



НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ВЕДОМОСТИ

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

Физико-математические
науки

4(253) 2016

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ВЕДОМОСТИ САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА. ФИЗИКО-МАТЕМАТИЧЕСКИЕ НАУКИ

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ ЖУРНАЛА

Алферов Ж.И., академик РАН – председатель;
Боровков А.И., проректор по перспективным проектам;
Варшалович Д.А., академик РАН;
Глухих В.А., академик РАН;
Жуков А.Е., чл.-кор. РАН – зам. председателя;
Иванов В.К., д-р физ.-мат. наук, профессор;
Индейцев Д.А., чл.-кор. РАН;
Рудской А.И., чл.-кор. РАН – зам. председателя;
Сулис Р.А., академик РАН.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ ЖУРНАЛА

Иванов В.К., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия, – главный редактор;
Фотиади А.Э., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия, – зам. главного редактора;
Каприлова В.М., канд. физ.-мат. наук, доцент, СПбПУ, СПб., Россия – ответственный секретарь;
Антонов В.И., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия;
Безпрозванный И.Б., д-р биол. наук, профессор, Юго-Западный медицинский центр
Техасского университета, Даллас, США;
Блинов А.В., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия;
Донецкий Д.В., д-р физ.-мат. наук, профессор, университет штата Нью-Йорк в Стоуни-Брук, США;
Малерб Й.Б., Dr.Sc. (Physics), профессор, университет Претории, ЮАР;
Остряков В.М., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия;
Привалов В.Е., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия;
Соловьёв А.В., д-р физ.-мат. наук, профессор, Научно-исследовательский центр
мезобионаносистем (MBN), Франкфурт-на-Майне, Германия;
Таганцев А.К., д-р физ.-мат. наук, профессор, Швейцарский федеральный институт технологий,
Лозанна, Швейцария;
Топтыгин И.Н., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия;
Тропп Э.А., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия;
Фирсов Д.А., д-р физ.-мат. наук, профессор, СПбПУ, СПб., Россия.
Хейфец А.С., Ph.D. (Physics), профессор, Австралийский национальный университет,
Канберра, Австралия.

Журнал с 1995 года издается под научно-методическим руководством Российской академии наук.

Журнал с 2002 г. входит в Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук.

Сведения о публикациях представлены в Реферативном журнале ВИНТИ РАН, в международной справочной системе «Ulrich's Periodical Directory».

С 2008 года выпускается в составе сериального периодического издания «Научно-технические ведомости СПбГПУ».

Журнал зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере информационных технологий и массовых коммуникаций (Роскомнадзор). Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-52144 от 11 декабря 2012 г.

Распространяется по Каталогу стран СНГ, Объединенному каталогу «Пресса России» и по Интернет-каталогу «Пресса по подписке». Подписной индекс **71823**.

Журнал включен в базу данных «Российский индекс научного цитирования» (РИНЦ), размещенную на платформе Научной электронной библиотеки на сайте <http://www.elibrary.ru>

При перепечатке материалов ссылка на журнал обязательна.

Точка зрения редакции может не совпадать с мнением авторов статей.

Адрес редакции и издательства: Россия, 195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29.
Тел. редакции (812) 294-22-85.
<http://ntv.spbstu.ru/physics>

THE MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF THE RUSSIAN FEDERATION



ST. PETERSBURG STATE POLYTECHNICAL UNIVERSITY JOURNAL

Physics
and Mathematics

4(253) 2016

Polytechnical University Publishing House
Saint Petersburg
2016

ST. PETERSBURG STATE POLYTECHNICAL UNIVERSITY JOURNAL. PHYSICS AND MATHEMATICS

JOURNAL EDITORIAL COUNCIL

Zh.I. Alferov – full member of RAS, head of the editorial council;
A.I. Borovkov – vice-rector for perspective projects;
D.A. Varshