ мкм и $\lambda = 1,06$ мкм. Несмотря на то, что воздействие двух лазеров было малоэффективно из-за отсутствия синхронизации импульсов, излучение CO_2 -лазера в данном случае играет роль в подогреве мишеней

в режиме работы с частотами 100–300 Гц и средней выходной мощностью 22 Вт.

Главным результатом экспериментов являются характерные спектры, возникающие при воздействии лазерного излучения в фокальной плоскости на мишени из гадолиния в диапазоне от 2,5 нм до 30 нм, показаны на рисунках 3 и 4.

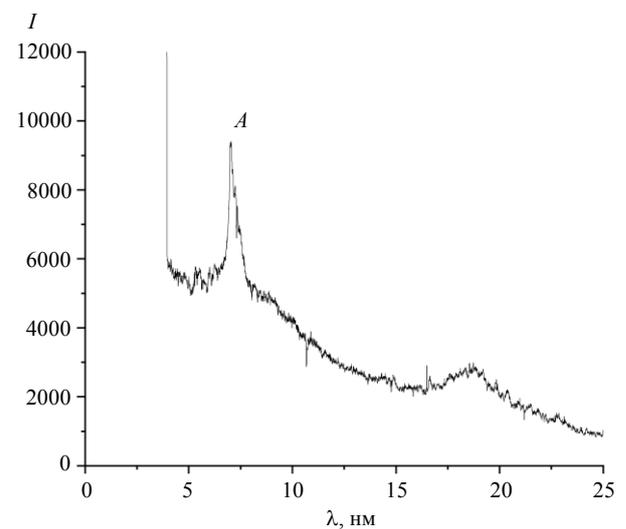


Рис. 3. Экспериментальный спектр при воздействии излучения на мишень из гадолиния (Gd)

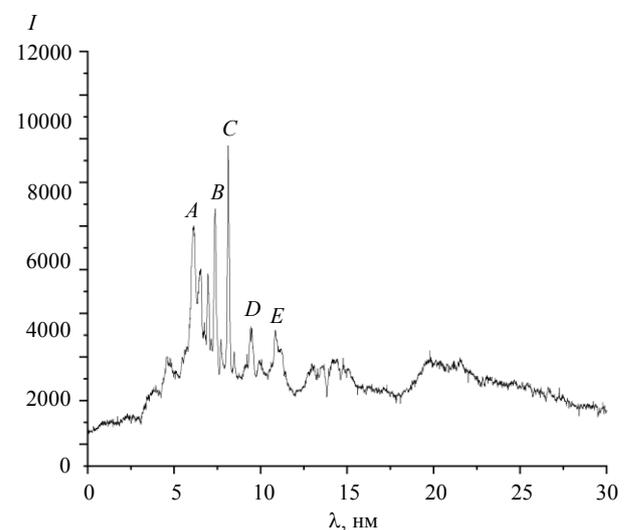


Рис. 4. Экспериментальный спектр при воздействии излучения на мишень из алюминия (Al)

При воздействии лазерного излучения на мишень из гадолиния (Gd) было зафиксировано излучение лазерной плазмы с длиной волны 6,7 нм (обозначено буквой *A* на рис. 3). Для проверки и сопоставления полученных результатов в диапазоне от 2,5 нм до 30 нм были проведены исследования спектра алю-

миния (Al), так как в этом спектральном диапазоне алюминий демонстрирует ярко выраженные линии излучения. На рисунке 4 хорошо видно характерные длины волн лазерной плазмы алюминия (Al): *A* – 6,7 нм; *B* – 7,7 нм; *C* – 8,1 нм; *D* – 9,5 нм; *E* – 12,5 нм.

Для регистрации широкого диапазона длин волн от 2,5 нм до 1300 нм, как было отмечено ранее, в спектрометрах необходимо использовать решетки с разными числами штрихов на миллиметр.

На рисунке 5 показан спектр Gd, полученный при использовании дифракционной решетки с 20 шт./мм. При воздействии на образец было зафиксировано излучение лазерной плазмы следующих длин волн: *A* – 391,3 нм; *B* – 447,6 нм; *C* – 493,0 нм.

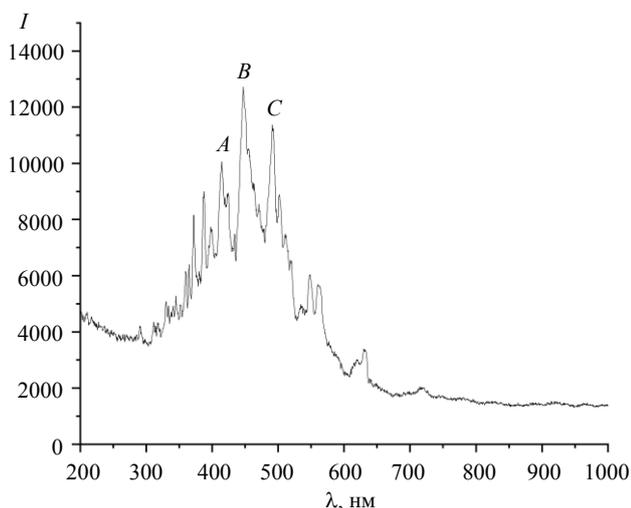


Рис. 5. Экспериментальный спектр при воздействии излучения на мишень из гадолиния (Gd)

Необходимо отметить, что зарегистрированное в ходе ряда экспериментов излучение с длиной волны 6,7 нм имело нестабильные параметры сигнала и его формы от серии к серии. Чтобы параметры оптической плазмы не успевали меняться от импульса к импульсу желательно использовать лазерные источники частотой импульсов не менее 10 кГц:

– и на длине волны излучения $\lambda = 1,064$ мкм, длительностью импульса в диапазоне 1–3 нс при средней величине выходной мощности не менее 400 Вт;

– и на длине волны излучения $\lambda = 10,6$ мкм, длительностью импульса в диапазоне 70–100 нс, средней величине выходной мощности не менее 80 Вт.

Заключение

Приведенное в настоящей работе моделирование взаимодействия излучения двух типов лазеров с твердотельными мишенями позволило выбрать режимы работ для лазеров CO₂ и Nd:YAG, которые позволяют получить спектр излучения с длиной волны $\lambda = 6,7$ нм при воздействии лазерного излучения в фокальной плоскости на мишени из гадолиния.

В ходе проведения экспериментальных работ по воздействию излучения лазеров CO₂ и Nd:YAG на мишени из гадолиния были получены спектры излучения в оптической плазме из Gd с длиной волны $\lambda = 6,7$ нм.

Исследования спектра показали, что одновременное воздействие на мишени из гадолиния лазеров CO₂ и Nd:YAG было недостаточно эффективным из-за отсутствия синхронизации импульсов. Однако излучение CO₂-лазера в данных экспериментах играло роль, в основном, подогрева мишеней. Для эффективного использования режима одновременного воздействия двух лазеров необходимо реализовать синхронизацию их импульсов.

Для обеспечения стабильного источника излучения на твердотельной мишени необходимо использовать лазерные источники с частотой следования импульсов не менее 10 кГц, длительностью импульса единицы и десятки наносекунд и мощностью в сотни ватт в зависимости от типа лазера.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kambali I. / Atom Indonesia. 2014. Vol. 40. № 2. P. 57–61.
2. Фроня А. А., Пузырёв В. Н., Стародуб А. Н., Якушев О. Ф. / Краткие сообщения по физике ФИАН. 2015. № 4. С. 38–45.

Registration of Gd plasma spectra when exposed to lasers on solid target

D. O. Chernov^{*}, A. S. Gasin, M. E. Dvornichenko, A. D. Mikhaylov, A. S. Nikiforov,
N. E. Sarkarov and A. I. Ivanov

SRC «RF Trinita JSC», Troitsk, Moscow Region, 142190 Russia

** E-mail: chernov.d@trinita.ru*

Received 28.11.2024; revised 6.02.2025; accepted 7.04.2025

This paper presents studies on the impact of high-power laser beam on a solid target made of gadolinium as a plasma-forming working substance in order to obtain radiation at a wavelength of 6.7 nm.

Keywords: plasma-forming; gadolinium target; laser; spectrum.

REFERENCES

1. Kambali I., Atom Indonesia 40 (2), 57–61 (2014).
2. Fronya A. A., Puzyrev V. N., Starodub A. N. and Yakushev O. F., Bulletin of the Lebedev Physics institute, № 4, 38–45 (2015).

Об авторах

Чернов Дмитрий Олегович, младший научный сотрудник, АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12). E-mail: chernov.d@trinita.ru

Гасин Александр Сергеевич, стажер. АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12).

Дворниченко Марина Евгеньевна, научный сотрудник. АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12).

Михайлов Александр Дмитриевич, начальник лаборатории. АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12).

Никифоров Андрей Сергеевич, стажер. АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12).

Саркаров Ниджеф Экбербубаевич, главный научный сотрудник, д.ф.-м.н., АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12). Author ID 22645

Иванов Алексей Игоревич, ведущий инженер, АО «ГНЦ РФ Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований» (142190, Россия, Московская обл., г. Троицк, ул. Пушкиных, вл. 12).

УДК 539.25:51-1:54.02
EDN: HWEJNX

PACS: 79.20.Eb

Некоторые результаты модификации лазерным излучением нанопорошка диоксида циркония в растворе нитрата серебра

© Г. Е. Вальяно, Т. И. Бородина, М. М. Маликов*, О. В. Сажнова

*Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, 125412 Россия*** E-mail: mmalikov@ihed.ras.ru**Статья поступила в редакцию 13.11.2024; после доработки 9.01.2025; принята к публикации 2.06.2025**Шифр научной специальности: 2.6.6*

Представлены результаты экспериментов по модификации лазерным излучением промышленного нанопорошка диоксида циркония (ZrO_2) в чистой воде и водном растворе нитрата серебра ($AgNO_3$). Показано, что небольшая добавка $AgNO_3$ в водную суспензию нанопорошка существенно влияет на процесс модификации частиц ZrO_2 и их агломератов. Эксперименты подтверждают возможность измельчения и оплавления исходных гранул порошка и одновременного покрытия их поверхностей серебром. Такие модифицированные нано- и микрочастицы могут найти применение в различных диагностических методиках, например, для измерения параметров высокоскоростных газовых потоков и их составов.

Ключевые слова: лазерная абляция; пороговая мощность; нанопорошки; диоксиды циркония; нитрат серебра; наноструктуры; легирование; декорирование.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-53-59

Введение

Актуальной проблемой нанотехнологий, включая метод жидкофазной лазерной абляции, является получение микрочастиц с заданными свойствами из различных материалов для конкретных применений [1, 2]. В данной работе решается задача синтеза малоинерционных микрочастиц, пригодных для оптической диагностики высокоскоростных газовых потоков. Исследования направлены на создание микрочастиц ZrO_2 , покрытых серебром и на получение новых данных об их свойствах.

Для синтеза в небольшом количестве таких частиц обычно используется метод импульсной лазерной абляции металлических, полупроводниковых или диэлектрических мишеней, помещаемых в различные жидкости [1–4]. Кроме того, этим методом, фокусируя лазерное излучение непосредственно в объём,

заполненный суспензией готовых субмикронных частиц, можно осуществлять их модификацию (дробление, плавление, фрагментацию, гибридизацию и т. п.) [1]. Практический интерес представляет лазерная модификация промышленных порошков оксидов переходных металлов [5, 6], в частности, диоксида циркония. В исходную водную суспензию порошка часто добавляют реагенты (соли металлов с высокой электропроводностью), что приводит в процессе лазерной модификации к появлению в суспензии кластеров из этих металлов. При этом, одновременно с модификацией оксидных частиц порошка происходит и их поверхностное легирование или декорирование такими кластерами. Сложные механизмы процессов модификации оксидных порошков изучены пока не полностью и обсуждаются в ряде работ, например, в [1, 6–8]. Эти процессы существенно зависят от параметров импульсов лазерного излучения, состава жидкостей,

оптических свойств частиц промышленных порошков, их размеров и др. Мощность импульсов лазерного излучения и энергия в пятне фокусировки должны быть достаточными для нагрева и плавления частиц находящихся в жидкости. Поэтому необходим подбор лазерной техники. Длины волн излучения лазеров должны находиться в окне прозрачности используемых рабочих жидкостей.

Отметим, что обсуждаемые оксидные частицы, покрытые серебром, обладают поверхностным плазмонным резонансом [6, 9] и могут быть использованы в качестве субстратов для измерений малых примесей в газовых и жидких средах методами гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) [10]. Небольшие размеры $\sim (50\text{--}500)$ нм и низкий удельный вес модифицированных частиц обеспечивают их малую инерционность, что возможно позволит использовать их в качестве трассеров в методах PIV-диагностики [11, 12] высокоскоростных газовых потоков.

Экспериментальная установка

В данных экспериментах использовалась установка [13], созданная ранее для лазерной абляции металлических мишеней в жидкостях. Отличие заключается в схеме фокусировки лазерного излучения, представленной на рис. 1. Установка, включает в себя импульсно-периодический электроразрядный лазер на парах меди (ЛПМ) с неустойчивым оптическим резонатором. Диаметр пучка излучения на выходе из лазера равнялся 2,0 см. Пиковая мощность импульсов излучения $W_{\text{им}}$ достигала $\sim (40\text{--}65)$ кВт при длительности импульсов $\tau_{\text{и}} \sim (20\text{--}25)$ нс и частоте следования $f = 10$ кГц. Средняя мощность излучения W , суммарная на двух длинах волн λ (0,51 и 0,578 мкм), составляла $\sim (9\text{--}14)$ Вт при соотношении мощностей соответственно 2:1. Оптическая система фокусировки обеспечивала плотность мощности излучения $P_{\text{им}}$ в фокальной плоскости $\sim (2,2\text{--}4,0) \times 10^9$ Вт/см² и плотность энергии импульса $E_{\text{им}} \sim (55\text{--}95)$ Дж/см². Кювета с водной суспензией нанопорошка устанавливалась в сосуд с охлаждающей водой, который вращался вместе с кюветой со скоростью ~ 2 об/мин.

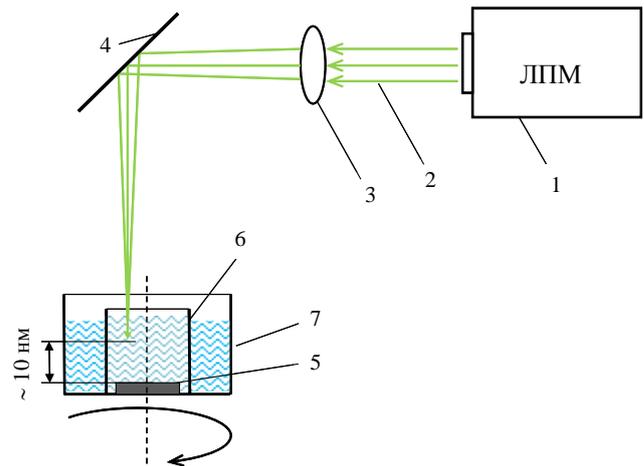


Рис. 1. Схема эксперимента по лазерной модификации нанопорошков: 1 – лазер; 2 – луч; 3 – линза ахромат; 4 – поворотное зеркало; 5 – защитный экран; 6 – кювета с рабочей жидкостью; 7 – сосуд с охлаждающей водой

Неподвижный лазерный пучок направлен вертикально. Ось пучка параллельна оси вращения кюветы и смещена от центра на 3–5 мм, так что фокальное пятно, диаметром ~ 40 мкм, выписывало в жидкости окружность (со скоростью ~ 1 мм/с). Излучение фокусировалось в точку, расположенную в суспензии на 10–15 мм выше дна стеклянной кюветы. На дно, для его защиты от лазерного излучения, устанавливался круглый тонкий экран из циркония. При этом, плотность излучения $P_{\text{им}}$ на поверхности экрана была на порядок ниже порогового значения, необходимого для его абляции. Время облучения суспензий $\tau_{\text{обл}}$ варьировалось от 1 до 3,5 часов.

Обработанная лазерным излучением суспензия наносилась и высушивалась послойно на стеклянные или медные подложки при температуре в 40–100 °С на воздухе. В отдельных случаях коллоидный раствор предварительно центрифугировали.

Высушенный препарат исследовался на растровом электронном микроскопе (РЭМ) – Nova NanoSem 650, оснащённом системой EDS для получения спектров характеристического рентгеновского излучения и определения элементного состава. Фазовый состав кристаллической доли препаратов исследовался методом рентгеноструктурного анализа с использованием дифрактометра ДРОН-2 (излучение CuK_α) по стандартной методике.

Результаты экспериментов и обсуждение

В данной работе эксперименты проводились с промышленным нанопорошком диоксида циркония с моноклинной кристаллической структурой и размерами зёрен (гранул) ~ (200–500) нм.

Морфология осадка высушенной водной суспензии исходного порошка (без облучения лазером) представлена на снимке РЭМ – рис. 2а. В исходном материале, кроме гранул, также присутствовали слипшиеся структуры (агломераты) размером в ~ 1 мкм и более. Водная суспензия этого порошка ($ZrO_2 + H_2O$) приготавливалась в весовом соотношении (1:10³). Как показал рентгеноструктурный анализ, исходный материал состоял из хорошо кристаллизованной моноклинной фазы ZrO_2 . Средний размер областей когерентного рассеяния (ОКР) составлял не менее 100 нм.

Облучение водной суспензии этого материала сфокусированным лазерным излучением при $W \approx 10$ Вт ($P_{им} \approx 2,5 \times 10^9$ Вт/см²) по схеме на рис. 1 приводило только к частичному развалу агломератов, но не затрагивала отдельные гранулы ZrO_2 – рис. 2б. При увеличении W до 14 Вт ($P_{им} \approx 4,0 \times 10^9$ Вт/см²) наблюдался более интенсивный развал исходного материала на более мелкие агломераты. Однако, не наблюдалось ни дробления, ни оплавления гранул. По-видимому, это связано с недостаточной плотностью мощности лазера $P_{им}$, которая в данных опытах в чистой воде оказалась ниже пороговой.

Совсем другая картина лазерной модификации частиц промышленного порошка ZrO_2 наблюдалась при добавлении к указанной выше суспензии ($ZrO_2 + H_2O$) с весовым соотношением (1:10³) слабого водного раствора ($AgNO_3 + H_2O$) с весовым соотношением (1:10⁵). Приготавливалась смесь: 3 ml суспензии ($ZrO_2 + H_2O$) и 1 ml раствора ($AgNO_3 + H_2O$). Облучение смеси проводилось при высоких значениях $P_{им} \approx (3,7-4,0) \times 10^9$ Вт/см², ($W \approx 13-14$ Вт).

В этом случае исследования (РЭМ и EDS) микроструктуры суспензии, подвергшейся длительному облучению лазерным излучением и высушенной без центрифугирования, показало, что существенная часть исходных частиц ZrO_2 претерпела диспергацию (измельчение). На гранях многих крупных частиц наблюдается террасовидный гофр с характерными округлыми краями – рис. 3а. Фиксируются также многочисленные сферические частицы на основе Zr с линейными размерами в несколько сотен нанометров и рыхлые агрегаты – рис. 3б.

На рисунке 4 представлена микроструктура той же суспензии высушенной после центрифугирования (30 мин., 10 000 об/мин).

Препараты рисунка 3 и рисунка 4 отличаются, в основном, величиной неплотных, рыхлых агрегатов, размеры которых на рисунке 3 значительно больше. Возможно, это связано с тем, что центрифугирование облучённой суспензии приводит к развалу рыхлых агрегатов.

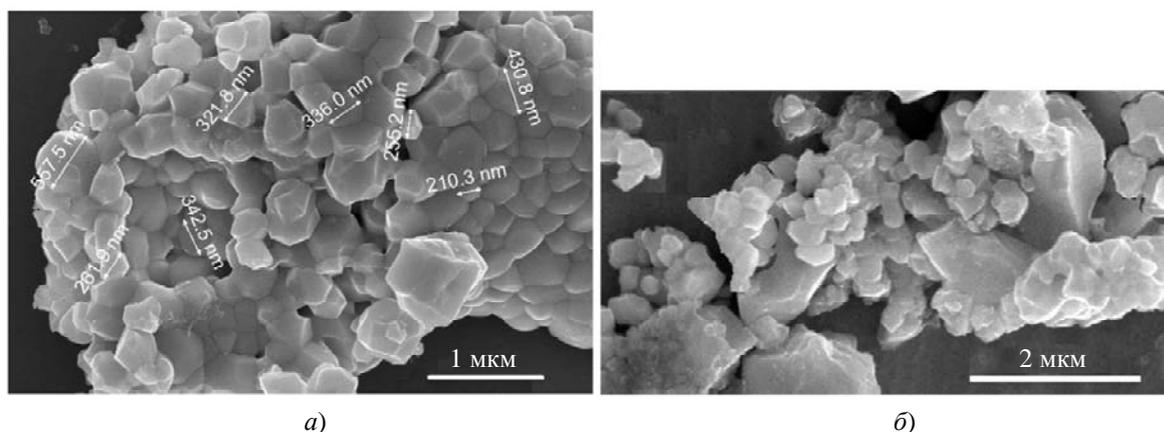


Рис. 2. Снимок РЭМ высушенной водной суспензии исходного порошка из моноклинного ZrO_2 : а) – без облучения лазером; б) – после облучения в чистой воде, мощность лазера $W \approx 10$ Вт, время облучения, $\tau_{обл} = 3$ ч 30 мин.

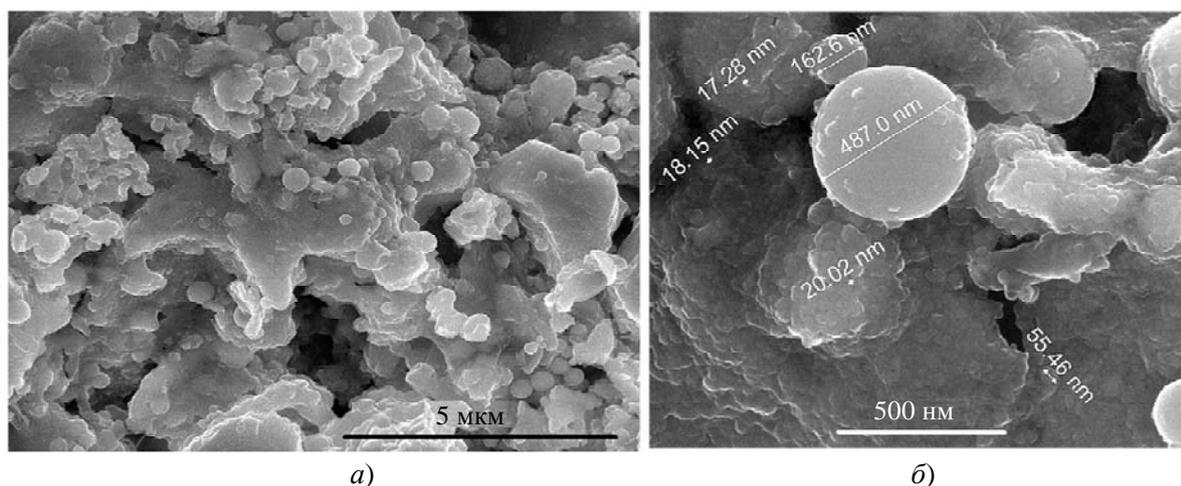


Рис. 3. Морфология продуктов лазерной модификации моноклинного ZrO_2 в растворе нитрата серебра, (без центрифугирования), $W \approx 14$ Вт, $\tau_{обл} = 3$ ч. – (а), увеличенный фрагмент – (б)

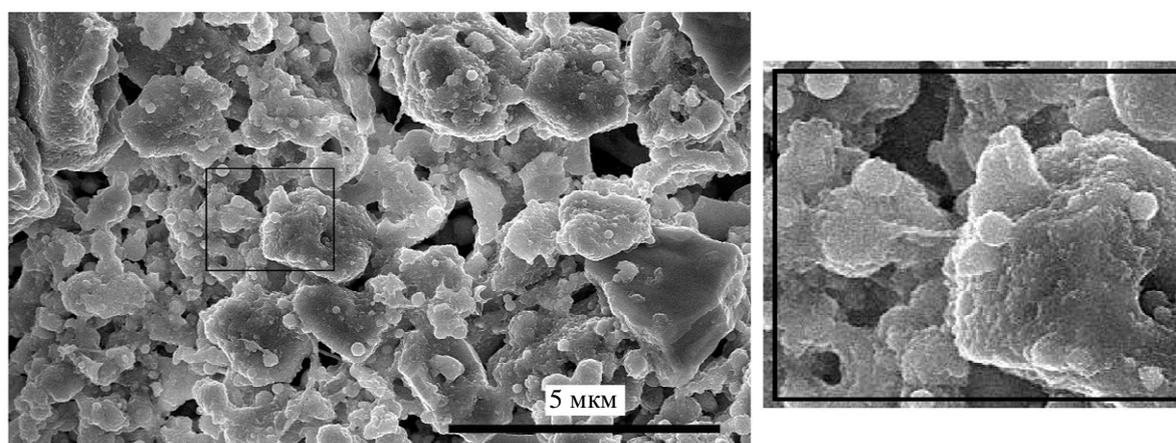


Рис. 4. Морфология продуктов модификации моноклинного ZrO_2 в растворе нитрата серебра после центрифугирования. Справо увеличенный фрагмент. $W \approx 14$ Вт, $\tau_{обл} = 3$ ч.

Как показал рентгеноструктурный анализ, фазовые составы обоих осадков (на рис. 3 и рис. 4) совпадают. Доминирующей фазой в них является моноклинный диоксид циркония ZrO_2 . В материале зарегистрировано также появление второй кристаллической фазы, содержание которой составляет 12 % об. Однозначно идентифицировать эту фазу не удалось. В равной степени это могут быть тетрагональный ZrO_2 и кубический оксинитрид циркония Zr_2ON_2 , которые могли образоваться под воздействием лазерного излучения.

Размер областей когерентного рассеяния (ОКР) моноклинного ZrO_2 в пробе, полученной без использования центрифуги, совпадают с размером ОКР исходного ZrO_2 , т. е. составляют не менее 100 нм. В пробе, полученной с

использованием центрифуги, средний размер ОКР составляет ~ 30 нм. Таким образом, центрифугирование изменяло состояние материала, полученного в результате лазерного облучения суспензии.

В целом отличие картин модификации исходных частиц ZrO_2 в чистой воде и в растворе нитрата серебра, возможно связано с влиянием серебра на механизмы модификации в процессе облучения суспензии. Судя по результатам, существенно увеличилось поглощение энергии лазерного излучения частицами, что привело к их разогреву и, как следствие, к развалу, оплавлению и появлению заметной доли сферических частиц. Ранее, в нашей работе [14] была показана возможность, как сплошного покрытия, так и

декорирования серебром поверхностей наночастиц ZrO_2 , получаемых при лазерной абляции металлической циркониевой мишени в растворе ($AgNO_3 + H_2O$). Аналогичные покрытия частиц, возможно, происходили и в данном опыте. Известно [1, 15], что такие покрытия оксидных наночастиц приводят к существенному увеличению поглощательной способности, вследствие возникновения плазмонного резонанса. Для тонкой серебряной плёнки и частиц серебра размером в несколько десятков нанометров частоты резонанса лежат в видимой области, вблизи длин волн излучения ЛПМ.

В условиях данного эксперимента, при модификации нанопорошка ZrO_2 с относительно большими размерами зёрен в $\sim (200-400)$ нм в растворе нитрата серебра, величины плотности мощности лазера $P_{им} \approx 4,0 \times 10^9$ Вт/см² и плотности энергии импульса $E_{им} \approx 95$ Дж/см² оказались близкими к пороговым значениям, необходимым для частичного плавления исходных частиц. В чистой воде крупные агломераты и гранулы исходного порошка разваливались (дробились), возможно, из-за возникновения сильных термоупругих напряжений [16] при импульсном нагреве лазерным излучением и неоднородном поглощении энергии. Из результатов, следует, что для успешной модификации необходимо использовать более мощные лазеры видимого диапазона длин волн с предельно малой дифракционной расходимостью излучения. К таким лазерам можно отнести ЛПМ на базе серийного активного элемента «Кристалл LT-100Cu» [17], со средней мощностью излучения $W \approx 100$ Вт и энергией в импульсе до 12 мДж. Применение этого ЛПМ позволит увеличить значения $P_{им}$ и $E_{им}$ на порядок и более.

Заключение

Апробирована лазерная модификация водных суспензий промышленного порошка ZrO_2 с моноклинной кристаллической структурой. Определены области значений плотности энергии и мощности лазерного излучения, необходимые для диспергации (дробления, оплавления и т. п.) исходных наночастиц и их агломератов в суспензиях раствора нитрата серебра и в чистой воде. Показано, что нали-

чие $AgNO_3$ в водной суспензии порошка существенно снижает пороговое значение плотности мощности лазерного излучения, при котором начинается модификация.

Данные экспериментов позволяют уточнить параметры лазерных систем, необходимых для проведения успешной модификации промышленных микропорошков оксидов циркония.

Работа выполнена при поддержке
Министерства науки и высшего образования
Российской Федерации (Государственное задание
№ 075-00269-25-00).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Симакин А. В., Воронов В. В., Шафеев Г. А. Образование наночастиц при лазерной абляции твёрдых тел в жидкостях. В сб. Труды ИОФАН. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. Т. 60. С. 83.
2. Yang G. W. / Progress in Material Science. 2007. Vol. 52. № 4. P. 648.
3. Zhang D., Gökce B., Barcikowski S. / Chem. Rev. 2017. Vol. 117. № 5. P. 3990.
4. Бармина Е. В., Стратакус Э., Фотакис К., Шафеев Г. А. / Квантовая электроника. 2010. Т. 40. № 11. С. 1012–1020.
5. Pisarek Marcin, Roguska Agata, Kudelski Andrzej, Holdinski Marcin, Janik-Czachor Maria, Hnida Katarzyna, Sulka Grzegorz D. / Vibrational Spectroscopy. 2014. Vol. 71. P. 85.
6. Гурбатов С. О., Минчева Н., Иватори С., Кулинич С. А., Кучмижак А. А. / Квантовая электроника. 2020. Т. 50. № 9. С. 855–860.
7. Saraeva I. N., Luong Nguyen Van, Kudryashov S. I., Rudenko A. A., Khmelniitskiy R. A., Shakhmin A. L., Kharin A. Y., Ionin A. A., Zayarny D. A., Tung Do Hoang, Duong Pham Van, Minh Pham Hong / Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry. 2018. Vol. 360. P. 125.
8. Abid J. P., Wark A. W., Brevet P. F., Girault H. H. / Chemical Communications. 2002. Vol. 7. P. 792.
9. Yamamoto Yuko S., Tamitake Iton / J. Raman Spectrosc. 2016. Vol. 47. P. 78–88.
10. Zhao Wei Bing, Yukihiro Ozaki / J. Raman Spectrosc. 2016. Vol. 47. P. 51.
11. Raffel M., Willert C., Kompenhans J. Particle Image Velocimetry. – Springer-Verlag Heidelberg, 1998.
12. Вараксин А. Ю. / Теплофизика высоких температур. 2020. Т. 58. № 5. С. 789–808. doi: 10.31857/S0040364420050117.
13. Карпущин В. Т., Казарян М. А., Протасов М. В., Маликов М. М., Бородин Т. И., Вальяно Г. Е., Гололобова О. А. / Краткие сообщения по физике ФИАН. 2017. № 6. С. 22. doi: 10.3103/S1068335617060045.

14. Маликов М. М., Вальяно Г. Е., Бородина Т. И. / Квантовая электроника. 2021. Т. 51. № 6. С. 544–549.

15. Pisarek Marcin, Roguska Agata, Kudelski Andrzej, Holdinski Marcin, Janik-Czachor Maria, Hnida Katarzyna, Sulka Grzegorz D. / Vibrational Spectroscopy. 2014. Vol. 71. P. 85–90.

16. Вовненко Н. В., Зимин Б. А., Судьенков Ю. В. / ЖТФ. 2011. Vol. 81. № 6. С. 57.

17. Григорьянц А. Г., Казарян М. А., Лябин Н. А. Лазеры на парах меди: конструкция, характеристики и применения. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005.

PACS: 79.20.Eb

Some results of laser modification of zirconium dioxide nanopowder in silver nitrate solution

G. E. Val'yano, T. I. Borodina, M. M. Malikov* and O. V. Sazhnova

Joint Institute for High Temperatures of Russian Academy of Sciences, Moscow, 125412 Russia

* E-mail: mmalikov@ihed.ras.ru

Received 13.11.2024; revised 9.01.2025; accepted 2.06.2025

The results of experiments on the modification by laser radiation of an industrial zirconium dioxide (ZrO₂) nanopowder in pure water and an aqueous solution of silver nitrate (AgNO₃) are presented. It is shown that a small addition of AgNO₃ to an aqueous suspension of nanopowder significantly affects the modification process of ZrO₂ particles and their agglomerates. Experiments confirm the possibility of grinding and melting the initial powder granules and simultaneously coating their surfaces with silver. Such modified nano- and microparticles can be used in various diagnostic techniques, for example, to measure the parameters of high-speed gas flows and their compositions.

Keywords: laser ablation; threshold power; nanopowders; zirconium dioxide; silver nitrate; nanostructures; alloying; decoration.

REFERENCES

1. Simakin A. V., Voronov V. V. and Shafeev G. A. Obrazovanie nanochastits pri lasernoi abliatcyi tverdykh tel v zhydkostyakh (Formation of nanoparticles during laser ablation of solids in liquids). In Proceedings of IOFAN. (Fizmatlit, Moscow, 2004). Vol. 60.
2. Yang G. W., Progress in Material Science **52** (4), 648 (2007).
3. Zhang D., Gökce B. and Barcikowski S., Chem. Rev. **117** (5), 3990 (2017).
4. Barmina E. V., Stratakis E., Fotakis K. and Shafeev G. A., Quantum Electronics **40** (11), 1012–1020 (2010). doi: <https://doi.org/10.1070/QE2010v040n11ABEH014444>.
5. Pisarek Marcin, Roguska Agata, Kudelski Andrzej, Holdinski Marcin, Janik-Czachor Maria, Hnida Katarzyna and Sulka Grzegorz D., Vibrational Spectroscopy **71**, 85 (2014).
6. Gurbatov S. O., Mintcheva N., Iwamori S., Kulinich S. A. and Kuchmizhak A. A., Quantum Electronics **50** (9), 855–860 (2020). doi: <https://doi.org/10.1070/QEL17318>.
7. Saraeva I. N., Luong Nguyen Van, Kudryashov S. I., Rudenko A. A., Khmel'nitskiy R. A., Shakhmin A. L., Kharin A. Y., Ionin A. A., Zayarny D. A., Tung Do Hoang, Duong Pham Van and Minh Pham Hong, Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry **360**, 125 (2018).
8. Abid J. P., Wark A. W., Brevet P. F. and Girault H. H., Chemical Communications **7**, 792 (2002).
9. Yamamoto Yuko S. and Tamitake Iton, J. Raman Spectrosc. **47**, 78–88 (2016).
10. Zhao Wei Bing and Yukihiko Ozaki, J. Raman Spectrosc. **47**, 51 (2016).
11. Raffel M., Willert C. and Kompenhans J. Particle Image Velocimetry. Springer-Verlag Heidelberg, 1998.
12. Varaksin A. Yu., High Temperature **58** (5), 716–732 (2020). doi: 10.1134/S0018151X20050107.
13. Karpukhin V. T., Kazaryan M. A., Protasov M. V., Malikov M. M., Borodina T. I., Vol'yano G. E. and Golobova O. A., Bull. Lebedev Phys. Inst., № 6, 22 (2017).

14. Malikov M. M., Val'vano G. E. and Borodina T. I., *Quantum Electronics* **51** (6), 544–548 (2021). doi: <https://doi.org/10.1070/QEL17550>
15. Pisarek Marcin, Roguska Agata, Kudelski Andrzej, Holdinski Marcin, Janik-Czachor Maria, Hnida Katarzyna and Sulka Grzegorz D., *Vibrational Spectroscopy* **71**, 85–90 (2014).
16. Vovnenko N. V., Zimin B. A. and Sud'enkov Y. V., *Technical Physics* **56** (6), 803–808 (2011).
17. Grigor'yants A. G., Kazaryan M. A. and Lyabin N. A. *Lazery na parakh medi: konstruktsiya, kharakteristiki i primeneniya*. Copper Vapor Lasers: Design, Parameters, and Application, Moscow, FIZMATLIT, 2005.

Об авторах

Вальяно Георгий Евгеньевич, старший научный сотрудник, Объединенный институт высоких температур РАН (125412, Россия, Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 2). Author ID 34269

Бородина Татьяна Ивановна, старший научный сотрудник, к.ф.-м.н., Объединенный институт высоких температур РАН (125412, Россия, Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 2). Author ID 27212

Маликов Михаил Максимович, ведущий научный сотрудник, д.ф.-м.н., Объединенный институт высоких температур РАН (125412, Россия, Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 2). E-mail: mmalikov@ihed.ras.ru SPIN-код РИНЦ 1697-7554, Author ID 34303

Сажнова Оксана Валерьевна, ведущий инженер, Объединенный институт высоких температур РАН (125412, Россия, Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 2).

УДК 53.06; 539.8; 532.6
EDN: IJQSOTPACS: 68.35.bj, 68.55.J-,
68.35.Np, 42.25**Вариация свободных поверхностных энергий пленок термически восстановленного оксида графена, полученных на подложках оксида индия и олова**© М. Е. Ильин^{1,2,*}, А. С. Тойкка^{1,2}, Н. В. Каманина^{1,2,3}¹ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ"
им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, 197022 Россия
* E-mail: ilin_matwei@mail.ru² Санкт-Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Гатчина, 188300 Россия³ АО «НПО Государственный оптический институт им. С. И. Вавилова»,
Санкт-Петербург, 192171 РоссияСтатья поступила в редакцию 16.04.2024; после доработки 31.05.2024; принята к публикации 14.01.2025
Шифр научной специальности: 2.2.2

Продемонстрированы результаты варьирования поверхностных энергий пленок восстановленного оксида графена на поверхности оксида индия – олова (ИТО) с помощью метода обработки (активации) подложки высокочастотным электрическим полем высокой напряженности. Приведено сравнение значений поверхностных энергий и ИК-спектров при разных толщинах образцов пленки с предварительной активацией подложек полем и без него. Предложенный метод позволяет эффективно наносить пленки оксида графена на ИТО, подстраивать их поверхностную энергию под требуемые задачи и варьировать оптические параметры системы, что открывает возможность для его применения в создании жидкокристаллических оптоэлектронных устройств с использованием тонких пленок.

Ключевые слова: оксид графена; ИК-спектр; свободная поверхностная энергия; оксид индия олова; свойства поверхности; смачивание; жидкие кристаллы.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-60-65

Введение

На данный момент одним из перспективных и актуальных направлений оптоэлектроники является развитие технологий с использованием жидкокристаллических (ЖК) ячеек. Оптические схемы с использованием устройств на основе жидких кристаллов нашли применение в качестве дисплеев, фазовращателей, модуляторов света, оптических ограничителей и переключателей [1]. ЖК-схемы обладают относительно высокой скоростью электрооптического отклика, приемлемой управляемостью и возможностью к регенерации поврежденных зон (за счет перераспреде-

ления ЖК-диполей во внешнем поле). Для направленного управления молекулами ЖК используются специальные слои – ориентанты [2]. Однако классические схемы таких слоёв имеют ограничения в минимальных размерах и управляющем напряжении за счет их высокого сопротивления, в связи с чем модификация таких ячеек другими материалами, например, углеродными нанотрубками [3], крайне актуальна.

Заменой ориентирующего слоя может стать оксид графена (GO) – новый и универсальный полупроводниковый материал, способный переходить от состояния диэлектрика к проводнику при удалении кислородосодер-

жащих групп (гидроксидных, эпоксидных, карбонильных и др.). Процесс удаления функциональных групп вызывает переход от sp^3 к sp^2 гибридизации, свойственной листам графена, что обуславливает повышение проводимости. Такого перехода можно добиться при использовании стандартной литографии [4], подвергая материал химическому восстановлению [5] и нагреву. В представленной работе подложки с нанесенными пленками оксида графена подвергались нагреву при 240 °С. Восстановленный оксид графена (RGO) имеет более низкое пропускание и сопротивление порядка 20–200 кОм (в зависимости от длительности восстановления и используемой температуры). Удаление кислородосодержащих групп позволяет добиться повышения прочности и проводимости пленки с уменьшением оптического пропускания при толщине полученной пленки порядка нм (у используемых ориентантов толщина, как правило, порядка мкм).

Ранее был описан способ нанесения пленок оксида графена на поверхность стеклянных и ИТО подложек и проведено сравнение процесса смачивания оксида графена на них [6]. Оксид индия олова (ИТО) – полупроводниковый материал, имеющий высокое оптическое пропускание в видимом и ближнем ИК-диапазонах [3], имеет высокую шероховатость (около 5 нм), что заметно уменьшает эффективность нанесения оксида графена на его поверхность. Существует группа методов поверхностной обработки, применение которых позволяет варьировать параметры получаемых графеновых пленок [7–9]. Предлагаемым нами методом решения проблемы служит предварительная активация подложек высокочастотным электрическим полем высокой напряженности. При соответствующей обработке контактные углы смачивания приближаются к значениям, аналогичным при использовании растворителей [6], главная проблема использования которых состоит в высоком сопротивлении пленок после их восстановления.

Постановка задачи. В данной работе исследуется процесс получения пленок восстановленного оксида графена на контактах проводящего слоя ИТО с применением метода

варьирования их свободных энергий; это будет способствовать их дальнейшему использованию в различных конфигурациях устройств с ЖК. Требуется сравнить результаты смачивания в статике и динамике, провести спектральный анализ в ИК области трех пар образцов с различным количеством слоев с предварительной активацией подложек электрическим полем и без него. Опираясь на полученные результаты, необходимо сделать вывод об актуальности применения приведенных методов.

Основная часть статьи. Оксид графена (GO), используемый в данной работе, является оригинальной модификацией метода Хамерса-Оффермана, произведенным в ООО НаноТехЦентр (Тамбов, Россия), с концентрацией компонентов: углерод = 57,6 %, кислород = 40,2 %, сера = 2,2 % от суммарной массы. Нанесение пленок проводилось методом спин-коутинга на ИТО подложки с параметрами свободной энергии: $\gamma_s(d) = 22,4–22,9$ мДж/м² и $\gamma_s(p) = 13,6–13,8$ мДж/м² (каталог Олдрича). Образец со стандартным оксидом графена наносился на всю площадь подложки с объемом капли около 60 мкл, после чего подложка раскручивалась в спин-коутере до 2700 rpm. Описанный цикл повторялся несколько раз в зависимости от требуемого количества слоев. В данной работе оксид графена восстанавливался при нагреве подложки до температуры 240 градусов в течение 10 минут. После одного цикла нанесения пленки спин-коутингом проводилась термическая обработка, для достижения оптимальных значений сопротивлений. Описанный цикл нанесения и обработки повторялся несколько раз в зависимости от требуемого количества слоев. Полученные сопротивления пленок (табл. 1) измерялись двухзондовым методом. Можно заметить, что при увеличении количества слоев сопротивление системы постепенно растет, из-за увеличения кол-ва связей восстановленного оксида графена, имеющих дефекты после восстановления. Активация поверхностей образцов проводилась при использовании высокочастотного поля (порядка 200 кГц) с высоким напряжением (около 30 кВ) контактным методом электрод – поверхность образца.

Таблица 1

Сравнение сопротивлений, полученных образцов ITO+RGO

Кол-во слоев	Сопротивление образцов без активации электрическим полем	Сопротивление образцов с активацией электрическим полем
1	50 Ом	60 Ом
2	60 Ом	70 Ом
3	100 Ом	170 Ом
Сопротивление ITO – 20 Ом		

Для измерения смачивания использовалась установка ОСА15. Для определения поверхностной энергии использовались растворители с заранее известными дисперсионными и полярными компонентами свободной энергии, а именно: вода и вода + изопропиловый спирт (1:1). Капля растворителей наносилась на пленки восстановленного оксида графена, после чего проводилось измерение изменения ее контактного угла смачивания и диаметра со временем. Контактный угол сатурации – это угол в состоянии насыщения, когда растекание капли прекращалось, он использовался для дальнейших расчетов поверхностной энергии методом ОВРК [10]:

$$\frac{\gamma_l (1 + \cos \theta_Y)}{2\sqrt{\gamma_l^d}} = \sqrt{\gamma_s^p} \sqrt{\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d}} + \sqrt{\gamma_s^d}$$

где γ_l^p , γ_l^d , γ_l – полярная, дисперсионная и полная свободная поверхностная энергия натяжения для жидкостей (табл. 2.), θ_Y – кон-

тактный угол Юнга для трехфазной системы «твердая поверхность–жидкость–газ», γ_s^p , γ_s^d , γ_s – полярная, дисперсионная и полная свободные поверхностные энергии пленок.

Результаты расчетов поверхностной энергии пленок для образцов с предварительной активацией полем и без него представлены в таблице 3. Один слой пленки формировался за один цикл накрутки и термической обработки подложки. Заметно, что с активационной обработкой повышается полярная компонента поверхностной энергии; тем самым уменьшается влияние шероховатости на поверхности (рис. 1), наибольшая эффективность обработки достигается при малых толщинах пленки – трехслойная система не имеет ярко выраженных изменений. Также существенный вклад в рост полярной компоненты вносит сам оксид графена: при увеличении слоев перераспределение компонент в сторону полярной достигает вплоть до соотношения 6:1.

Таблица 2

Значения поверхностного натяжения для используемых в опытах жидкостей

Жидкость	γ_l^p , мН/м	γ_l^d , мН/м	γ_l , мН/м
Вода	48,77	23,98	72,75
Вода + изопропиловый спирт (1:1)	36,75	23,04	59,79

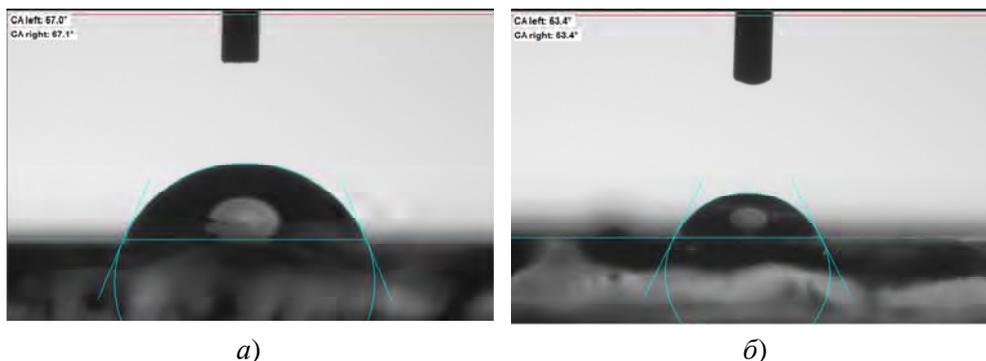


Рис. 1. Смачивание капли воды на: а) поверхности однослойного образца без активации полем и б) однослойного образца с активацией

Таблица 3

Значения свободной поверхностной энергии пленок ВОГ на ИТО подложках

Образец		Свободная поверхностная энергия, мДж/м ²		
		Полярная	Дисперсионная	Полная
1 слой	Без активации полем	2,3	67	69,3
	С активацией	5,4	55,3	60,7
2 слоя	Без активации полем	14,6	33,4	48
	С активацией	23,4	20,6	44
3 слоя	Без активации полем	45,7	7,6	53,3
	С активацией	44,5	7,8	52,3

Измерение оптического пропускания образцов (рис. 2а) при падении неполяризованного света под прямым углом и отражения под углом в 45° проводилось с помощью ИК-Фурье-спектрометра ФСМ-1202 в диапазоне длин волн от 1000 нм до 2500 нм. Из по-

лученных зависимостей высчитывалось поглощение пленок при прямом падении (рис. 2б) с учетом данных из работы Тикусиса [11], в которой проиллюстрировано, что неполяризованное отражение под углом падения 45° примерно отражению под углом 0°.

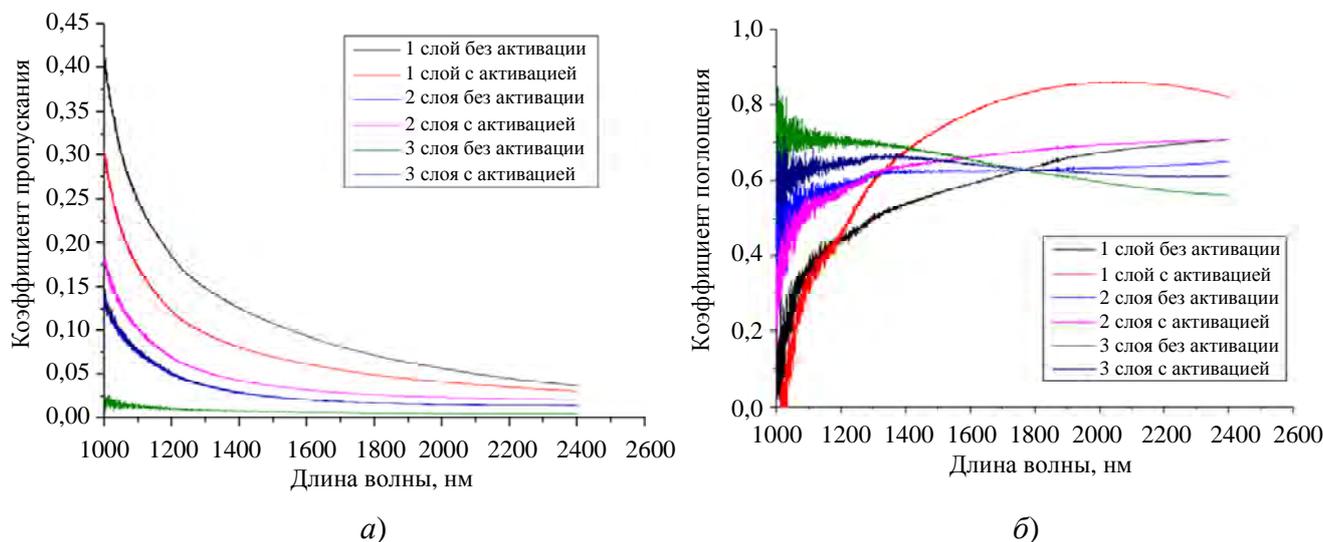


Рис. 2. Зависимости коэффициента пропускания (а) и поглощения (б) от длины волны для образцов с активацией и без

Из зависимостей пропускания можно заметить, что предварительная активация поверхности повышает пропускание в ближнем ИК на 2–10 %, при этом также увеличивая коэффициент поглощения, таким образом, обработка высокочастотным электрическим полем повышенной напряженности позволяет снижать потери на отражение. Примечательно, что поглощение для однослойного активированного образца имеет зависимость, ярко отличающуюся от остальных образцов. Различия могут объясняться толщиной пленки и создаваемыми поверхностными дефектами на ИТО при контакте с электрическим полем (рис. 2б красн.).

Выводы и заключение

Проведенные исследования показывают значительное влияние предложенного метода поверхностной обработки на оптические и структурные свойства проводящих контактов, что применимы для создания ЖК-ячеек и модуляторов света. Предварительная обработка полем позволяет добиваться больших апертур получаемых пленок за счет снижения контактного угла смачивания оксида графена на подложках ИТО. При этом разница в сопротивлениях, в сравнении с исходным ИТО, сводится к минимальной за счет нанометровых значений толщины пленок [12]. Также такая

обработка способствует варьированию значе- ний полярной и дисперсионной компонент свободной поверхностной энергии, позволяя тонко подбирать параметры создаваемых си- стем, например, проводить согласование гра- ницы раздела ВОГ-ЖК для изменения угла преднаклона молекул ЖК. Также предвари- тельная активация поверхности повышает пропускание пленок на 2–10%, в зависимости от их толщины, и способна значительно повы- сить значения поглощения при получении од- ного слоя восстановленного оксида графена на ИТО в ближнем-среднем ИК-диапазоне.

Авторами выражается признательность коллегам по отделу «Фотофизика нанострукту- рированных материалов и устройств» АО НПО «ГОИ им. С. И. Вавилова», сотрудникам кафедры «Фотоника» СПбЭТУ «ЛЭТИ», а также сотруд- никам отдела перспективных разработок ПИЯФ- Курчатовский институт за плодотворные дис- куссии на лабораторных семинарах и помощь в работе.

Исследование частично поддержано за счет гранта Российского научного фонда № 24-23-00021, https://rscf.ru/prjcard_int?24-23-00021

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Васильев А. А., Касасент Д., Компанец И. Н., Парфенов А. В. Пространственные модуляторы света. – М.: Радио и связь, 1987.
2. Каманина Н. В. / Письма в ЖТФ. 1996. Т. 22. № 7. С. 53–56.
3. Toikka A., Ilin M., Kamanina N. / Coatings. 2024. Vol. 14. P. 178.
4. Wu J., Jia L., Zhang Y., Qu Y., Jia B., Moss D. J. / Advanced Materials. 2020. P. 2006415.
5. Loh K. P., Bao Q., Eda G., Chhowalla M. / Nature Chemistry. 2010. Vol. 2 (12). P. 1015–1024.
6. Ilin M. E., Toikka A. S., Kamanina N. V. / 2024 Conference of Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EICon). – Saint Petersburg, Russian Federation, 2024. P. 702–704.
7. Kvashnin D. G., Sorokin P. B., Brüning J. W., Chernozatonskii L. A. / Applied Physics Letters. 2013. Vol. 102 (18). P. 183112.
8. Nebogatikova N. A., Antonova I. V., Erohin S. V., Kvashnin D. G. et al. / Nanoscale. 2018. Vol. 10 (30). P. 14499–14509.
9. Kvashnin D. G., Sorokin P. B. / The Journal of Physical Chemistry Letters. 2015. Vol. 6 (12). P. 2384–2387.
10. Owens D. K., Wendt R. C. / J. Apply. Polym. Sci. 1969. Vol. 13. P. 1741–1747.
11. Tikuišis K. K., Dubroka A., Uhlířová K., Speck F. et al. / Phys. Rev. Mater. 2023. Vol. 7. P. 044201.
12. Ilin M. E., Toikka A. S., Kamanina N. V. / 2024 16th International School and Conference on Optoelectronics, Photonics, Engineering and Nanostructures. – Saint Petersburg, Russian Federation, 2024. P. 59–60.

PACS: 68.35.bj, 68.55.J-, 68.35.Np, 42.25

Free energy variation of thermally reduced graphene oxide films obtained on indium tin oxide substrates

M. E. Ilin^{1,2,*}, A. S. Toikka^{1,2} and N. V. Kamanina^{1,2,3}

¹ St. Petersburg Electrotechnical University, St. Petersburg, 197022 Russia

* E-mail: ilin_matwei@mail.ru

² Petersburg Nuclear Physics Institute, Gatchina, 188300, Russia

³ Joint Stock Company Scientific and Production Corporation S. I. Vavilov State Optical Institute, St. Petersburg, 192171 Russia

Received 26.02.2024; revised 31.05.2024; accepted 14.01.2025

The presented work demonstrates the results of varying the surface energies of reduced graphene oxide films on indium tin oxide (ITO) using the method of substrate treatment (activation) by high-frequency electric field of high intensity. The comparison of values of surface energies and IR spectra at different film thicknesses of samples with and without substrate pre-activation is presented. The proposed method allows us to efficiently deposit graphene oxide films on ITO, adjust their surface energy to the required tasks and vary the optical parameters

of the system, which opens the possibility of its application in the creation of optoelectronic devices using thin films (e.g., LCD systems).

Keywords: graphene oxide; IR spectrum; free surface energy; indium tin oxide; surface properties; wetting; liquid crystals.

REFERENCES

1. Vasiliev A. A., Casasent D., Kompanets I. N. and Parfenov A. V., Spatial modulators of light, Moscow, Radio and Communication, 1987.
2. Kamanina N. V., Letters in JETP **22** (7), 53–56 (1996).
3. Toikka A., Ilin M. and Kamanina N., Coatings **14**, 178 (2024).
4. Wu J., Jia L., Zhang Y., Qu Y., Jia B. and Moss D. J. Advanced Materials, 2006415 (2020).
5. Loh K. P., Bao Q., Eda G. and Chhowalla M., Nature Chemistry **2** (12), 1015–1024 (2010).
6. Ilin M. E., Toikka A. S. and Kamanina N. V. 2024 Conference of Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (ElCon). Saint Petersburg, Russian Federation, 2024, pp. 702–704.
7. Kvashnin D. G., Sorokin P. B., Brüning J. W. and Chernozatonskii L. A., Applied Physics Letters **102** (18), 183112 (2013).
8. Nebogatikova N. A., Antonova I. V., Erohin S. V., Kvashnin D. G. et al., Nanoscale, **10** (30), 14499–14509 (2018).
9. Kvashnin D. G. and Sorokin P. B., The Journal of Physical Chemistry Letters **6** (12), 2384–2387 (2015).
10. Owens D. K. and Wendt R. C., J. Apply. Polym. Sci. **13**, 1741–1747 (1969).
11. Tikuišis K. K., Dubroka A., Uhlířová K., Speck F. et al., Phys. Rev. Mater. **7**, 044201 (2023).
12. Ilin M. E., Toikka A. S. and Kamanina N. V. 2024 16th International School and Conference on Optoelectronics, Photonics, Engineering and Nanostructures. Saint Petersburg, Russian Federation, 2024, pp. 59–60.

Об авторах

Ильин Матвей Евгеньевич, студент, Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина) (197022, Россия, Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, д. 5); старший лаборант группы фотофизики отдела оптических и информационных технологий отделения перспективных разработок, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (188300, Россия, Гатчина, Орлова роща, 1). E-mail: ilin_matwei@mail.ru <http://orcid.org/0009-0000-3113-7761>

Тойка Андрей Сергеевич, канд. техн. наук, младший научный сотрудник группы фотофизики отдела оптических и информационных технологий отделения перспективных разработок, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (188300, Россия, Гатчина, Орлова роща, 1). E-mail: astoikka.nano@gmail.com <https://orcid.org/0000-0002-8694-8497>

Каманина Наталия Владимировна, д.ф.-м.н., профессор кафедры фотоники, Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина) (197022, Россия, Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, д. 5); ведущий научный сотрудник, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (188300, Россия, Гатчина, Орлова роща, 1); заведующая лабораторией фотофизики сред с нанобъектами / заведующая отделом «Фотофизика наноструктурированных материалов и устройств», АО «Научно-производственное объединение Государственный оптический институт им. С. И. Вавилова» (192171, Россия, Санкт-Петербург, ул. Бабушкина, д. 36/1); SPIN-код РИНЦ 1231-5045, Author ID 40388

УДК 537.563
EDN: KBVGON

PACS: 84.60.Jt

Влияние термического отжига на свойства пленок оксида меди, полученных методом высокочастотного магнетронного распыления© А. В. Саенко^{1,*}, Г. Е. Билык¹, С. А. Хубежов², К. А. Козюменко¹, В. А. Смирнов¹¹ Южный федеральный университет, г. Ростов-на-Дону, 344006 Россия

* E-mail: avsaenko@srfedu.ru

² Харбинский инженерный университет, г. Циндао, 266000 Китай

Статья поступила в редакцию 15.11.2024; после доработки 8.04.2025; принята к публикации 2.06.2025

Шифр научной специальности: 2.2.2

Проведено осаждение пленок оксида меди методом высокочастотного (ВЧ) магнетронного распыления в бескислородной среде при комнатной температуре. Исследовано влияние температуры отжига на воздухе после осаждения на морфологию поверхности, структурные и оптические свойства пленок оксида меди. Показано, что все пленки имеют равномерную нанокристаллическую зернистую структуру. При этом пленки оксида меди, полученные без термического отжига и при температуре отжига 250 °С, имеют высокую однородность и состоят из зерен размером порядка 25–30 и 23–27 нм соответственно. При температуре отжига 500 °С размер зерен в пленке существенно возрастает до 50–55 нм и они становятся менее однородными. Получено, что все пленки имеют относительно гладкую поверхность со средней шероховатостью в диапазоне от 5,94 до 10,46 нм. Показано, что пленки, полученные без термического отжига, состоят из кристаллической фазой Cu_2O , которая полностью переходит в фазу CuO после отжига при температуре 500 °С. Установлено, что ширина запрещенной зоны осажденной пленки без термического отжига составляет 2,18 эВ и уменьшается до 1,63 эВ после отжига при температуре 500 °С. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов формирования структур солнечных элементов на основе оксида меди.

Ключевые слова: оксид меди; магнетронное распыление; термический отжиг; кристаллическая структура; ширина запрещенной зоны.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-66-73

Введение

В последнее время активно ведутся исследования в области наноструктурных оксидных полупроводников для их применения в солнечных элементах и других оптоэлектронных устройствах (оптические мемристоры, газовые датчики, тонкопленочные транзисторы), поскольку они обладают перспективными структурными, электрофизическими и оптическими свойствами, широко распространены и безопасны для окружающей среды, а также

не требуют сложных технологических процессов осаждения, что делает их многообещающими материалами для создания потенциально недорогих и эффективных устройств [1–4]. Для формирования структур солнечных элементов широко исследуются оксиды меди (Cu_2O и CuO), которые относятся к полупроводникам р-типа проводимости с шириной запрещенной зоны 2,1–2,6 и 1,2–1,7 эВ соответственно и обладают относительно высоким коэффициентом спектрального поглощения (10^4 – 10^5 см^{-1}) [4–8]. Максимальная теоретиче-

ская эффективность солнечных элементов на основе оксидов меди может составлять порядка 20 %, однако на практике она пока не превышает 5 %, что связано с качеством осаждаемых оксидных пленок, в частности наличием вторичных фаз (например, в пленке Cu_2O наличие фазы CuO), высокой шероховатости поверхности, а также наличием дефектов на межфазных гетерограницах [2, 9–11].

При осаждении пленок оксидов меди широко используются такие методы, как магнетронное распыление на постоянном токе и в высокочастотном режиме, химическое осаждение из газовой фазы, электрохимическое осаждение, импульсное лазерное осаждение и золь-гель метод (центрифугирование) [4–8, 10]. Метод магнетронного распыления имеет такие преимущества, как возможность точного управления параметрами растущей пленки в процессе осаждения, высокая стабильность процесса во времени и отсутствие нагрева подложки до высоких температур [10]. Возможность варьирования технологическими параметрами при осаждении пленок позволяет управлять их структурными и оптическими свойствами, а также расширяет области применения структур на их основе. В работах [4–7] показано, что температура подложки и параметры магнетронного распыления, состав газа в вакуумной камере и температура последующего отжига способны существенно изменять свойства пленки оксида меди, что может быть перспективным для применения в качестве фотоактивного слоя в структурах солнечных элементов.

В данной работе проведены исследования влияния температуры отжига после высокочастотного (ВЧ) магнетронного распыления в бескислородной среде при комнатной температуре (25 °С) на морфологию поверхности, структурные и оптические свойства пленок оксида меди для применения в структурах солнечных элементов и других оптоэлектронных устройствах.

Методы и материалы

Пленки оксида меди были получены на стеклянных подложках при ВЧ магнетронном распылении в бескислородной среде при комнатной температуре на установке VSE-PVD-

DESK-PRO (ООО «АкадемВак»). Перед осаждением пленок оксида меди подложки очищались в ультразвуковой ванне поочередно в течение 5 мин в ацетоне, изопропиловом спирте и дистиллированной воде для удаления органических загрязнений. Для распыления использовалась керамическая мишень Cu_2O (ООО «Гирмет») чистотой 99,9 %, диаметром 50 мм и толщиной 6 мм. Вакуумная камера перед осаждением откачивалась до базового давления менее 8×10^{-5} мбар и заполнялась газообразным аргоном высокой чистоты (99,998 %). Мишень предварительно распылялась в течение не менее 5 мин для удаления поверхностных загрязнений и достижения оптимальных условий осаждения. При осаждении расстояние между мишенью и подложкой было порядка 70 мм. Мощность распыления составляла 75 Вт, а рабочее давление аргона в вакуумной камере было 5×10^{-3} мбар. При этом скорость осаждения пленок оксида меди составляла 15,4 нм/мин. После осаждения пленки отжигались на воздухе в муфельной печи ЭКПС-10 (АО «Смоленское СКТБ СПУ») при температурах 250 и 500 °С в течении 1 часа.

Толщина полученных пленок оксида меди измерялась на профилометре Alpha-Step D-100 (KLA-Tencor), который позволяет осуществлять сканирование поверхности образцов для анализа высоты ступеньки. Морфология поверхности и структурные свойства пленок исследовались методами сканирующей (растровой) электронной микроскопии (РЭМ) на установке Nova Nanolab 600 (FEI Company). Исследование шероховатости поверхности пленок выполнялось методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактном режиме на нанолaborатории NTEGRA (НТ-МДТ). Обработка АСМ-изображений осуществлялась с использованием программного комплекса Nova Image Analysis. Химический состав пленок определялся рентгеновской фотоэлектронной спектроскопией (РФЭС) на спектрометре K-Alpha (Thermo Scientific) с применением монохроматического $\text{Al}_{K\alpha}$ излучения (энергия фотонов 1486,6 эВ, размер пятна 400 мкм). Коэффициент пропускания пленок в ультрафиолетовой и видимой области спектра (300–800 нм) определялся на спектрофотометре UV-VIS Evolution-300 (Thermo) при использовании стеклянной под-

ложки без пленки в качестве эталонного образца.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 показаны РЭМ-изображения морфологии поверхности пленок оксида меди, полученных методом ВЧ магнетронного распыления без последующего термического отжига (осаждение при 25 °С) и с последующим отжигом в муфельной печи при температурах 250 и 500 °С, а также поперечные сколы пленок толщиной порядка 100 нм. Все пленки имеют равномерную нанокристаллическую зернистую структуру. При этом пленки оксида меди, полученные без термического отжига и при температуре отжига 250 °С, имеют высокую однородность без трещин и пор и состоят из плотно упакованных зерен схожего размера, который составляет порядка 25–30 и 23–27 нм соответственно. При температуре отжига 500 °С размер зерен в пленке существенно возрастает до 50–55 нм и они становятся менее однородными. Кроме того, на поверхности пленки, полученной при температуре отжига 500 °С, заметны темные пятна, показывающие

наличие некоторых пор или трещин, возникающие возможно в результате разницы коэффициентов теплового расширения между пленкой и подложкой [4, 5, 12].

Толщина пленки оксида меди практически не зависит от температуры отжига, а на поперечном сколе проявляется характерная столбчатая структура с направлением перпендикулярным к плоскости подложки, которая часто наблюдается при магнетронном осаждении оксидных полупроводников [12, 13]. Кроме того, на поперечном сколе пленок оксида меди, полученных при температуре отжига 500 °С, наблюдается более шероховатая поверхность, что является результатом высокой температуры отжига, которая способствует диффузии атомов и увеличению размера зерен [4, 5]. Таким образом, высокотемпературный отжиг после осаждения приводит к росту кристаллитов в пленке оксида меди, что может способствовать улучшению её качества и возрастанию фототока, поскольку для достижения высокой эффективности преобразования солнечной энергии необходима полупроводниковая пленка, состоящая, в частности, из больших кристаллических зерен [9, 14].

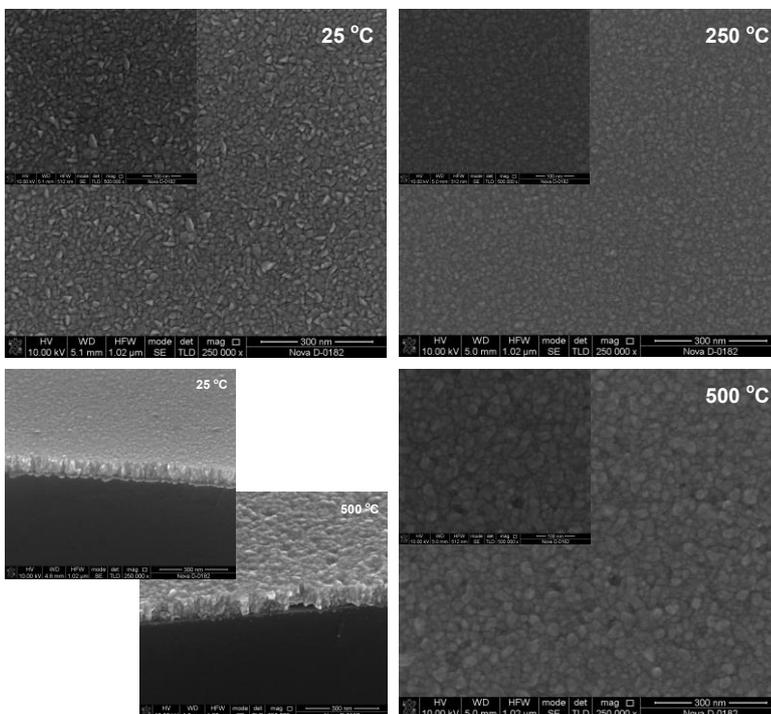


Рис. 1. РЭМ-изображения морфологии поверхности пленок оксида меди и поперечный скол толщиной порядка 100 нм

На рис. 2 представлены АСМ-изображения поверхности пленок оксида меди, полученных методом ВЧ магнетронного распыления без последующего термического отжига

(осаждение при 25 °С) и с последующим отжигом в муфельной печи при температурах 250 и 500 °С, которые показывают, что все пленки имеют относительно гладкую поверх-

ность. Причем пленки оксида меди, полученные без термического отжига и при температуре отжига 250 °С, имеют практически одинаковую шероховатость поверхности равную 6,12 и 5,94 нм соответственно, а при температуре отжига 500 °С шероховатость поверхно-

сти существенно возрастает до 10,46 нм. Увеличение шероховатости поверхности объясняется присутствием в пленке зерен большего размера из-за возрастания температуры отжига, что способствует диффузии атомов и увеличению размера зерен [4, 5, 12].

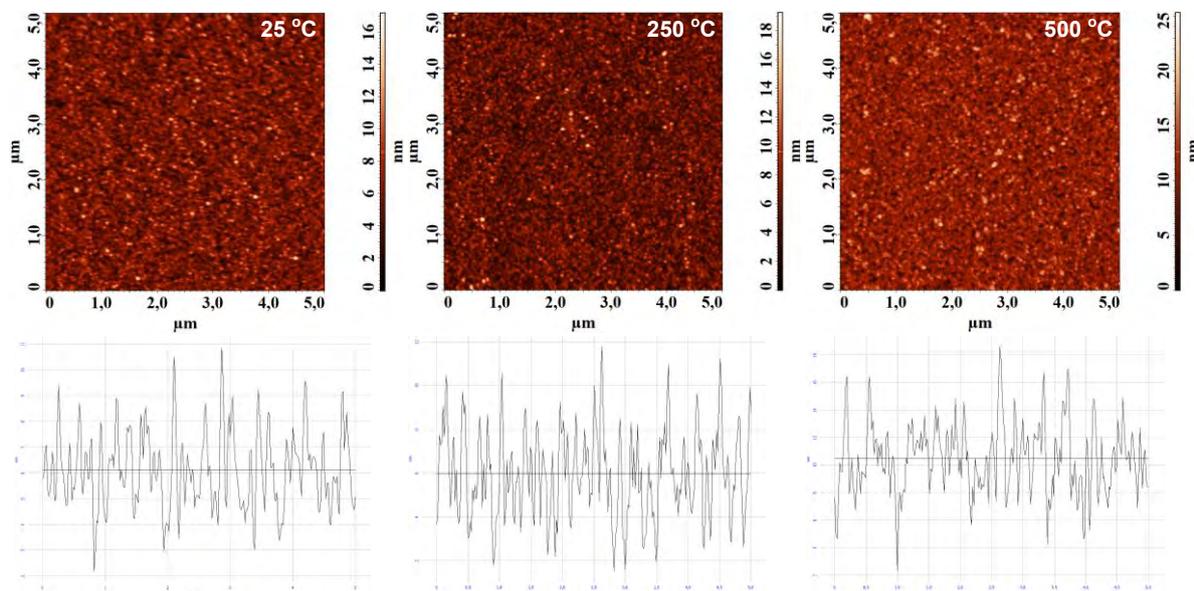


Рис. 2. АСМ-изображения поверхности пленок оксида меди

Метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) использовался для подтверждения химического состояния элементов в пленках оксида меди. На рис. 3 представлены обзорные РФЭС-спектры и спектры высокого разрешения уровней меди и кислорода пленок оксида меди, полученных методом ВЧ магнетронного распыления без последующего термического отжига (осаждение при 25 °С) и с последующим отжигом в муфельной печи при температурах 250 и 500 °С. Обзорные рентгеновские фотоэлектронные спектры получены в диапазоне энергий связи 0–1350 эВ, которые позволяют определить все элементы, присутствующие на поверхности пленок Cu_2O . Спектры высокого разрешения отдельных элементов получены для более точного определения положения пиков.

Согласно обзорным спектрам на поверхности пленок оксида меди присутствуют медь, кислород и углерод. Наличие пика углерода $\text{C}1s$ (284,5–284,7 эВ) свидетельствует о его адсорбции на поверхности пленки из окружающей атмосферы [15].

Спектр высокого разрешения уровня $\text{Cu}2p$ пленки оксида меди, полученной без

термического отжига, показывает, что интенсивные фотоэлектронные пики, относящиеся к $\text{Cu}2p_{3/2}$ и $\text{Cu}2p_{1/2}$, наблюдаются при 932,4 и 952,3 эВ и соответствуют степени окисления Cu^+ фазы Cu_2O [10, 15–17]. При этом между $\text{Cu}2p_{3/2}$ и $\text{Cu}2p_{1/2}$ наблюдаются небольшие сателлитные пики с энергией связи в диапазоне 940–946 эВ, а также одиночный сателлитный пик при 962,3 эВ, что соответствует дублетным состояниям степени окисления Cu^{2+} фазы CuO [15]. Наличие фазы CuO на поверхности пленок Cu_2O неизбежно связано с окислением Cu_2O до CuO , поскольку фаза CuO является наиболее стабильной в условиях окружающей среды [15–17].

Спектр высокого разрешения уровня $\text{Cu}2p$ пленки оксида меди, полученной при температуре отжига 250 °С, показывает, что интенсивные пики, относящиеся к $\text{Cu}2p_{3/2}$ и $\text{Cu}2p_{1/2}$, наблюдаются при 933,7 и 954,4 эВ и соответствует степени окисления Cu^{2+} преобладающей фазы CuO [10, 15–17]. При этом продолжают наблюдаться небольшие пики при 932,4 и 952,3 эВ, что соответствует степени окисления Cu^+ вторичной фазы Cu_2O . Спектр высокого разрешения уровня $\text{Cu}2p$

пленки оксида меди, полученной при температуре отжига 500 °С, показывает, что интенсивные пики, относящиеся к $\text{Cu}2p_{3/2}$ и $\text{Cu}2p_{1/2}$, также наблюдаются при 933,7 и 954,2 эВ и соответствуют степени окисления Cu^{2+} фазы CuO . Помимо основных пиков энергии связи, также наблюдаются сателлитные пики на стороне с более высокой энергией связи в диапазоне при 940–946 эВ, а также одиночный сателлитный пик при 962,3 эВ для фазы CuO [15–17].

На спектрах уровня $\text{O}1s$ присутствует асимметричный пик с плечом при более высоких энергиях связи, который соответствует кислороду (O^{2-}) кристаллической решетки ок-

сида меди при 530,0 (25 °С) и 529,7 эВ (250 и 500 °С), а также кислороду (O_i), адсорбированному на поверхности и входящему в состав поверхностных гидроксильных групп при 531,2 (25 °С) и 531,5 эВ (250 и 500 °С) [15, 16].

Таким образом, показано, что пики уровня $\text{Cu}2p$ смещаются в сторону более высоких значений энергии связи от 932,4 до 933,7 эВ и от 952,3 до 954,4 эВ, когда пленка оксида меди подвергается термическому отжигу при 500 °С. Это указывает на изменение степени окисления меди с Cu^+ на Cu^{2+} , а соответственно и фазы Cu_2O в пленке, полученной без термического отжига, на фазу CuO в пленке, полученной при термическом отжиге 500 °С.

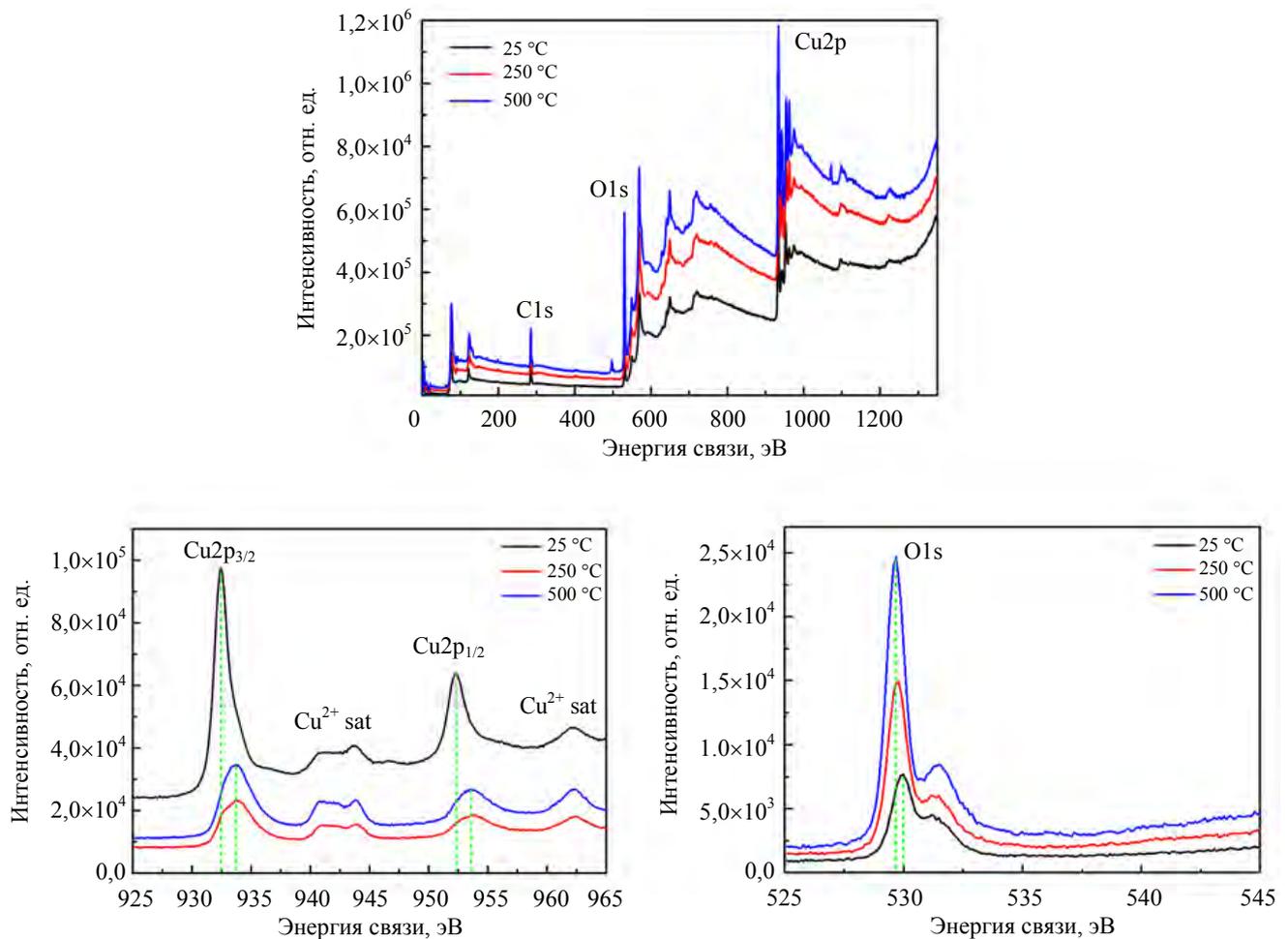


Рис. 3. Обзорный РФЭС-спектр и спектры высокого разрешения уровней меди и кислорода пленок оксида меди при комнатной температуре и последующем термическом отжиге при 250 и 500 °С

Оптические свойства пленки оксида меди исследовались с помощью измерения коэффициента пропускания в диапазоне длин волн 300–800 нм. На рис. 4 представлены спектры пропускания пленок оксида меди, по-

лученных методом ВЧ магнетронного распыления без последующего термического отжига (осаждение при 25 °С) и с последующим отжигом в муфельной печи при температурах 250 и 500 °С. Пленка оксида меди, полученная

без термического отжига, имеет высокое оптическое поглощение до порядка 550 нм, в то время как после отжига при температуре 500 °С поглощение пленки возрастает и смещается в сторону инфракрасной области спектра до порядка 750 нм, что может быть связано с уменьшением ширины запрещенной зоны, а также улучшением кристалличности и снижением концентрации дефектов в пленке за счет окисления [4, 6, 10, 15]. Так на вставке рис. 4 приведены зависимости $(\alpha hv)^2 = f(hv)$, где α является коэффициентом поглощения, а hv – энергией фотонов. Ширина запрещенной зоны пленок оксида меди определялась экстраполяцией прямолинейного участка на ось энергий. Таким образом, показано, что пленка оксида меди, полученная без термического отжига, имеет ширину запрещенной зоны 2,18 эВ, что соответствует кристаллической структуре Cu_2O , а пленка оксида меди, полученная при температуре отжига 500 °С, имеет ширину запрещенной зоны 1,63 эВ, что соответствует кристаллической структуре CuO .

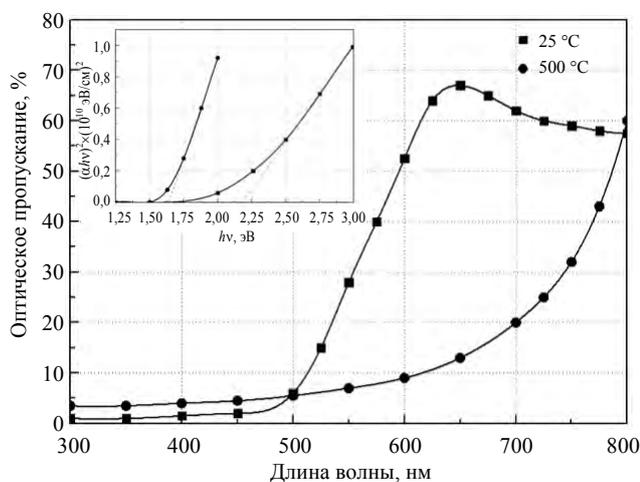


Рис. 4. Спектр пропускания и определение ширины запрещенной зоны пленок оксида меди

Заключение

Проведено осаждение пленок оксида меди методом ВЧ магнетронного распыления в бескислородной среде при комнатной температуре. Исследовано влияние температуры отжига в муфельной печи на воздухе после осаждения на морфологию поверхности, структурные и оптические свойства пленок оксида меди. Показано, что все пленки имеют

равномерную нанокристаллическую зернистую структуру. При этом пленки оксида меди, полученные без последующего термического отжига и при температуре отжига 250 °С, имеют высокую однородность без трещин и пор и состоят из плотно упакованных зерен размером порядка 25–30 и 23–27 нм соответственно. При температуре отжига 500 °С размер зерен в пленке существенно возрастает до 50–55 нм и они становятся менее однородными. Получено, что все пленки имеют относительно гладкую поверхность со средней шероховатостью в диапазоне от 5,94 до 10,46 нм. Анализ РФЭС спектров показал, что пленки, полученные без термического отжига, состоят из кристаллической фазой Cu_2O , которая полностью переходят в фазу CuO после отжига при температуре 500 °С. Кроме того, установлено, что ширина запрещенной зоны осажденной пленки без термического отжига составляет 2,18 эВ и уменьшается до 1,63 эВ после отжига при температуре 500 °С. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов формирования структур солнечных элементов на основе оксида меди.

Исследование выполнено за счет гранта
Российского научного фонда № 23-29-00827,
<https://rscf.ru/project/23-29-00827/>
в Южном федеральном университете.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhigang Zang, Wensi Cai, Yong Zhou / Metal Oxide Semiconductors: Synthesis, Properties, and Devices. 2023. Ch. 6. P. 171–210.
2. Saenko A. V., Bilyk G. E., Smirnov V. A. / Russian Microelectronics. 2024. Vol. 53 (4). P. 319–328.
3. Саенко А. В., Бильк Г. Е., Малюков С. П. / Прикладная физика. 2023. № 4. С. 66–77.
4. Salam Surjit Singh, Biraj Shougaijam, Mir Waqas Alam, Naorem Khelchand Singh / Journal of Materials Science: Materials in Electronics. 2023. Vol. 34. P. 854.
5. Ozaslan D., Erken O., Gunes M., Gumus C. / Physica B: Physics of Condensed Matter. 2020. Vol. 580. P. 411922.
6. Lee Wen-Jen, Wang Xin-Jin / Coatings. 2021. Vol. 11. P. 864.
7. Baka Ouidad, Bacha Oussama, Khel-ladi Mohamed Redha, Azizi Amor / Bulletin of Materials Science. 2023. Vol. 46. P. 84.

8. Murali Dhanya S., Kumar Shailendra, Choudhary R. J., Wadikar Avinash D., Jain Mahaveer K., Subrahmanyam A. / AIP Advances. 2015. Vol. 5. P. 047143.
9. Perez-Tomas Amador / Advanced Materials Interfaces. 2019. Vol. 6. P. 1900471.
10. Lakshmanan A., Alex Zachariah C., Meher S. R. / Materials Science in Semiconductor Processing. 2022. Vol. 148. P. 106818.
11. Perez-Tomas Amador, Mingorance Alba, Tanenbaum David, Lira-Cantu Monica / The Future of Semiconductor Oxides in Next-Generation Solar Cells. 2018. Vol. 8. P. 267–356.
12. Umar Medina, Swinkels Milo Y., De Luca Marta, Fasolato Claudia, Moser Lucas, Gadea Gerard, Marot Laurent, Glatzel Thilo, Zardo Ilaria / Thin Solid Films. 2021. Vol. 732. P. 138763.
13. Kudryashov D. A., Gudovskikh A. S., Babichev A. V., Filimonov A. V., Mozharov A. M., Agekyan V. F., Borisov E. V., Serov A. Yu., Filosofov N. G. / Semiconductors. 2017. Vol. 51 (1). P. 110–114.
14. Sinuo Chen, Lichun Wang, Chunlan Zhou, Jinli Yang / Journal of Renewable and Sustainable Energy. 2023. Vol. 15. P. 062701.
15. FeiFan Yang, WenBo Peng, YiJian Zhou, Rong Li, GuoJiao Xiang, JinMing Zhang YueLiu, Jia-Hui Zhang, Yang Zhao, Hui Wang / Vacuum. 2022. Vol. 198. P. 110876.
16. Jun-A Kim, Jung-Hwan Park, Sang-Geon Park, Chang-Sik Son, Young-Guk Son, Dong-Hyun Hwang / Crystals. 2023. Vol. 13. P. 643.
17. Qiang Yu, Huwei Zhao, Yuhong Zhao, Yue Zhao / Physica B: Condensed Matter. 2024. Vol. 690. P. 416253.

PACS: 84.60.Jt

Effect of thermal annealing on the properties of copper oxide films obtained by radio-frequency magnetron sputtering

A. V. Saenko^{1,*}, G. E. Bilyk¹, S. A. Khubezhov², K. A. Kozyumenko¹ and V. A. Smirnov¹

¹ Southern Federal University, Rostov-on-Don, 344006 Russia

* E-mail: avsaenko@sfedu.ru

² Harbin Engineering University, Qingdao, 266000 China

Received 15.11.2024; revised 8.04.2025; accepted 2.06.0000

In this paper copper oxide films were deposited by radio-frequency (RF) magnetron sputtering in an oxygen-free environment at room temperature. The effect of annealing temperature in air after deposition on the surface morphology, structural and optical properties of copper oxide films was studied. It was shown that all films have a uniform nanocrystalline granular structure. At the same time, copper oxide films obtained without thermal annealing and at an annealing temperature of 250 °C have high homogeneity and consist of grains of about 25–30 and 23–27 nm in size, respectively. At an annealing temperature of 500 °C, the grain size in the film increases significantly to 50–55 nm and they become less uniform. It was found that all films have a relatively smooth surface with an average roughness in the range from 5.94 to 10.46 nm. It is shown that the films obtained without thermal annealing consist of the crystalline phase Cu₂O, which completely transforms into the CuO phase after annealing at a temperature of 500 °C. It is established that the band gap of the deposited film without thermal annealing is 2.18 eV and decreases to 1.63 eV after annealing at a temperature of 500 °C. The obtained results can be used in the development of technological processes for the formation of solar cells structures based on copper oxide.

Keywords: copper oxide; magnetron sputtering; thermal annealing; crystal structure; band gap.

REFERENCES

1. Zhigang Zang, Wensi Cai and Yong Zhou, Metal Oxide Semiconductors: Synthesis, Properties, and Devices, Ch. 6, 171–210 (2023).
2. Saenko A. V., Bilyk G. E. and Smirnov V. A., Russian Microelectronics **53** (4), 319–328 (2024).

3. Saenko A. V., Bilyk G. E. and Malyukov S. P., *Applied Physics*, № 4, 66–77 (2023) [in Russian].
4. Salam Surjit Singh, Biraj Shougaijam, Mir Waqas Alam and Naorem Khelchand Singh, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **34**, 854 (2023).
5. Ozaslan D., Erken O., Gunes M. and Gumus C., *Physica B: Physics of Condensed Matter*. **580**, 411922 (2020).
6. Lee Wen-Jen and Wang Xin-Jin, *Coatings* **11**, 864 (2021).
7. Baka Ouidad, Bacha Oussama, Khelladi Mohamed Redha and Azizi Amor, *Bulletin of Materials Science* **46**, 84 (2023).
8. Murali Dhanya S., Kumar Shailendra, Choudhary R. J., Wadikar Avinash D., Jain Mahaveer K. and Subrahmanyam A. *AIP Advances* **5**, 047143 (2015).
9. Perez-Tomas Amador, *Advanced Materials Interfaces* **6**, 1900471 (2019).
10. Lakshmanan A., Alex Zachariah C. and Meher S. R., *Materials Science in Semiconductor Processing* **148**, 106818 (2022).
11. Perez-Tomas Amador, Mingorance Alba, Tanenbaum David and Lira-Cantu Monica, *The Future of Semiconductor Oxides in Next-Generation Solar Cells* **8**, 267–356 (2018).
12. Umar Medina, Swinkels Milo Y., De Luca Marta, Fasolato Claudia, Moser Lucas, Gadea Gerard, Marot Laurent, Glatzel Thilo and Zardo Ilaria, *Thin Solid Films* **732**, 138763 (2021).
13. Kudryashov D. A., Gudovskikh A. S., Babichev A. V., Filimonov A. V., Mozharov A. M., Agekyan V. F., Borisov E. V., Serov A. Yu. and Filosofov N. G. *Semiconductors* **51**(1), 110–114 (2017).
14. Sinuo Chen, Lichun Wang, Chunlan Zhou and Jinli Yang, *Journal of Renewable and Sustainable Energy* **15**, 062701 (2023).
15. FeiFan Yang, WenBo Peng, YiJian Zhou, Rong Li, GuoJiao Xiang, JinMing Zhang YueLiu, JiaHui Zhang, Yang Zhao and Hui Wang, *Vacuum* **198**, 110876 (2022).
16. Jun-A Kim, Jung-Hwan Park, Sang-Geon Park, Chang-Sik Son, Young-Guk Son and Dong-Hyun Hwang, *Crystals* **13**, 643 (2023).
17. Qiang Yu, Huwei Zhao, Yuhong Zhao and Yue Zhao, *Physica B: Condensed Matter*. **690**, 416253 (2024).

Об авторах

Саенко Александр Викторович, доцент, к.т.н., Южный федеральный университет (344006, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, д. 105/42). E-mail: avsaenko@sfedu.ru SPIN-код РИНЦ 3925-7237, Author ID 726573

Бильик Герман Евгениевич, ведущий инженер-конструктор, Южный федеральный университет (344006, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, д. 105/42). E-mail: bilyk@sfedu.ru

Хубежов Сослан Арсенович, научный сотрудник, к.т.н., Харбинский инженерный университет (266000, Китай, г. Циндао, ул. Наньтун, 145). E-mail: soslan.khubezhov@gmail.com SPIN-код РИНЦ 4782-2452, Author ID 755773

Козюменко Константин Алексеевич, лаборант-исследователь, Южный федеральный университет (344006, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, д. 105/42). E-mail: koziumenko@sfedu.ru

Смирнов Владимир Александрович, заведующий кафедрой, к.т.н., доцент, Южный федеральный университет (344006, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, д. 105/42). E-mail: vasmirnov@sfedu.ru

УДК 53.097
EDN: NSEWXB

PACS: 07.50.Hp

Исследование влияния величины сопротивления толстоплёночных резистивных компонентов на мощность низкочастотного шума

© В. А. Сокуренько*, Ю. В. Сахаров, С. А. Артищев

*Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,
г. Томск, 634050 Россия*** E-mail: sokurenko.sl.08@mail.ru**Статья поступила в редакцию 14.01.2025; после доработки 4.03.2025; принята к публикации 7.04.2025
Шифр научной специальности: 1.3.5*

Приводятся результаты исследования спектральных характеристик мощности низкочастотного шума от сопротивления резисторов, выполненных по толстоплёночной технологии методом принтерной печати, при двух режимах. Первый, при фиксированном напряжении на резисторе $U = 3,6$ В и второй при фиксированном токе $I = 7,8$ мА. Показано, что при уменьшении ширины резистивной пленки флуктуации сопротивления и среднеквадратичное значение мощности низкочастотного шума изменяются по квадратичному закону, на основе полученных характеристик спектральной плотности мощности низкочастотного шума. При этом среднеквадратичное амплитудное значение мощности шума увеличивается при фиксированном токе и уменьшается при фиксированном напряжении. С научной точки зрения получен важный результат, который в будущем может использоваться при исследовании механизмов электропроводности и оценки электрофизических параметров резистивных компонентов, а том числе анализе надежности резистивных компонентов на основе низкочастотного шума.

Ключевые слова: низкочастотный шум; мощность низкочастотного шума; флуктуации сопротивления; углеродный резистор; принтерная печать; толстоплёночная технология.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-74-80

Введение

Особенности принтерной печати позволяют повысить плотность монтажа элементов на плате. Принтерная технология позволяет осуществлять печать функциональных элементов электронных компонентов с топологическими размерами b_{\min} от 150 мкм, по сравнению с печатью через трафарет от 1000 мкм [1]. При этом современные пасты отличаются своими параметрами вязкости и состава, размеру частиц функционального материала, следовательно, и отличаются электрофизические параметры, в том числе и низкочастотный шум.

Явление низкочастотного шума представляет научный и практический интерес при рассмотрении вопросов, связанных с пределами точности измерений [2], качества пленки и надежности элементов [3]. Известно, что пассивные элементы, выполненные по толстоплёночной технологии, обладают более высоким уровнем шума, чем полупроводниковые и тонкоплёночные резистивные элементы [4]. Однако, несмотря на это, толстоплёночная технология и элементы на их основе нашли широкое применение в электронике, в том числе и в аппаратуре специального назначения.

Поэтому проблема низкочастотного шума для зернистых паст в принтерной печати

может быть решающей при рассмотрении вопросов о повышении плотности монтажа и анализа срока безотказной работы элемента. Большинство работ по пастам для толстоплёночной технологии посвящено исследованию размера частиц функционального материала [5, 6], составу паст и режимов их спекания [7]. В работах [8–10] можно встретить исследование корреляции спектра мощности низкочастотного шума и структурных особенностей материала.

Также одним из направлений работ является исследование влияния геометрических размеров образцов на амплитудное значение мощности низкочастотного шума. В работах [11–13] сравниваются резисторы с различным сопротивлением и геометрией. Однако по результатам этих работ невозможно определить, как уменьшение размеров образца влияет на низкочастотный шум при фиксированном и нефиксированном токе в цепи. При этом существующий эмпирический метод для определения влияния геометрии образцов на величину низкочастотного шума на основе выражения Хоуге [14] не применим для неоднородных материалов. Также в большинстве работ наблюдается расхождение экспериментальных данных с данным соотношением.

Поэтому целью данной работы является исследование влияния геометрических размеров толстоплёночных резисторов, полученных методом принтерной печати, на величину низкочастотного шума. Необходимо определить, как изменяется мощность низкочастотного шума при фиксированном токе или напряжении при уменьшении ширины резистора и также определить тип зависимости.

Материалы и методы

Для исследования резисторы были изготовлены на основе углеродосодержащей полимерной пасты ПУРП-0,05 (ООО «НПП ДЕЛЬТА-ПАСТЫ» г. Зеленоград) с поверхностным сопротивлением 50 Ом/кв. В качестве подложки использовался фольгированный стеклотекстолит FR-4, медная фольга которого использовалась в качестве контактных площадок. Все образцы для исследования были получены на одной подложке и при одинаковых режимах нанесения и спекания пас-

ты. Нанесение пасты осуществлялось при помощи дозирующего принтера GPD Global «CATALINA». Спекание осуществлялось в муфельной печи при температуре 175 °С в течение часа согласно техническим условиям на пасты. После спекания медные контакты подвергались лужению припоем марки ПОС-61.

В таблице представлены геометрические размеры изготовленных образцов. Общими параметрами для всех резисторов являлась толщина и длина резистивной пленки. Ширина резистора изменялась количеством проходов дозатора с пастой от одной линии шириной $b = 0,37$ мм до четырех линий. Сопротивление изготовленных резисторов составило $R_1 = 458$ Ом, $R_2 = 198$ Ом, $R_3 = 47$ Ом, $R_4 = 33$ Ом.

Таблица 1

Геометрические размеры образцов для исследования

Образец	Сопротивление, Ом	Ширина резистора, мм	Длина резистора, мм
R_1	225	0,32	3,48
R_2	120	0,55	
R_3	58	1,05	
R_4	41	1,42	

В качестве измерительной установки для низкочастотного шума резисторов была использована схема, описанная в работе [15], которая содержит каскад малошумящих усилителей ОР27 и полосовые фильтры. Экспериментальная установка, была дополнена высокочастотными и низкочастотными фильтрами на основе RC-элементов. Частота среза высокочастотного фильтра составляла 0,5 Гц. Выходной низкочастотный фильтр представлял перенастраиваемый фильтр с частотой среза $f = 10$ Гц, $f = 1$ кГц и $f = 10$ кГц. Для измерения эффективного значения теплового шума, исследуемые резисторы R_1 – R_4 подключались к входу операционного усилителя. Затем для исследования низкочастотного шума подключался токоограничивающий резистор R_t и Ni-Mh аккумуляторная батарея.

Для токоограничивающего резистора R_t использовался металлопленочный резистор, так как данные резисторы обладают наименьшим уровнем шума. Таким образом, измеренный шум определялся шумом изготовленного резистора. Номиналы резисторов R_t были по-

добраны таким образом, чтобы на резисторе R_1 – R_4 оставался постоянный уровень падения напряжения $U = 3,6$ В. После измерения низкочастотного шума при постоянном напряжении проводилось измерение шума при постоянном токе в цепи делителя напряжения $I = 7,8$ мА. Эффективное значение напряжения низкочастотного шума измерялось в полосе частот до $\Delta f = 10$ кГц.

При помощи осциллографа измерялась зависимость эффективное значение низкочастотного шума от времени, с последующим построением спектральной плотности мощности низкочастотного шума S в координатах $V^2/Гц$ от $Гц$ в двойном логарифмическом масштабе. Построение спектра осуществлялось при помощи быстрого преобразования Фурье (БПФ) в среде Matlab. После из полученных данных спектра рассчитывалось среднеквадратичное напряжение низкочастотного шума при частотах 10 Гц, 1 кГц, 10 кГц по формуле:

$$U_{ш} = S \cdot \sqrt{f} \quad (1)$$

Среднеквадратичное значение мощности низкочастотного шума рассчитывалось по формуле:

$$P_{ш} = I \cdot U_{ш} \quad (2)$$

где $U_{ш}$ – напряжение низкочастотного шума; I – ток в цепи делителя напряжения.

Результаты и обсуждение

На рисунках 1 и 2 представлены экспериментальные данные спектральной мощности низкочастотного шума резистивных компонентов R_1 – R_4 при постоянном уровне падения напряжения и тока в цепи делителя напряжения. На рисунке 1 представлено изменение мощности при постоянном падении напряжения на всех элементах $U = 3,6$ В. На рисунке 2 представлено изменение мощности при постоянном токе в цепи делителя напряжения на всех элементах $I = 7,8$ мА.

Уровень теплового шума для исследуемых резисторов составил $(75,8–5,46) \times 10^{19}$ $V^2/Гц$ для исследуемых резисторов. Наклон спектральной плотности мощности γ находился в диапазоне 1,11–1,26. Первичный анализ данных полученных спектров показал, что при уменьшении ширины резистивной пленки наблюдается увеличение спектра мощности низкочастотного шума как при постоянном падении напряжения на резисторе, так и при постоянном токе в цепи делителя напряжения. На основании полученных спектральных характеристик шума был осуществлен расчет среднеквадратичного значения мощности низкочастотного шума по формулам (1) и (2). В таблице 2 представлен расчет эффективного значения мощности низкочастотного шума для полученных спектров при частотах 10 Гц, 1 кГц, 10 кГц.

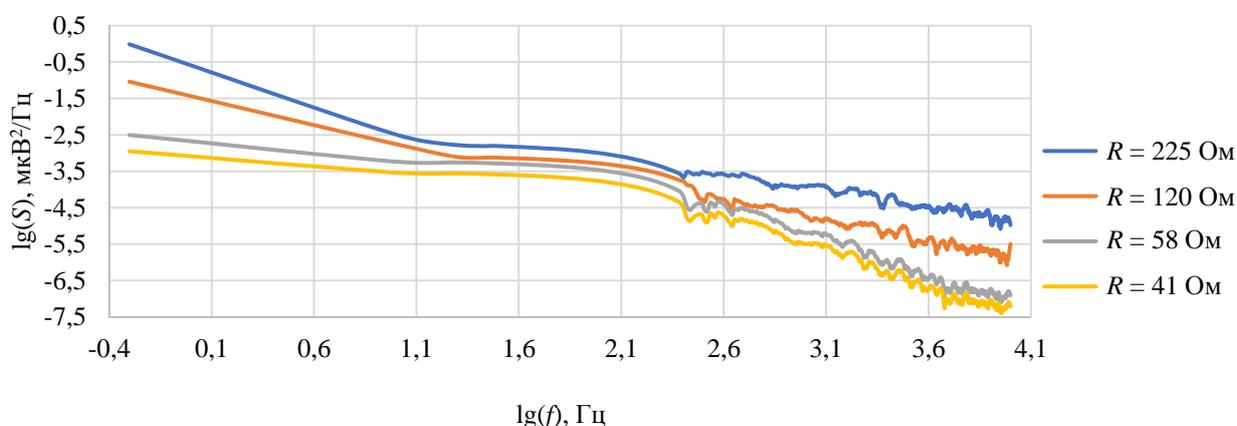


Рис. 1. Изменение спектральной характеристики напряжения низкочастотного шума при постоянном напряжении $U = 3,6$ В для резисторов R_1 – R_4 в двойном логарифмическом масштабе

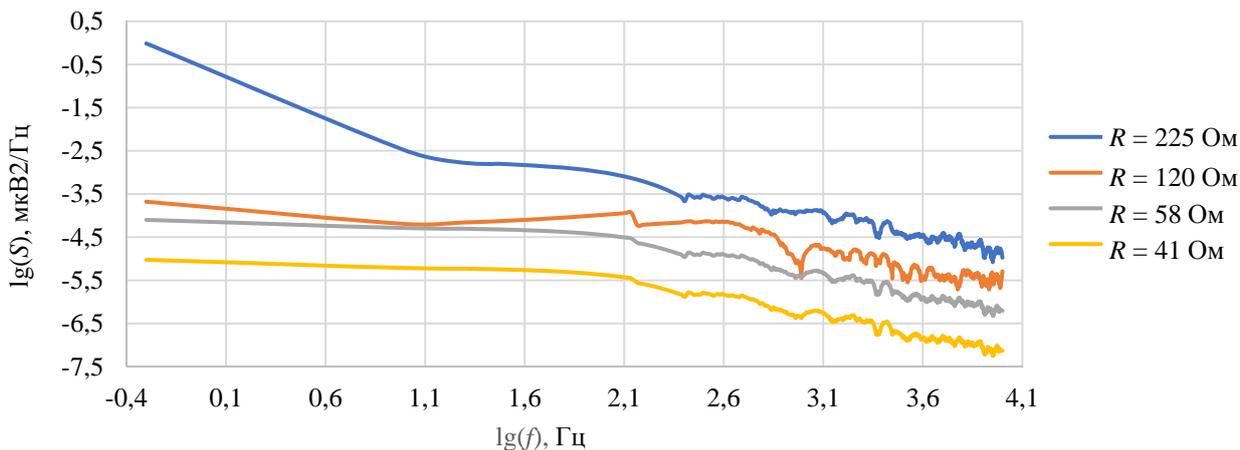


Рис. 2. Изменение спектральной характеристики напряжения низкочастотного шума при постоянном токе $I = 7,8 \text{ мА}$ для резисторов R_1 – R_4 в двойном логарифмическом масштабе

Таблица 2

Изменение эффективного значения мощности низкочастотного шума для резисторов R_1 – R_4

Постоянный параметр	Амплитудное значение мощности шума $P_{ш}$, мкВт				Полоса частот Δf
	$R_1 = 225 \text{ Ом}$	$R_2 = 120 \text{ Ом}$	$R_3 = 58 \text{ Ом}$	$R_4 = 41 \text{ Ом}$	
$U = 3,6 \text{ В}$	1,33	2,73	4,21	5,12	10 Гц
	3,51	4,13	4,42	5,29	1 кГц
	3,95	5,37	5,12	5,94	10 кГц
$I = 7,8 \text{ мА}$	1,04	0,20	0,18	0,06	10 Гц
	2,74	0,83	0,51	0,18	1 кГц
	3,06	1,76	0,61	0,21	10 кГц

При постоянном падении напряжения на резисторах при уменьшении сопротивления в цепи делителя ток растет, однако при этом наблюдается уменьшение эффективного значения мощности низкочастотного шума. А при постоянном токе и уменьшении сопротивления падение напряжение уменьшается на исследуемых образцах и наблюдается рост мощности низкочастотного шума. В обоих случаях изменение эффективного мощности низкочастотного шума от номинала резистора описывается квадратичной зависимостью с достоверностью аппроксимации R^2 более 0,99.

Полученные зависимости нельзя объяснить нагревом резистора, при котором происходит уменьшение сопротивления образцов вследствие отрицательного ТКС. Поэтому было предложено построить зависимость среднеквадратичного значения флуктуации (шум) сопротивления, как частное $U_{ш}$ и I . На рисунке 3 представлены зависимости флуктуации сопротивления от сопротивления исследуемых образцов.

Независимо от тока и напряжения, флуктуации сопротивления растут при увеличении сопротивления образцов по квадратичному. По полученным данным следует, что флуктуации сопротивления не зависят от приложенного тока или напряжения и определяются геометрией и структурой материала. Поскольку сопротивление обратно пропорционально электропроводности уменьшение размеров образца, вероятно, влияет на подвижность или концентрацию носителей заряда, что проявляется в виде измеренных флуктуаций сопротивления и амплитудных значений мощности низкочастотного шума при фиксированном токе и напряжении. Полученные зависимости можно объяснить эмпирическим соотношением Хоуге, связывающим спектр низкочастотного шума с концентрацией носителей заряда. Но приведенные ссылки во введении данной работы указывают, что данное соотношение не применимо в большинстве случаев. Так как явление низкочастотного шума имеет более сложную зависимость, что и наблюдается в данной работе.

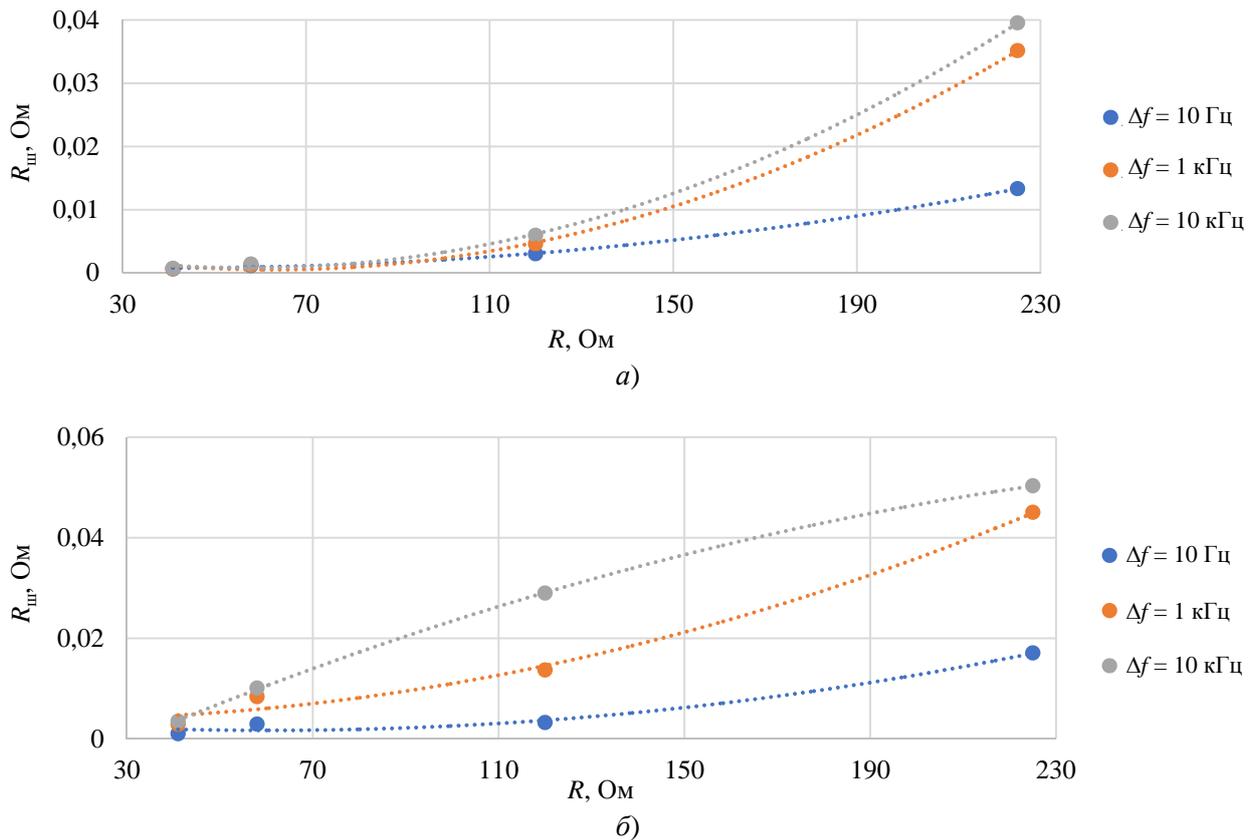


Рис. 3. Изменение среднеквадратичного значения флуктуации (шума) сопротивления от сопротивления образцов в полосе частот $\Delta f = 10$ Гц, $\Delta f = 1$ кГц и $\Delta f = 10$ кГц: а) при фиксированном напряжении 3,6 В; б) при фиксированном токе 7,8 мА

Заключение

Полученные спектральные характеристики мощности низкочастотного шума резистивных компонентов R_1 – R_4 при постоянном уровне падения напряжения и тока показали увеличение эффективного напряжения низкочастотного шума при уменьшении ширины резистивной пленки. При этом уменьшение ширины приводит к росту флуктуации сопротивления низкочастотного шума от номинала резистивного компонента по квадратичному закону в независимости от уровня тока и напряжения на резисторе. Эффективное значение мощности низкочастотного шума, рассчитанное на основе спектральной характеристики, увеличивается при фиксированном токе и уменьшается при фиксированном напряжении по квадратичному закону в полосе частот $\Delta f = 10$ Гц, $\Delta f = 1$ кГц, $\Delta f = 10$ кГц.

На основе измеренных и рассчитанных характеристик, можно предположить, что при уменьшении геометрических размеров происходит изменение подвижности или концен-

трации носителей заряда. Это приводит к гипотезе, что при уменьшении геометрических размеров происходит изменение механизмов электропроводности. А измерение низкочастотного шума при различных режимах позволяет зафиксировать переход одного механизма электропроводности к другому, которое сопровождается увеличением или уменьшением амплитуды мощности низкочастотного шума. Для подтверждения данной гипотезы, в будущей работе, необходимо исследование механизмов электропроводности рассматриваемых структур.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации № FEWM-2025-0003.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Труфанова Н. С., Рагимов Э. Р., Артищев С. А., Лоцилов А. Г. / Нанотехнологии: разработка, применение. 2022. № 4. С. 37–44.

2. Булгаков О. М. / Вестник Воронежского института МВД России. 2012. № 3. С. 177–145.
3. Jia X., He L. / AIP Advances. 2021. Vol. 11. № 4. P. 1–7.
4. Demolder S., Vandendriessche M., Calster A. V. / Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1980. Vol. 13. № 12. P. 1323–1327.
5. Abe O., Taketa Y., Haradome M. / Electrical Engineering in Japan. 1990. Vol. 110. № 1. P. 21–30.
6. Chitale S. M., Vest R. W. / IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology. 1988. Vol. 11. № 4. P. 604–610.
7. Matusiak T., Dabrowski A., Golonka L. / Circuit World. 2021. Vol. 47. № 2. P. 138–145.
8. Mercha A., Feyaerts R., Vandamme L. K. J. / International Journal of Electronics. 2001. Vol. 88. № 3. P. 315–319.
9. Kolek A., Stadler A. W., Zawiślak Z. / Noise and Fluctuations: 20th International Conference on Noise and Fluctuations (ICNF-2009). 2009. Vol. 1129. № 1. С. 157–160.
10. Dietrich S. / 32nd International Spring Seminar on Electronics Technology. – Brno, 2009. P. 1–6.
11. Walter D., Bulau A., Zimmermann A. / Sensors. 2023. Vol. 223. № 3. P. 1–29.
12. Beev N. / IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC). – Ottawa, 2022. P. 1–6.
13. Rocak D. / Microelectronics Reliability. 2001. Vol. 41. № 4. P. 531–542.
14. Якимов А. В. Введение в физику шумов: учебное пособие. – Нижний Новгород: ННГУ им. Н. И. Лобачевского, 2022.
15. Сокурено В. А., Сахаров Ю. В., Армуцев С. А. / Прикладная физика. 2024. № 3. С. 20–26.

PACS: 07.50.Hp

Study of the influence of the resistance value of thick-film resistive components on the power of low-frequency noise

V. A. Sokurenko*, Yu. V. Sakharov and S. A. Artishchev

Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, Tomsk, 634050 Russia

* E-mail: sokurenko.sl.08@mail.ru

Received 14.01.2025; revised 4.03.2025; accepted 7.04.2025

The article presents the results of a study of the spectral characteristics of the low-frequency noise power from the resistance of resistors manufactured using thick-film technology by the printer printing method in two modes. The first, at a fixed voltage on the resistor $U = 3.6$ V and the second at a fixed current $I = 7.8$ mA. It is shown that with a decrease in the width of the resistive film, the resistance fluctuations and the mean square value of the low-frequency noise power change according to a quadratic law, based on the obtained characteristics of the spectral density of the low-frequency noise power. In this case, the mean square amplitude value of the noise power increases at a fixed current and decreases at a fixed voltage. From a scientific point of view, an important result has been obtained, which in the future can be used in the study of electrical conductivity mechanisms and the assessment of electrophysical parameters of resistive components, including the analysis of the reliability of resistive components based on low-frequency noise.

Keywords: low frequency noise; low frequency noise power; resistance fluctuations; carbon resistor; printer printing; thick film technology.

REFERENCES

1. Trufanova N. S., Ragimov E. R., Artishchev S. A. and Loshchilov A. G., Nanotechnology: development, application, № 4, 37–44 (2022) [in Russian].
2. Bulgakov O. M., Bulletin of the Voronezh Institute of the Ministry of Internal Affairs of Russia, № 3, 177–145 (2012) [in Russian].

3. Jia X. and He L., AIP Advances **11** (4), 1–7 (2021).
4. Demolder S., Vandendriessche M. and Calster A. V., Journal of Physics E: Scientific Instruments **13** (22), 1323–1327 (1980).
5. Abe O., Taketa Y. and Haradome M., Electrical Engineering in Japan **110** (1), 21–30 (1990).
6. Chitale S. M. and Vest R. W., IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology **110** (4), 604–610 (1988).
7. Matusiak T., Dabrowski A. and Golonka L., Circuit World **47** (2), 138–145 (2021).
8. Mercha A., Feyaerts R. and Vandamme L. K. J., International Journal of Electronics **88** (3), 315–319 (2001).
9. Kolek A., Stadler A. W. and Zawislak Z., Noise and Fluctuations: 20th International Conference on Noise and Fluctuations (ICNF-2009), **1129** (1), 157–160 (2009).
10. Dietrich S., 32nd International Spring Seminar on Electronics Technology, 1–6 (2009).
11. Walter D., Bulau A. and Zimmermann A., Sensors, **223** (3), 1–29 (2023).
12. Beev N., IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC). Ottawa, 2022, pp. 1–6.
13. Rocak D., Microelectronics Reliability **41** (4), 531–542 (2001).
14. Yakimov A. V. Introduction to noise physics: a tutorial. Nizhny Novgorod: Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, 2022 [in Russian].
15. Sokurenko V. A., Sakharov Yu. V. and Artishchev S. A., Applied Physics, № 3, 20–26 (2024) [in Russian].

Об авторах

Сокурено Вячеслав Артурович, аспирант, младший научный сотрудник, Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (634050, Россия, г. Томск, просп. Ленина, д. 40). E-mail: sokurenko.sl.08@mail.ru SPIN-код РИНЦ 9309-3041, Author ID 1273302

Сахаров Юрий Владимирович, профессор, д.т.н., доцент, ведущий научный сотрудник, Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (634050, Россия, г. Томск, просп. Ленина, д. 40). SPIN-код РИНЦ 1860-2935, Author ID 116404

Артищев Сергей Александрович, заведующий лабораторией, к.т.н., Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (634050, Россия, г. Томск, просп. Ленина, д. 40). SPIN-код РИНЦ 4380-4616, Author ID 663759

Влияние наносекундных импульсов напряжения на клетки модельных мембран млекопитающих

© Е. А. Шершунова^{1,*}, С. И. Мошкунов¹, С. В. Небогаткин¹, К. И. Романов¹,
В. В. Воеводин¹, А. А. Рябинин², О. С. Роговая², Е. А. Воротеляк², В. В. Мищенко³,
А. И. Крюков³, М. М. Ильин⁴

¹ Институт электрофизики и электроэнергетики РАН, Санкт-Петербург, 191186 Россия
* E-mail: eshershunova@ieeras.ru

² Институт биологии развития им. Н. К. Кольцова Российской академии наук, Москва, 119334 Россия

³ Научно-исследовательский клинический институт оториноларингологии им. Л. И. Свержевского,
Москва, 117152 Россия

⁴ Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова Российской академии наук,
Москва, 119334 Россия

Статья поступила в редакцию 5.02.2025; после доработки 11.04.2025; принята к публикации 2.06.2025
Шифр научной специальности: 1.3.13

Приведены результаты экспериментов по воздействию на клетки модельных биологических мембран уха млекопитающих наносекундными импульсами напряжения различной амплитуды. Описана оригинальная импульсная электрофизическая установка для транспорта отрицательных молекул лекарственных препаратов через биологические мембраны. На основании полученных данных определен диапазон параметров электрического воздействия на жизнеспособность клеток и эффективность транспорта дексаметазона через модель мембраны уха млекопитающих.

Ключевые слова: наносекундные импульсы; электропорация; ионофорез; электрофизическая установка; биологические мембраны; круглое окно внутреннего уха; транспорт лекарств.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-81-87

Введение

Человеческое ухо – высокочувствительный орган, который обрабатывает звуки в диапазоне от 20 Гц до 20 кГц и различает громкость от 0 до 120 дБ. Максимальная чувствительность приходится на диапазон 1000–4000 Гц, что важно для восприятия речи [1]. Анатомически ухо делится на наружное, среднее и внутреннее, и каждая часть выполняет свои функции. Наружное ухо защищает слуховой проход, среднее ухо с помощью слуховых косточек усиливает звуковые колебания, а внутреннее – преобразует их в нервные импульсы благодаря волосковым клеткам улитки, организованным тонотопически [2, 3].

Потеря слуха – третье по распространенности хроническое заболевание у пожилых людей после гипертонии и артрита [4]. Причины включают возраст, шумовые нагрузки и инфекции. Выделяют два типа потери слуха: кондуктивную, связанную с механическими нарушениями наружного или среднего уха, и нейросенсорную, вызванную повреждением волосковых клеток улитки. Кондуктивные нарушения часто поддаются хирургическому лечению, тогда как нейросенсорные, включая пресбиакузис, требуют слуховых аппаратов или кохлеарной имплантации [5, 6].

Традиционные методы доставки лекарств, такие как пероральный, внутривенный и интралабиринтный ограничены низкой эф-

эффективностью и побочными эффектами со стороны разных органов, а инtratимпанальный подразумевает доставку лекарств механически во внутреннее ухо, что связано с высокими рисками, включая инфекции и стойкие повреждения тканей [7–13]. Для эффективной и безопасной доставки требуется разработка инновационного подхода, одним из которых может стать сочетанное электропоративно-ионофоретическое интраоперационное воздействие на мембраны внутреннего уха. Такой подход подразумевает использование постоянного тока для транспорта заряженных молекул через барьеры [14] и электрических импульсов для создания пор в мембранах клеток, путей для проникновения веществ [15], и тем самым может открыть новые возможности в лечении заболеваний, затрагивающих слуховую и вестибулярную системы. Правильный выбор параметров электрических импульсов, таких как амплитуда, частота и длительность, имеет ключевое значение для успешного применения этих технологий. В предыдущих работах на примере модельных мембран уха млекопитающих нами был установлен предельный постоянный ток смещения и влияние импульсов субмикросекундной и миллисекундной длительности на жизнеспособность клеток [16]. В этой работе внимание уделяется влиянию импульсов короткой наносекундной длительности, их амплитуды и частоты на жизнеспособность клеток мембран и эффективность прохождения дексаметазона, для чего были созданы специальные экспериментальные установки и проведен ряд экспериментов.

Электродная ячейка

Мембраны подвергались импульсной обработке, находясь в специальной электродной ячейке, разработанной ранее и описанной подробно в работах [14, 17]. Ячейка изготовлена из биосовместимого АБС-пластика на 3D-принтере и состоит из двух частей, каждый из которых заканчивается AgCl-электродом. Нижняя часть ячейки заполняется буфером. Сверху находится мембрана, поверх которой наносится лекарственный препарат, в качестве которого использовался раствор дексаметазона 4 мг/мл. Сверху мембрана имеет

непосредственный контакт с электродом, снизу – с буфером [18].

В качестве биологических мембран в работе использовались модельные мембраны круглого окна (ММКО) млекопитающих [16, 17, 19], выращенные в ИБР РАН. Модельные мембраны представляли собой слои клеток, фибробластов и кератиноцитов на коллагеновой основе. Полученные профили образцов ММКО позволяют говорить о средней толщине ММКО 200 ± 100 мкм.

Экспериментальные установки

Для исследования влияния наносекундных импульсов на биологические мембраны были собраны две экспериментальные установки.

Первая подразумевала использование разработанного в ИЭЭ РАН ранее генератора высоковольтных импульсов ГВИ [20, 21]. Генератор может формировать на нагрузке прямоугольные импульсы положительной полярности амплитудой до 6 кВ частотой от единиц герц до 3 килогерц длительностью от сотен наносекунд до миллисекунд.

Вторая в качестве источника импульсов подразумевала использование специально разработанного генератора отрицательных наносекундных импульсов со смещением ГОИС-300-1, блок-схема которого показана на рисунке 1а. Как видно из рисунка 1а, устройство работает от сети переменного напряжения 220 В, 50 Гц, формирует на нагрузке, которой служит электродная ячейка (ЭЯ) с модельной мембраной, наносекундные импульсы напряжения с постоянным смещением относительно нуля.

Амплитуда импульсов для электропорации определяется одним источником, а предельное значение постоянного тока для ионофореза – другим. Благодаря короткому управляющему импульсу и правильно подобранному коммутирующему элементу удалось достичь длительности импульсов ~ 300 нс. Отрицательный источник постоянного напряжения до 50 В (ОИП) в купе с балластным резистором R_b формируют отрицательный источник тока и определяют ток смещения через нагрузку ОИПТ. Для сохранения жизнеспособности клеток модельных мембран на основании проведенных ранее исследований был

выбран предельный ток смещения 1 мА [16, 17]. Амплитуду импульсов на нагрузке определяет импульсный отрицательный источник постоянного напряжения (ОИПН), собранный по схеме Кука. Длительность импульса устанавливается системой управления (СУ), которая подает управляющие импульсы длительностью 170 нс на затвор высоковольтного ключа (ВК).

Устройство имеет обратную связь, что позволяет управлять величиной тока смещения и амплитудой выходных импульсов с панели управления (ПУ). На лицевой панели отображаются длительность импульсов и их частота следования (рис. 1б), а на задней стороне корпуса предусмотрен заземляющий выход.

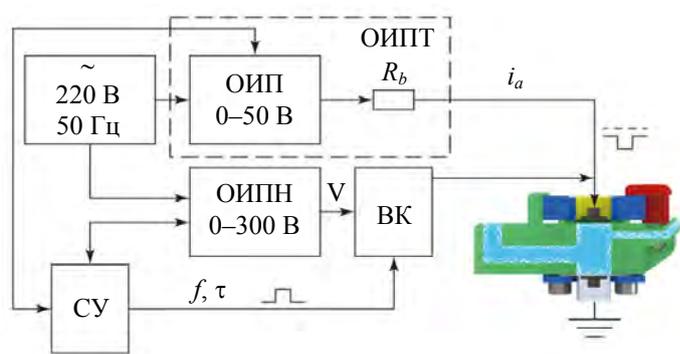


Рис. 1. ГОИС-300-1: а) – принцип формирования наносекундных импульсов напряжения со смещением и подключение к ячейке; б) – передняя панель устройства

Методы диагностики

Регистрация напряжения и тока через ячейку проводилась с помощью цифрового осциллографа Rigol MSO8104. Напряжение на выходе генератора измерялось через высоковольтный пробник UNI-T UT-P20, а ток через ячейку определялся по падению напряжения на резистивном шунте 500 Ом. Падение напряжения на шунте ослаблялось пробником Rigol RP 3500A и подавалось на осциллограф. Падение напряжения на ячейке рассчитывалось как разница между напряжением генератора и шунта.

Типичная осциллограмма напряжения и тока на ячейке при использовании устройства ГОИС-300-1, показана на рисунке 2а. На ячейке формируется отрицательный импульс напряжения длительностью 300 нс по полувысоте, амплитудой -250 В, импульсный ток при этом достигает значения -60 мА.

Осциллограммы напряжения на электродах ячейки и тока через образец при подаче напряжения от генератора ГВИ показана на рисунке 2б.

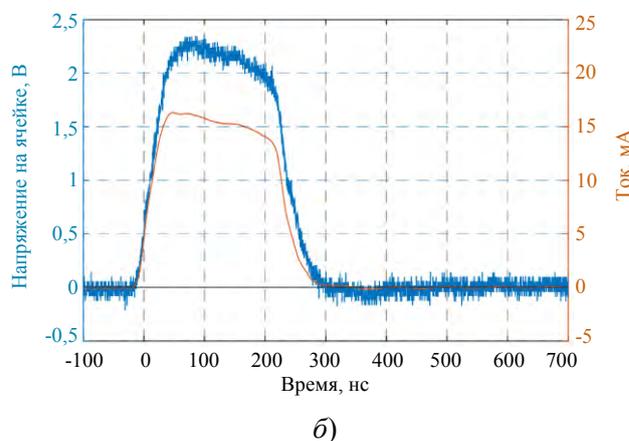
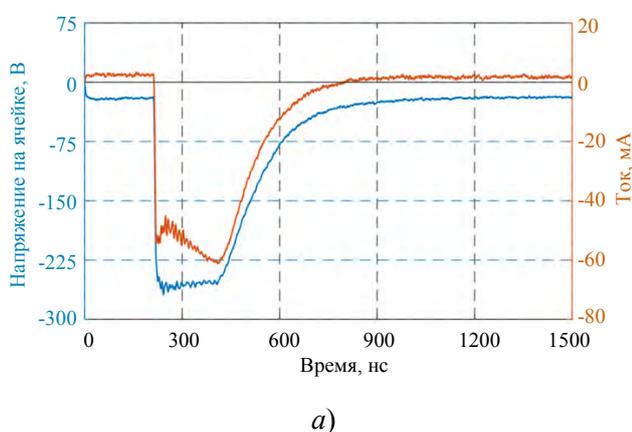


Рис. 2. Типичные осциллограммы напряжения и тока на ячейке при использовании: а) – ГОИС-300-1; б) – генератора высоковольтных импульсов

Оценка жизнеспособности клеток ММКО проводилась в ИБР РАН с использованием витального окрашивания кальцеином зеленым, пропидий йодидом и с использованием резазуриновой реакции [22–24].

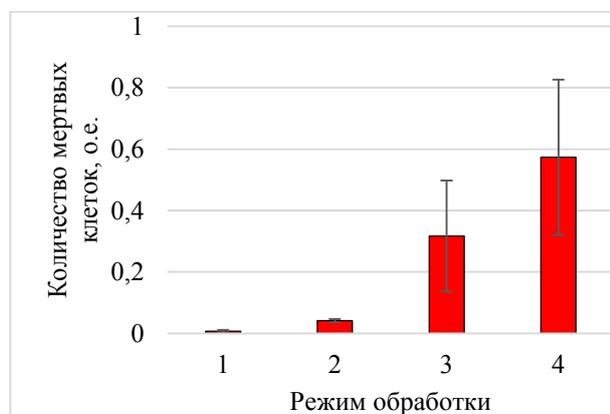
Метод окрашивания кальцеином зеленым основан на действии внутриклеточных эстераз, которые присутствуют исключительно в живых клетках и расщепляют данный краситель, в результате чего он начинает флуоресцировать в зеленой области спектра, в то время как в погибших клетках свечение не обнаруживается. Окраска пропидием йодидом позволяет получить информацию о мертвых клетках. На основании количества окрашенных ядер судят о жизнеспособности клеток. Резазурином прокрашивают клетки и практически не флуоресцентен. При попадании в клетки резазурином восстанавливается до резорфина благодаря активности клеточных окислительно-восстановительных ферментов. Данная реакция сопровождается изменением цвета от синего индиго до яркого флуоресцентного красного, который диффундирует из клеток в культуральную среду. Жизнеспособ-

ные клетки непрерывно превращают резазурином в резорфин, тем самым генерируя количественную меру жизнеспособности клеток.

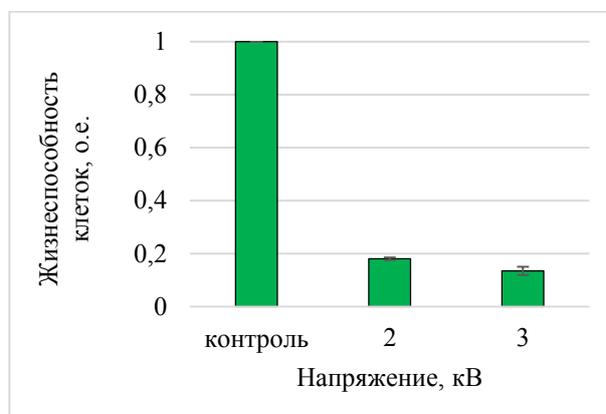
Эффективность доставки дексаметазона оценивалась в пробах, отобранных после эксперимента в нижней части ячейки, с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии в ИНЭОС РАН. Сравнение хроматограммы эталонного образца дексаметазона с образцом пробы позволило получить показатели проникновения дексаметазона через образцы ММКО.

Результаты экспериментов

На рисунке 3 представлены результаты теста на жизнеспособность клеток ММКО, полученные на разных установках. Результаты влияния амплитуды импульсов и тока смещения на количество мертвых клеток для установки с генератором ГОИС-300-1 представлены на рисунке 3а. Рисунок 3б отображает влияние импульсов высокого напряжения амплитудой 2 и 3 кВ от генератора ГВИ на жизнеспособность клеток.



а)



б)

Рис. 3. Результаты экспериментов (а – количество мертвых клеток при различных режимах обработки ГОИС-300-1: 1) контроль, 2) 0,6 мА (dc) + 150 мА (pulse), 3) 0,6 мА (dc) + 450 мА (pulse), 4) 1 мА (dc) + 150 мА (pulse); б – жизнеспособность при воздействии генератором высоковольтных импульсов)

Как видно из диаграммы на рисунке 3а, количество мертвых клеток растет с увеличением, как постоянного тока, так и импульсного. Но, худшая ситуация наблюдается при постоянном токе 1 мА, что также было получено и в прежних работах [16, 17]. При увеличении постоянного тока с 0,6 мА до 1 мА с применением коротких импульсов длительностью

300 нс количество мертвых клеток возрастает более чем в два раза.

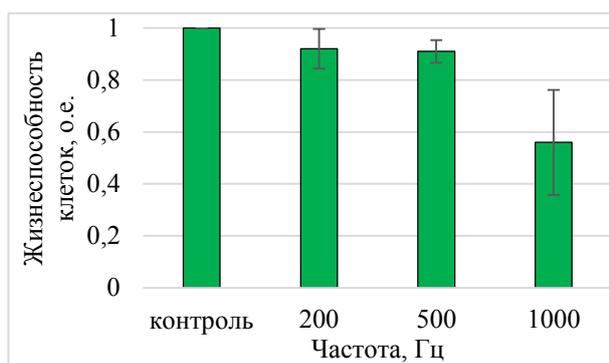
В результате импульсного высоковольтного воздействия на мембраны от ГВИ величина импульсного тока через ММКО составляет единицы ампер. Эти условия привели к почти полной гибели клеток ММКО (рис. 3а). После такого сильного воздействия лишь 15 %

клеток удалось сохранить жизнеспособными. Однако такие условия способствовали усиленному транспорту дексаметазона. По данным хроматографии, концентрация дексаметазона составила 3–5 % после десятиминутного воздействия ГВИ, что на порядок больше нежели, чем при использовании ГОИС при максимально допустимом постоянном и импульсном токе.

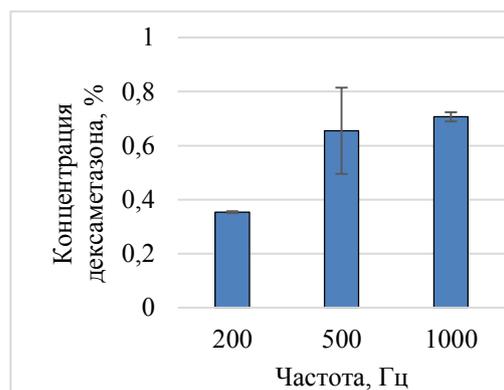
Второй эксперимент заключался в оценке влияния частоты импульсов в диапазоне от 200 Гц до 1 кГц на жизнеспособность образцов ММКО и эффективность транспорта дексаметазона с использованием устройства ГОИС-300-1. Был зафиксирован ток смещения в 1 мА и амплитуда импульсов напряжения – 300 В, которая соответствовала току 400 мА. Каждый образец находился под действием поля в течение 8 минут 30 секунд, что позволяло

перенести через него заряд около 500 мКл. Жизнеспособность клеток определялась с помощью резазуриновой реакции. Результаты, представленные на рисунке 4а, показывают, что количество живых клеток снижается с увеличением частоты: при 200 Гц наблюдается уменьшение на 10 %, а при 1 кГц – уже более чем на 40 %.

Также была замечена тенденция к увеличению концентрации дексаметазона с ростом частоты повторения импульсов. При частоте 200 Гц концентрация составляла 0,4 %, а при 500 Гц удвоилась (рис. 4б). Примечательно, что при увеличении частоты с 500 Гц до 1 кГц концентрация практически не изменилась, несмотря на значительное снижение жизнеспособности клеток. Это указывает на нецелесообразность использования такой высокой частоты для транспортировки лекарств через ММКО.



а)



б)

Рис. 4. Результаты экспериментов (а – жизнеспособность клеток от частоты, б – прохождение дексаметазона через ММКО от частоты)

Заключение

В ходе экспериментов по наносекундно-му воздействию на клетки ММКО установлено, что напряжение, ток и частота импульсов существенно влияют на эффективность транспорта дексаметазона. Увеличение этих параметров приводит к росту количества мертвых клеток, особенно при использовании импульсов с амплитудой напряжения в несколько киловольт и частотой выше 500 Гц, что может привести к гибели 80–90 % клеток. Клетки сохраняют жизнеспособность при импульсном напряжении до 300 В, импульсном токе до 400 мА и частоте 100–300 Гц с током смещения не более 1 мА в течение 10 минут.

Эффективность транспорта дексаметазона значительно возрастает с увеличением напряжения на ячейке, но десятикратное увеличение концентрации возможно только при почти полной гибели клеток. Оптимальные условия, сохраняющие не менее 70 % клеток ММКО, приводит к незначительному увеличению эффективности транспорта дексаметазона с 0,3–0,5 % до 1–1,5 %.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ (FFGR-2022-0007) и Московского центра инновационных технологий в здравоохранении, Соглашение № 2012-1/22.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шакулёнок Д. А. / Интеллектуальные ресурсы региональному развитию. 2020. № 1. С. 130–134.
2. Yueh B. et al. / Jama. 2003. Vol. 289. № 15. P. 1976–1985.
3. Бреусова В. С. / Фундаментальная и прикладная наука: сборник научных трудов по материалам XVIII Международной научно-практической конференции. – Анапа, 2024. С. 34–38.
4. McBride W. S. et al. / The American journal of the medical sciences. 1994. Vol. 307. № 1. P. 40–42.
5. Lichtenstein M. J., Bess F. H., Logan S. A. / Jama. 1988. Vol. 259. № 19. P. 2875–2878.
6. Пальчун В. Т., Гусева А. Л. / Consilium Medicum. 2016. Vol. 18. № 3. P. 107–116.
7. Егорова А. С. / Вестник Российского университета дружбы народов. Серия: Медицина. 2013. № 3. С. 100–105.
8. Ипатова О. М. и др. / Биомедицинская химия. 2010. Т. 56. № 1. С. 101–119.
9. Сумухо М. И. / Вестник неотложной и восстановительной медицины. 2015. Т. 16. № 1–2. С. 28–35.
10. Silverstein H. / Ear, nose & throat journal. 1999. Vol. 78. № 8. P. 595–600.
11. Ayooob A. M., Borenstein J. T. / Expert opinion on drug delivery. 2015. Vol. 12. № 3. P. 465–479.
12. Morales-Luckie E. et al. / Otology & Neurotology. 2005. Vol. 26. № 5. P. 1022–1026.
13. Щербаков Д. А. и др. / Вестник оториноларингологии. 2018. Т. 83. № 5. С. 17–20.
14. Mudry B., Guy R. H., Delgado-Charro M. B. Enhancement in Drug Delivery, 2006.
15. Puc M. et al. / Bioelectrochemistry. 2004. Vol. 64. № 2. P. 113–124.
16. Воеводин В. В. и др. / Прикладная физика. 2024. № 2. С. 96–102.
17. Shershunova E. A. et al. / Proceedings of 9th international Congress on energy fluxes and radiation effects: EFRE–2024 Congress Proceedings. – Tomsk, 2024. P. 341–346.
18. Крюков А. И. и др. Электродная ячейка для тестовых экспериментов по активному транспорту лекарственных препаратов через биомембраны. Патент на полезную модель № 221521 U1 (РФ). 2023.
19. Goycoolea M. V., Lundman L. / Microsc. Res. Tech. 1997. Vol. 36. № 3. P. 201–211.
20. Мошкунев С. И., Хомич В. Ю., Шершунова Е. А. / Письма в Журнал технической физики. 2019. Т. 45. № 3. С. 34–36.
21. Moshkunov S. I., Podguyko N. A., Shershunova E. A. / Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 1115. № 2. P. 022032.
22. Роговая О. С. и др. / Вестник Российского государственного медицинского университета. 2023. № 1. С. 32–40.
23. Афанасьева А. Н. и др. / Лабораторные животные для научных исследований. 2021. № 2. С. 16–24.
24. Шершунова Е. А. и др. / Письма в Журнал технической физики. 2021. Т. 47. № 13. С. 24–27.

PACS: 84.70.+p, 87.16.Dg

Effect of nanosecond voltage pulses on mammalian model membrane cells

E. A. Shershunova^{1,*}, S. I. Moshkunov¹, S. V. Nebogatkin¹, K. I. Romanov¹, V. V. Voevodin¹, A. A. Riabinin², O. S. Rogovaya², E. A. Vorotelyak², V. V. Mishchenko³, A. I. Kryukov³ and M. M. Ilyin⁴

¹ Institute for Electrophysics and Electric Power RAS, St.-Petersburg, 191186 Russia

* E-mail: eshershunova@ieeras.ru

² Federal State Budgetary Institution of Science Institute of Developmental Biology named after N. K. Koltsov Russian Academy of Sciences, Moscow, 119334 Russia

³ State budgetary healthcare institution “Research Clinical Institute of Otorhinolaryngology named after L. I. Sverzhhevsky”, Moscow, 123007 Russia

⁴ A. N. Nesmeyanov Institute of Element-Organic Compounds, Moscow, 119334 Russia

Received 5.02.2025; revised 11.04.2025; accepted 2.06.2025

This paper presents the experimental results touching upon effect of nanosecond voltage pulses of various amplitudes on cells of model biological membranes of the mammalian ear. An original pulsed electrophysical setup for the transport of negative molecules of drugs through biological membranes is described. Based on the data obtained, Based on the obtained data, the range of electrical parameters to effect on cell viability and the efficiency of dexamethasone transport through the mammalian ear membrane model was determined.

Keywords: nanosecond pulses; electroporation; iontophoresis; electrophysical setup; biological membranes; round window of the inner ear; drug transport.

REFERENCES

1. Shakulenko D. A., *Intellect. Resour. Reg. Dev.* № 1, 130–134 (2020) [in Russian].
2. Yueh B. et al., *Jama* **289** (15), 1976–1985 (2003).
3. Breusova V. S. *Fundam. Prikl. Nauka. Proc. XVIII Int. Sci.-Pract. Conf. Anapa, 2024*, pp. 34–38 [in Russian].
4. McBride W. S. et al., *Am. J. Med. Sci.* **307** (1), 40–42 (1994).
5. Lichtenstein M. J. et al., *Jama* **259** (19), 2875–2878 (1988).
6. Palchun V. T. and Guseva A. L., *Consilium Medicum* **18** (3), 107–116 (2016) [in Russian].
7. Egorova A. S., *Vestn. Ross. Univ. Druzhby Narodov. Ser. Med.* № 3, 100–105 (2013) [in Russian].
8. Ipatova O. M. et al., *Biomed. Khim.* **56** (1), 101–119 (2010) [in Russian].
9. Sityukho M. I., *Vestn. Neotlozh. Vosstan. Med.* **16** (1–2), 28–35 (2015) [in Russian].
10. Silverstein H., *Ear Nose Throat J.* **78** (8), 595–600 (1999).
11. Ayoob A. M. and Borenstein J. T., *Expert Opin. Drug Deliv.* **12** (3), 465–479 (2015).
12. Morales-Luckie E. et al., *Otol. Neurotol.* **26** (5), 1022–1026 (2005).
13. Shcherbakov D. A. et al., *Vestn. Otorinolaringol.* **83** (5), 17–20 (2018) [in Russian].
14. Mudry B., Guy R. H. and Delgado-Charro M. B. *Enhancement in Drug Delivery*, 2006.
15. Puc M. et al., *Bioelectrochemistry* **64** (2), 113–124 (2004).
16. Voivodin V. V. et al. *Applied Physics*, № 2, 96–102 (2024) [in Russian].
17. Shershunova E. A. et al. *Proc. 9th Int. Congr. on Energy Fluxes and Radiation Effects, EFRE–2024, Tomsk, 16–21 Sept. 2024, Tomsk, 2024*, pp. 341–346.
18. Kryukov A. I. et al. *Electrode cell for experimental studies of active drug transport through biomembranes. Patent for utility model № 221521 U1 (RF)*. 2023.
19. Goycoolea M. V. and Lundman L., *Microsc. Res. Tech.* **36** (3), 201–211 (1997).
20. Moshkunov S. I., Khomich V. Y. and Shershunova E. A., *Pis'ma Zh. Tekh. Fiz.* **45** (3), 34–36 (2019) [in Russian].
21. Moshkunov S. I., Podguyko N. A. and Shershunova E. A., *J. Phys.: Conf. Ser.* **1115** (2), 022032 (2018).
22. Rogovaya O. S. et al., *Vestn. Ross. Gos. Med. Univ.* № 1, 32–40 (2023) [in Russian].
23. Afanas'eva A. N. et al., *Lab. Zhivotnye Dlya Nauchn. Issled.*, № 2, 16–24 (2021) [in Russian].
24. Shershunova E. A. et al., *Pis'ma Zh. Tekh. Fiz.* **47** (13), 24–27 (2021) [in Russian].

Об авторах

Шершунова Екатерина Александровна, заведующая лабораторией мощной импульсной техники, к.т.н., Институт электрофизики и электроэнергетики РАН (Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая наб., д. 18). E-mail: eshershunova@ieeras.ru SPIN-код РИНЦ 1314-5887, Author ID 630856

Мошкунов Сергей Игоревич, руководитель научного направления «Импульсная техника и электрофизика», д.т.н., чл.-корр. РАН, Институт электрофизики и электроэнергетики РАН (Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая наб., д. 18). E-mail: serg-moshkunov@yandex.ru SPIN-код РИНЦ 4103-8401, Author ID 161510

Небогаткин Сергей Владиславович, заведующий лабораторией прикладной электрофизики, к.т.н., Институт электрофизики и электроэнергетики РАН (Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая наб., д. 18). E-mail: snebogatkina@mail.ru SPIN-код РИНЦ 8374-9520, Author ID 172235

Романов Кирилл Ильич, инженер, Институт электрофизики и электроэнергетики РАН (Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая наб., д. 18). E-mail: kirromanov@ieeras.ru SPIN-код РИНЦ 2258-4044, Author ID 1123274

Воеводин Вадим Вадимович, старший научный сотрудник, к.т.н., Институт электрофизики и электроэнергетики РАН (Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая наб., д. 18). E-mail: voyevodinvv@gmail.com SPIN-код РИНЦ 1049-1177, Author ID 1013023

Рябинин Андрей Александрович, инженер-исследователь, Институт биологии развития им. Н. К. Кольцова Российской академии наук (Россия, 119334, Москва, ул. Вавилова, д. 26). E-mail: andrey951233@mail.ru SPIN-код РИНЦ 8597-2537, Author ID 1196898

Роговая Ольга Сергеевна, старший научный сотрудник, к.б.н., Институт биологии развития им. Н. К. Кольцова Российской академии наук (Россия, 119334, Москва, ул. Вавилова, д. 26). E-mail: ogovaya26f@gmail.com SPIN-код РИНЦ 1441-8532, Author ID 110849

Воротеляк Екатерина Андреевна, заведующая лабораторией клеточной биологии, д.б.н., чл.-корр. РАН, Институт биологии развития им. Н. К. Кольцова Российской академии наук (Россия, 119334, Москва, ул. Вавилова, д. 26). E-mail: orotelyak@yandex.ru SPIN-код РИНЦ 2310-9118, Author ID 88885

Мищенко Валерий Владимирович, старший научный сотрудник, к.м.н., Научно-исследовательский клинический институт оториноларингологии им. Л. И. Свержевского (Россия, 117152, Москва, Загородное шоссе, 18А, стр. 2). E-mail: lfgr1@rambler.ru Author ID 805101

Крюков Андрей Иванович, директор, д.м.н., чл.-корр. РАН, Научно-исследовательский клинический институт оториноларингологии им. Л. И. Свержевского (Россия, 117152, Москва, Загородное шоссе, 18А, стр. 2). E-mail: pikio@zdrav.mos.ru SPIN-код РИНЦ 9393-8753, Author ID 660935

Ильин Михаил Михайлович, научный сотрудник, к.х.н., Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова Российской академии наук (Россия, 119334, Москва, ул. Вавилова, д. 28). E-mail: kotosok1978@yahoo.com SPIN-код РИНЦ 1272-5840, Author ID 132161

УДК 533.9.07: 621.373.4
EDN: DZMQRE

PACS: 87.50.S-

Влияние времени воздействия СВЧ-излучения на микробную деконтаминацию и потребительские свойства какао-порошка© Н. А. Васильева, В. Н. Тихонов, Н. А. Фролова, О. А. Губина*, И. А. Иванов,
С. А. Горбатов, А. В. Тихонов

НИИ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ, г. Обнинск, Калужская область, 249035 Россия

* E-mail: olgubina@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 28.01.2025; после доработки 4.03.2025; принята к публикации 2.06.2025
Шифр научной специальности: 1.3.2

Проведены исследования по воздействию микроволнового излучения на какао-порошок с целью антимикробной обработки продукта. Показано, что при удельной мощности 0,15 кВт/кг на частоте 2,45 ГГц достаточно 20 мин экспозиции СВЧ для подавления роста плесневых грибов и дрожжей, но недостаточно для полной инактивации бактериальных спор. Данный вид обработки можно рекомендовать для деконтаминации какао-порошка с преимущественным загрязнением плесневыми грибами.

Ключевые слова: микроволновое излучение; СВЧ-технологии; какао-порошок; деконтаминация; плесневые грибы; споры бактерий.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-3-88-94

Введение

Современные тенденции развития технологических процессов термообработки пищевых продуктов и материалов направлены на использование в качестве источника тепла энергии микроволнового излучения. Это позволяет улучшить технические, микробиологические и органолептические характеристики обрабатываемых материалов за счёт объёмного и равномерного нагрева, а также повысить показатели самих технологических процессов, характеризующихся экологической чистотой, отсутствием тепловой инерции и высоким коэффициентом полезного действия [1].

Нагрев пищевых продуктов в электромагнитном поле отличается от обычного нагрева, так как теплота возникает в самих объектах нагрева при их взаимодействии с электромагнитным полем. СВЧ-нагрев имеет ряд преимуществ перед традиционными методами термической обработки, основными из которых является высокая скорость нагрева, высокая экономичность процесса, технологичность.

Какао-порошок – это оболочка (шелуха) какао-боба, порошок из какао-порошка обычно более ароматный, горький и вязкий, чем из какао-боба. Также в нём больше углеводов, клетчатки, целлюлозы и крахмала, а содержание жиров и белков существенно ниже. В основном этот продукт применяют на кондитерских фабриках, где им заменяют какао-порошок (либо используют смесь) при производстве шоколада, конфет, глазури и других изделий.

Как любой другой растительный продукт, употребляемый непосредственно в пищу, какао-порошок нельзя подвергать обработке химическими веществами. Поэтому для антимикробной обработки подходят только физические методы, такие как термическая, микроволновая и радиационная обработка. Радиационная стерилизация – довольно дорогостоящая технологическая операция, экономически выгодная только для больших объёмов продукции. Альтернативой ей может служить применение СВЧ-излучения, которое обеспечивает быстрый разогрев до температу-

ры, необходимой для инактивации вегетативных форм бактерий и плесневых грибов.

В качестве базового оборудования для использования микроволнового метода воздействия в производственных условиях могут

применяться микроволновые установки для сушки высокодисперсных продуктов МУС-А (рис. 1а) и МУС-В, разработанные НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ [2] и производимые ООО НПП «АгроЭкоТех» [3].



Рис. 1. а) – установка МУС-А; б) – экспериментальный стенд

Это установки циклического действия, они имеют объём рабочей камеры, оснащённой поворотной платформой, близкий к 1 м³ и мощность СВЧ-излучения порядка 3 кВт. В модификации МУС-В (с водяным охлаждением магнетронов) микроволновая мощность может быть увеличена до 6 кВт.

На поворотной платформе установки диаметром около 1 метра могут быть размещены вертикально два крафт-мешка объёмом 25 л, в которых помещается по 20 кг порошка какаоеллы в каждом. В случае вводимой микроволновой мощности 6 кВт, жёсткость режима воздействия (удельная мощность) составит:

$$P_{уд} = 6 \text{ кВт} / 40 \text{ кг} = 0,15 \text{ кВт/кг},$$

где $P_{уд}$ – средняя удельная мощность поглощаемой полезной нагрузкой энергии микроволнового излучения, величину которой принято называть жёсткостью режима микроволнового воздействия. При $P_{уд} > 1 \text{ кВт/кг}$ режим воздействия считается жёстким, при $P_{уд} < 1 \text{ кВт/кг}$ – мягким.

Цель настоящей работы – разработка и обоснование эффективных режимов термического воздействия СВЧ-излучения на порошок какаоеллы, обеспечивающих его микробиологическую безопасность и сохранность потребительских свойств.

Приборы и методы

Для моделирования условий протекания технологического процесса в реальных произ-

водственных условиях был смонтирован экспериментальный стенд на базе корпуса бытовой микроволновой печи «Panasonic» и магнетронного генератора регулируемой мощности диапазона 2,45 ГГц (рис. 1б) [4].

Мощность магнетронного генератора была установлена на уровне 300 Вт. На поворотной платформе микроволновой печи размещались вертикально два открытых крафт-пакета ёмкостью 2 л, в каждый из которых помещали по 1 кг порошка какаоеллы. Соответственно, жёсткость режима составила 0,15 кВт/кг.

Для изучения эффекта СВЧ-излучения были проведены эксперименты с обработкой образцов какаоеллы в течение 10, 15, 20 и 25 минут. Контроль температуры по окончании воздействия осуществляли в одном из двух аналогичных пакетов с помощью цифрового мультиметра модели UT50D с термопарой типа К (хромель-алюмель) производства Uni-Trend Technology, Китай. Отбор проб для анализа производили из другого пакета в асептических условиях во избежание контаминации микроорганизмами. Достигнутые температуры для каждого из вариантов времени экспозиции составили 82–86 °С, 102–106 °С, 110–115 °С и 123–127 °С соответственно.

Микробиологическое исследование образцов какаоеллы осуществляли до и после воздействия микроволновой энергией для проверки на соответствие требованиям Технического регламента Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции» [5].

Контроль изменения цветности водных вытяжек порошка какаоеллы проводили согласно ОФС.1.2.1.0002 [6], щелочных вытяжек – согласно МУК 4.1.1698-03 на спектрофотометре СФ-2000 (Россия) [7]. Органолептический анализ проводили в соответствии с ГОСТ ISO 6658-2016 «Органолептический анализ. Методология. Общее руководство» [8].

Результаты и обсуждение

Результаты испытаний образцов порошка какаоеллы на микробиологическую безопасность приведены в таблице 1.

Из представленных результатов видно, что образец какаоеллы до СВЧ-обработки не соответствует требованиям ТР ТС 021/2011 по

содержанию плесени (норматив – менее 500 КОЕ/г).

Микроволновая обработка образцов в четырёх различных временных режимах показала, что при времени экспозиции 20 и 25 мин дрожжи и плесени отсутствуют и продукт соответствует нормам ТР ТС 021/2011 (табл. 1, рис. 2). Обработка СВЧ-излучением не оказывает заметного влияния на количество мезофильных аэробных и факультативно анаэробных микроорганизмов (КМАФАнМ) (табл. 1). Это объясняется тем, что они в основном представлены спорообразующими бактериями. Для инактивации бактериальных спор необходима значительно более высокая температура, чем для вегетативных клеток бактерий и спор плесневых грибов.

Таблица 1

Микробиологические показатели порошка какаоеллы

Показатель, КОЕ/г	Время СВЧ-обработки, минуты				
	контроль	10	15	20	25
		82–86 °С	102–106 °С	110–115 °С	123–127 °С
КМАФАнМ	$5,6 \pm 1,6 \times 10^3$	$5,3 \pm 0,6 \times 10^3$	$5,2 \pm 1,2 \times 10^3$	$2,6 \pm 1,8 \times 10^3$	$1,4 \pm 0,3 \times 10^3$
БГКП	Не обнаружено	Не обнаружено	Не обнаружено	Не обнаружено	Не обнаружено
Дрожжи и плесени	Сплошной рост	$1,5 \pm 0,6 \times 10^3$	$0,2 \pm 0,1 \times 10^3$	Не обнаружено	Не обнаружено
Бактерии рода <i>Salmonella</i>	Не обнаружено	Не обнаружено	Не обнаружено	Не обнаружено	Не обнаружено
Спорообразующие бактерии	$4,4 \pm 1,0 \times 10^3$	$4,0 \pm 1,6 \times 10^3$	$3,8 \pm 0,6 \times 10^3$	$3,5 \pm 0,3 \times 10^3$	$2,5 \pm 0,3 \times 10^3$



Рис. 2. Действие микроволнового излучения на плесневые грибы: 1 – контроль; 2 – 10 мин; 3 – 15 мин; 4 – 20 мин; 5 – 25 мин экспозиции

Для характеристики процесса термической деструкции микроорганизмов введён ряд понятий. Время термической смерти (ВТС) – это время, необходимое для того, чтобы убить данное количество микроорганизмов при определённой температуре. В соответствии с этим показателем определяется время, необходимое для уничтожения всех микробных

клеток. Наиболее термоустойчивы бактериальные споры. У многих бактерий они способны выдерживать температуру кипения воды в течение нескольких часов. Во влажной среде споры бактерий гибнут при нагревании до 120–130 °С через 20–30 минут, а в сухом состоянии – при 160–170 °С через 1–2 часа. Термоустойчивость спор различных бактерий

неодинакова; особенно устойчивы споры термофильных бактерий. Например, время термической смерти спор *Clostridium botulinum* (150 000 спор на 1 мл) при 100 °С – 140 мин, при 120 °С – 17 мин.

Для оценки термостойкости и скорости термической гибели микроорганизмов чаще всего используют значение D, которое определяется как десятая доля времени, необходимого для деструкции 90 % их количества. Так для *Bacillus cereus* значение D для 95 °С составляет 13,8 мин. В водной среде большинство неспорообразующих бактерий, дрожжи и плесневые грибы уничтожаются при нагревании до 60 °С в течение часа, до 70 °С – в течение 10–15 мин, при кипячении (100 °С) – в течение нескольких секунд. В воздушной среде гибель этих микробов наступает при температуре 170 °С через 1–2 ч. Споры плесневых грибов и дрожжей хотя и более стойки, чем вегетативные клетки, но нагревание в водной среде до 100 °С часто вызывает их гибель [9].

Какао-вселла – продукт с низким содержанием воды ($\leq 10\%$), поэтому для инактивации микроорганизмов требуются более высокие температуры и длительная обработка. Технологический процесс переработки какао-бобов предусматривает их обжарку на начальном этапе в потоке горячего воздуха при температуре от 105 до 145 °С. Следовательно, микробная контаминация какао-вселлы в основном происходит на дальнейших стадиях технологической цепочки и, как правило, спорами бактерий и плесеней, так как вегетативные формы микроорганизмов погибают в процессе обжарки. Поэтому полностью инактивировать микроорганизмы при заданных условиях эксперимента невозможно. Дальнейшее повышение температуры и времени обработки может привести к изменению потребительских свойств продукта [10].

Для оценки влияния СВЧ-обработки на потребительские свойства продукта был проведён органолептический анализ и исследованы экстрактивные качества порошка какао-вселлы при разной длительности воздействия.

На рис. 3 представлены графики изменения оптической плотности водной и щелочной

вытяжек продукта в зависимости от времени экспозиции. При обработке образцов горячей дистиллированной водой (90 °С) установлено повышение экстрактивной способности порошка какао-вселлы с увеличением температуры и времени воздействия, что является благоприятным фактором для потребителя. При обработке какао-порошка 1 %-м водным раствором натрия гидроксида в раствор в виде натриевых солей переходят безазотистые экстрактивные вещества и пуриновые основания (теобромин, кофеин, теофиллин), отвечающие за антиоксидантные свойства, аромат и вкус продукта [7]. С увеличением времени экспозиции и, соответственно, температуры количество экстрагируемых биологически активных веществ (БАВ) уменьшается, т. е. происходит их деструкция. При максимальной интенсивности воздействия (25 мин и температуре 123–127 °С) количество БАВ уменьшается в среднем на 12–13 %, а при оптимальном режиме (20 мин и температуре 110–115 °С) всего на 7–8 %.

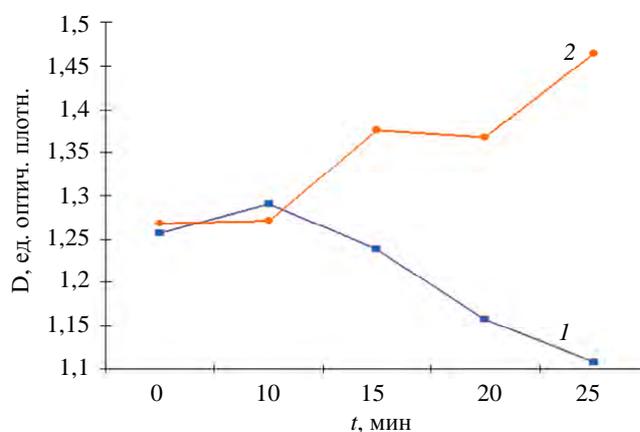


Рис. 3. Зависимость оптической плотности экстрактов порошка какао-вселлы от времени СВЧ-обработки: 1 (синий) – щелочная экстракция; 2 (оранжевый) – водная экстракция

Для оценки органолептических свойств какао-вселлы была создана комиссия из 5 испытателей. В качестве различительного теста использовали тест парного сравнения. Данный вид теста имеет преимущество над другими видами различительных тестов, которое заключается в простоте и слабо выраженной органолептической усталости. Испытателям

представляли две пробы (пару проб), одна из которых являлась контрольной. Для оценки результатов использовали балльный метод (скоринг) с использованием десятибалльной шкалы восприятия. Высший балл (10) был присвоен контрольной пробе (табл. 2).

Образец, длительность СВЧ-обработки которого составляла 10 минут, по своим органолептическим свойствам практически не от-

личался от контрольного образца. Следует отметить, что наибольшие изменения обнаруживали в порошке какаоеллы после воздействия микроволн в течение 25 мин. Его вкус и аромат приобрёл слегка горький оттенок. Тем не менее, все четыре образца соответствовали требованиям ГОСТ 34073-2017 «Какаоелла молотая. Технические условия».

Таблица 2

Органолептическая оценка какаоеллы

Показатели, баллы		Время СВЧ-обработки, мин				
		Контроль	10	15	20	25
Вкус	Напиток	10	9	8	8	6
	Порошок	10	10	7	7	6
Запах	Порошок	10	10	7	7	6
	Напиток	10	10	8	7	6

В представленной работе в качестве основного механизма обеззараживания учитывался только эффект термического нагрева продукта в результате воздействия СВЧ-излучения. Для сравнения рассмотрим результаты, которые были получены при обработке сухих специй на установке «Родник-Гамма» с 14 работающими магнетронами с частотой 2450 МГц в течение 250–300 с. Наибольший эффект в эксперименте получен в отношении дрожжей, плесени. СВЧ-обработка специй практически не влияла на органолептические свойства и содержание влаги в продукции. Показатель КМАФАнМ не опускался ниже 10^4 КОЕ/г [11]. При обработке порошка из какаоеллы в экспериментальной вакуумной СВЧ-сушилке с мощностью 1000 Вт и экспозицией 60 с, уровень КМАФАнМ также не опускался ниже 10^4 КОЕ/г, при этом отмечалось наличие плесени [12].

Заключение

Таким образом, показана технологическая целесообразность применения СВЧ-обработки порошка какаоеллы при преобладающей контаминации плесневыми грибами и дрожжами. Установка МУС-В полностью подходит для решения поставленной задачи. Оптимальным режимом является экспозиция не менее 20 минут и температура 110–115 °С.

При данном режиме продукт сохраняет все потребительские свойства (вкус, цвет, пищевую ценность) и становится микробиологически безопасным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Королёв А. А., Тюрина С. Б., Тришканева М. В. / Научный журнал НИУ ИТМО. Серия: Процессы и аппараты пищевых производств. 2019. № 3. с. 81–91. doi: 10.17586/2310-1164-2019-12-3-81-91. EDN CMIWZY
2. Санжарова Н. И., Тихонов В. Н., Тихонов А. В., Иванов И. А. Установка микроволновой сушилки высокодисперсных сыпучих продуктов. Патент на полезную модель RU 200970 U1. 2020.
3. Микроволновая Установка Сушки высокодисперсных продуктов [Электронный ресурс]. URL: <https://agroecoteh.ru/index.php/katalog/mikrovolnovaya-ustanovka-mus-a> (дата обращения: 03.03.2025).
4. Тихонов В. Н., Иванов И. А., Крюков А. Е., Тихонов А. В. / Прикладная физика. 2015. № 5. С. 102–106.
5. ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции».
6. ОФС.1.2.1.0002. Государственная фармакопея Российской Федерации Методы физического и физико-химического анализа.
7. МУК 4.1.1698-03 Методы контроля. Химические факторы.
8. ГОСТ ISO 6658-2016 Органолептический анализ. Методология. Общее руководство.
9. Джей Д. М., Лёсснер М. Д., Гольден Д. А. Современная пищевая микробиология. Пер. 7-го англ. изд. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2011.
10. ГОСТ 34073-2017 Какаоелла молотая. Технические условия.

11. Бараненко Д. А., Борисов А. Е., Борисова И. И., Лу Вейхун / Научный журнал НИУ ИТМО. Серия «Процессы и аппараты пищевых производств». 2017. № 3. С. 3–9.

12. Магомедов Г. О., Плотникова И. В., Зацепилина Н. П., Кривошеева А. В. / Технологии пищевой и перерабатывающей промышленности АПК – продукты здорового питания. 2016. № 3. С. 100–103.

PACS: 87.50.S-

The influence of microwave exposure time on microbial decontamination and consumer properties of ground cocoa shells

N. A. Vasilyeva, V. N. Tikhonov, N. A. Frolova, O. A. Gubina*, I. A. Ivanov, S. A. Gorbatov and A. V. Tikhonov

NRC "Kurchatov Institute" – RIRAE, Obninsk, Kaluga Region, 249032 Russia

* E-mail: olgubina@yandex.ru

Received 28.01.2025; revised 4.03.2025; accepted 2.06.2025

Studies have been conducted on the effect of microwave radiation on ground cocoa shells for the purpose of antimicrobial treatment of the product. It has been shown that at a specific power of 0.15 kW/kg at a frequency of 2.45 GHz, 20 minutes of microwave exposure is sufficient to suppress the growth of mold fungi and yeast, but not enough to completely inactivate bacterial spores. This type of treatment can be recommended for decontamination of cocoa shells with predominant contamination by mold fungi.

Keywords: microwave radiation; microwave technology; ground cocoa shells; decontamination; mold fungi; bacterial spores.

REFERENCES

1. Korolev A. A., Tyurina S. B. and Trishkaneva M. V., Nauchnyj zhurnal NIU ITMO. Seriya: Processy i apparaty pishchevyh proizvodstv, № 3, 81–91 (2019) [in Russian].
2. Sanzharova N. I., Tihonov V. N., Tihonov A. V. and Ivanov I. A. Ustanovka mikrovolnoy sushki vysokodispersnyh sypuchih produktov. Patent na poleznuju model' RU 200970 U1. 2020 [in Russian].
3. Mikrovolnovaya Ustanovka Sushki vysokodispersnyh produktov [Elektronnyj resurs]. URL: <https://agroecotech.ru/index.php/katalog/mikrovolnovaya-ustanovka-mus-a> (date of access 03.03.2025) [in Russian].
4. Tihonov V. N., Ivanov I. A., Krjukov A. E. and Tihonov A. V., Applied Physics, № 5, 102–106 (2015) [in Russian].
5. TR TS 021/2011 Tehnicheskij reglament Tamozhennogo sojuza «O bezopasnosti pishhevoj produkcii» [in Russian].
6. OFS.1.2.1.0002. Gosudarstvennaja farmakopeja Rossijskoj Federacii Metody fizicheskogo i fiziko-himicheskogo analiza [in Russian].
7. MUK 4.1.1698-03 Metody kontrolja. Himicheskie factory [in Russian].
8. GOST ISO 6658-2016 Organolepticheskij analiz. Metodologija. Obshee rukovodstvo [in Russian].
9. Jay J. M., Loessner M. J. and Golden D. A. Modern Food Microbiology. Food Science Text Series. Seventh Edition. Springer Science + Business Media, Inc., New York, 2005. 790 p.; Moscow, BINOM. Laboratorija znaniy, 2011 [in Russian].
10. GOST 34073—2017 Kakaovella molotaja. Tehnicheskie uslovija [in Russian].
11. Baranenko D. A., Borisov A. E., Borisova I. I. and Lu Vejhun, Nauchnyj zhurnal NIU ITMO. Serija «Processy i apparaty pishchevyh proizvodstv», № 3, 3–9 (2017) [in Russian].
12. Magomedov G. O., Plotnikova I. V., Zacepilina N. P. and Krivosheeva A. V., Tehnologii pishhevoj i pererabatyvajushhej promyshlennosti APK – produkty zdorovogo pitaniya, № 3, 100–103 (2016) [in Russian].

Об авторах

Васильева Наиля Анатольевна, старший научный сотрудник, к.б.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: nellyanat@yandex.ru. SPIN код РИНЦ 1486-2152

Тихонов Виктор Николаевич, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: v.n.tihonov@yandex.ru. SPIN код РИНЦ 2888-3451

Фролова Наталья Александровна, научный сотрудник, к.б.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: nafc@yandex.ru. SPIN код РИНЦ 9286-5295

Губина Ольга Александровна, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: olgubina@yandex.ru. SPIN код РИНЦ 4737-7567

Иванов Игорь Анатольевич, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: ivanov.i.an@mail.ru. SPIN код РИНЦ 7884-6737

Горбатов Сергей Андреевич, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: gorbatovsa004@gmail.com. SPIN код РИНЦ 7295-0868

Тихонов Александр Викторович, младший научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: ti_@list.ru. SPIN код РИНЦ 4479-1819

ПОЗДРАВЛЯЕМ С ЮБИЛЕЕМ!



31 мая 2025 г. исполнилось 80 лет известному российскому ученому, академику Российской академии наук, профессору, доктору физико-математических наук, члену редколлегии журнала «Успехи прикладной физики» Александру Сергеевичу Сигову.

А. С. Сигов родился 31 мая 1945 года в Донецке. В 1968 году окончил физический факультет Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова по кафедре квантовой теории. В 1971 году окончил аспирантуру физфака МГУ и был распределён в МИРЭА, где и работает по настоящее время (1985–1998 – декан факультета электроники и оптоэлектронной техники; 1998–2013 – ректор; с 2013 года – президент РТУ МИРЭА). В 1972 г. защитил кандидатскую диссертацию «Статические и динамические свойства доменных границ с поперечными связями в тонких ферромагнитных пленках», а в 1985 г. – докторскую диссертацию «Влияние дефектов на физические свойства кристаллов вблизи структурных и магнитных фазовых переходов». В 1987 г. ему присвоено звание профессора. В 2006 г. он избран членом-корреспондентом РАН по Отделению информационных технологий и вычислительных систем РАН, а в 2011 году избран действительным членом Российской академии наук.

Александр Сергеевич – специалист в области физики твердого тела, твердотельной электроники и физического материаловедения. Сфера научной деятельности – исследование физических свойств систем с пониженной размерностью и/или структурным беспорядком и создание на их основе функциональных устройств нано- и микроэлектроники. Им основано новое направление активных диэлектриков для электронно-компонентной базы, в настоящее время работает над развитием таких перспективных направлений, как наноэлектроника, спинтроника, радиофотоника, новые принципы передачи, обработки и хранения информации.

Александр Сергеевич заслуженный деятель науки Российской Федерации, почетный работник высшего профессионального образования РФ, лауреат Государственной премии РФ, премии Правительства РФ в области образования и премий Правительства РФ в области науки и техники, премии им. М. В. Ломоносова в области науки и образования, член научного совета при Совете Безопасности РФ, член Европейского физического общества, член

ряда экспертных, научных и научно-организационных советов РАН, Почётный профессор ГНЦ РФ АО «НПО «Орион».

В 2006 г. награжден орденом «За заслуги перед Отечеством» IV степени – за большой вклад в развитие образования и науки, в 2016 г. награжден орденом Почёта – за большой вклад в развитие науки, образования, подготовку квалифицированных специалистов и многолетнюю добросовестную работу, в 2022 г. награжден орденом «За заслуги перед Отечеством» III степени – за заслуги в научно-педагогической деятельности, подготовке квалифицированных специалистов и многолетнюю добросовестную работу, в 2010 году награждён медалью и дипломом ЮНЕСКО «За вклад в развитие нанонауки и нанотехнологий».

А. С. Сигов является главным редактором научных журналов – «Российский технологический журнал», «Russian Technological Journal», «Электроника: наука, технология, бизнес», входит в состав редакционных коллегий и советов ряда международных и российских журналов. Под его руководством защищено 25 кандидатских диссертаций, 17 его учеников стали докторами наук, он – автор и соавтор более 1000 научных публикаций, 18 монографий и учебников, 38 авторских свидетельств и патентов.

Редколлегия и редакция журнала «Прикладная физика» совместно с Вашими многочисленными коллегами, друзьями и учениками поздравляют Вас, Александр Сергеевич, со славным юбилеем, желают крепкого здоровья, воплощения в жизнь всех задуманных планов и начинаний, поддержки коллег, энергии и оптимизма, дальнейших достижений на поприще научной и педагогической деятельности.

Правила направления, рецензирования и опубликования научных статей (в редакции 2025 г.)

1. Журнал «Прикладная физика» ориентирован в основном на срочную публикацию кратких статей о последних достижениях в области физики, имеющих перспективу прикладного (технического и научного) применения. Журнал входит в новый Перечень ВАК, вступивший в действие 1 декабря 2015 г.

Направляя рукопись статьи в редакцию журнала, авторы передают редколлегии, учредителю и издателю журнала безвозмездное неисключительное право опубликовать ее на русском языке в качестве статьи в печатной версии журнала, в электронной версии журнала в сети Интернет и на лазерных дисках. При этом за авторами сохраняются их интеллектуальные права на рукопись статьи (в т. ч. «авторское право»). В связи с этим и с учетом Четвертой части (Раздел VII) Гражданского Кодекса РФ авторами должно быть представлено в редакцию письмо в следующей форме:

Лицензионный договор о передаче права на публикацию (издательский лицензионный договор)

Мы, нижеподписавшиеся, авторы рукописи _____ предоставляем редколлегии, учредителю и издателю журнала «Прикладная физика» безвозмездную простую (неисключительную) лицензию на публикацию рукописи статьи как в печатной, так и в электронной версиях журнала.

Мы подтверждаем, что данная публикация не нарушает интеллектуальных прав других лиц или организаций. Подписи авторов: _____ (ф. и. о., ученая степень, дата)

Статья должна быть подписана всеми авторами. В случае нескольких авторов указывается фамилия автора, ответственного за переписку с редакцией. Рукопись статьи направляется на адрес редакции журнала: 111538, Москва, ул. Косинская, д. 9, АО «НПО «Орион», Редакция журнала «Прикладная физика» или по электронной почте: advance@orion-ir.ru

2. Рукопись статьи в редакцию представляется обязательно на русском языке.

3. Рукопись статьи должна сопровождаться экспертным заключением о возможности публикации в открытой печати, оформленным в установленном порядке.

4. Объем статьи (вместе с рисунками, библиографией и англоязычной частью) не должен превышать **7 страниц** формата А4 при однократном межстрочном интервале. (Статью большего объема предлагается направлять в аффилированный журнал "Успехи прикладной физики", предназначенный для публикации развернутых статей и обзоров). Материал статьи представляется в печатном виде (на бумажном носителе) и в электронном варианте на CD/DVD-диске с текстом в формате Word (гарнитура шрифта – Times New Roman, размер шрифта – 12), причем текст уже должен содержать в нужном месте рисунки и подписи под ними. Однако следует избегать приведения в тексте излишне подробных и громоздких математических преобразований и выражений. Оформление статьи следующее:

- название раздела журнала;
- индекс УДК;
- код классификации PACS (https://publishing.aip.org/wp-content/uploads/2019/01/PACS_2010_Alpha.pdf);
- заголовок статьи;
- инициалы и фамилии авторов;
- аннотация статьи (10–15 строк с раскрытием цели работы и её основных результатов);
- ключевые слова;
- шифр научной специальности.

5. Основной текст статьи должен начинаться разделом «Введение» с четкой постановкой цели и задач работы, сопровождаемой аргументами в пользу ее выполнения на фоне существующего состояния затронутой в статье проблемы. Дальнейший текст статьи также должен иметь смысловые рубрикаторы (разделы и подразделы) без их нумерации. Заканчиваться статья должна отдельным разделом «Заключение» с перечислением основных результатов, следующих из них выводов и, по возможности, предложений по развитию исследований и использованию их результатов.

Внизу первой страницы текста помещается отдельный абзац (полуужирным шрифтом), содержащий контактную информацию об авторе (или авторах) (**обязательный раздел**): фамилия, имя, отчество (полностью), **e-mail (всех авторов)**, профили и регистрационные номера в наукометрических базах данных (SPIN-код, РИНЦ Author ID, ArXiv Author ID, Orcid ID, Scopus Author ID), ученая степень, звание, должность, почтовый адрес (предприятия).

Также необходимо указать ответственного за переписку с редакцией.

Авторы могут предложить возможных рецензентов (2–3 человека с указанием ФИО (полностью), места работы и адрес электронной почты). При этом предполагаемые кандидаты не должны работать в учреждениях, в которых работают авторы.

После основного текста – список использованных источников под названием «Список литературы». Примеры обозначения в разделе "Список литературы" использованных источников.

Ссылка на **статьи** дается следующим образом: Фамилия И.О., название журнала, год, том, номер, номера страниц.

Иванов И. И. // Прикладная физика. 2022. № 1. С. 12–18.

Lang D. V. // J. Appl. Phys. 1974. Vol. 45. № 7. P. 3023–3034.

Ссылка на **книги**: Фамилия И.О., название книги, город, издательство, год. (При ссылке на определенную главу или страницу в книге после года ставится номер страницы.)

Корн Г., Корн Е. Справочник по математике. – М.: Наука, 1974.

Биберман Л. М., Воробьев В. С., Якубов И. Т. Кинетика неравновесной низкотемпературной плазмы. – М.: Наука, 1982. С. 371.

Ультрафиолетовые технологии в современном мире / под ред. Кармазинов Ф. В. Костюченко С. В., Кудрявцев Н. Н. – Долгопрудный: Интеллект, 2012.

Ссылка на **материалы конференции**: Фамилия И.О., название публикации, место и дата проведения, номера страниц.

Романов А. В., Степович М. А., Филиппов М. Н. / Труды XVII Международного совещания «Радиационная физика твердого тела». – Севастополь, 2007. С. 592–599.

Ссылка на **патенты**: Фамилия И.О., название, вид, номер, год.

Давыдов С. Г., Долгов А. Н., Якубов Р. Х. Вакуумный искровой разрядник. Патент на изобретение № 2654494 (РФ). 2018.

Ссылка на **диссертации и авторефераты**: Фамилия И.О., название работы (автореферата), дисс. ... канд. (д-ра) физ.-мат. наук, город, организация, год.

Гречихин В. А. Разработка и анализ компьютерных алгоритмов обработки одночастичных сигналов лазерных доплеровских анемометров: Автореф. дисс. канд. техн. наук. – М.: МЭИ, 1996.

Далее размещается подробная англоязычная информация о статье, необходимая для индексирования всего журнала, данной статьи и её авторов в международных наукометрических базах данных, а именно: PACS, название статьи, фамилия и инициалы авторов (английская транслитерация), предприятие, его почтовый адрес, e-mail автора (авторов), аннотация, ключевые слова (Keywords), пристатейная библиография (References); поскольку журнал распространяется и за рубежом, редакция оставляет за собой право корректировать английскую часть текста без изменения его смысла.

Оформление пристатейной библиографии в англоязычной части статьи (References) имеет свои особенности. В частности, если цитируемая книга или монография является русскоязычным переводом с зарубежного издания, то указываются исходные данные этого издания (авторы, название книги, издательство, город или страна, год издания), а также русскоязычное издательство и год издания на русском языке. Ниже приведены основные примеры обозначения использованных источников в разделе References:

Статья из журнала:

Ivanov I. I., Applied Physics, № 1, 12–18 (2022) [in Russian].

Lang D. V., J. Appl. Phys. **45** (7), 3023–3034 (1974).

Примечание: если русскоязычный журнал имеет печатный англоязычный аналог, то используется английское название аналога и номера страниц должны быть указаны из него. Если англоязычного аналога нет, то применяется английская транслитерация русскоязычного названия.

Книга:

Korn G. and Korn E., Mathematical Handbook. New York-London, McGraw-Hill Book Company, 1968; Moscow, Nauka, 1974.

Ultraviolet technologies in the modern world / ed. Karmazinov F. V., Kostyuchenko S. V., Kudryavtsev N. N. Dolgoprudny, Intellect, 2012 [in Russian].

Материалы конференции:

Romanov A. V., Stepovich M. A., and Filippov M. N. Proc. XVII Intern. Meeting on Radiation Physics of Solid State. Sevastopol, 2007, pp. 592–599.

Патенты:

Davydov S. G., Dolgov A. N., Yakubov R. H. Vacuum spark gap. Patent for invention № 2654494 (RF). 2018.

Диссертации и авторефераты:

Grechikhin V. A. Development and analysis of computer algorithms for processing single-particle signals of laser Doppler anemometers: Abstract. Diss. Candidate of Technical Sciences. M., MEI, 1996.

6. Список использованных источников («Список литературы») должен соответствовать всем ссылкам на внешние источники в тексте статьи. Эти ссылки оформляются в квадратных скобках, например, [1–3], [7, 8]. Внутренние ссылки, т. е. ссылки на формулы, рисунки и таблицы статьи оформляются с использованием круглых скобок, например, формула (3), уравнение (1), (рис. 2), (табл. 3). Любые ссылки в подписях к рисункам и в самих рисунках не рекомендуются.

7. Количество рисунков и фотографий для типовой статьи не должно превышать 4. Если один рисунок содержит два, три или более вариантов графических (или фото) изображений типа «рис. 2а», «рис. 2б» и т. д., то каждый отдельный вариант в этом случае засчитывается как отдельный рисунок. При превышении вышеуказанных лимитов на количество рисунков (фотографий) статья возвращается авторам на переработку. Графика (черно-белая и цветная) представляется непосредственно в нужном месте в статье и в желаемом масштабе. Рядом с осями графиков указываются отображаемые физические величины только (**строго!**) в символьной (буквенной) форме, а через запятую – размерность величины по-русски (прямым шрифтом). Различные кривые на графиках рекомендуется нумеровать, даже если они характеризуются отдельным цветом или типом линии. Графики представляются только (**строго!**) на белом фоне. Вспомогательные сетки на площади графика не допускаются.

8. Подписи под соответствующими рисунками представляются в нужных местах текста. Каждая подпись должна быть по возможности лаконичной, но емкой по содержанию. Любой указываемый в подписи физический (технический) символ должен иметь там же свое словесное раскрытие.

9. Простые формулы вводить в текст в формате используемого текстового редактора, более сложные формулы – с использованием редактора формул MathType. Стандартные математические обозначения (например, \max , \log , \sin , \exp и т. д.) должны быть набраны прямо. То же относится к цифрам и числам. Номера формул пишутся справа в круглых скобках. Для символьного обозначения не векторных физических (технических) величин использовать только латинский и греческий алфавиты, при этом в тексте для греческих букв использовать прямой шрифт, для латинских букв – наклонный шрифт (курсив). Векторы и матрицы обозначать полужирным прямым шрифтом (предпочтительнее) или стрелкой над курсивным символом вектора (менее желательно). Для нижних и верхних индексов применять арабские цифры, латинские или греческие буквы, но если индекс, обычно нижний, представляет собой краткую (сокращенную) форму русского слова-характеристики, то допустимо использовать в его обозначении русские буквы (прямой шрифт), например $U_{\text{вх}}$, $I_{\text{вых}}$, $v_{\text{гр}}$ и т. п. Размерность физических величин обозначается всегда только по-русски прямым шрифтом.

10. Таблицы выполнять в соответствии со следующими требованиями: верхняя строка – наименование данных и размерность; следующие строки – сами данные.

11. Формулы, таблицы и рисунки должны иметь свою отдельную сквозную нумерацию. Если на конкретную формулу нет дополнительных (возвратных) ссылок в тексте или она в единственном числе, то нумерация ее не нужна. Единственные таблица и/или рисунок также не нумеруются.

12. Рукописи, а также CD/DVD-диски редакцией не возвращаются.

13. Авторы (или автор) каждой статьи после ее публикации в очередном номере журнала имеют право на получение от редакции электронной версии статьи в PDF-формате (редактор Adobe Acrobat).

14. При публикации в журнале каждая статья сопровождается сноской со знаком охраны авторского права ©, поставленным перед фамилией автора (фамилиями авторов). В статье указывается также дата поступления статьи в редакцию.

Прикладная физика: Научно-технический журнал / ГНЦ РФ АО «НПО «Орион», 2025. № 3. С. 1–100.

Подписано в печать 16.06.2025
Формат А4. Бумага офсетная.
Печать цифровая.
Тираж 140 экз. Цена договорная.
Отпечатано в типографии ООО РПК «ВАШ ФОРМАТ».
Адрес: 119071, Москва, ул. Малая Калужская, 15.
Тел. (495) 749-45-84

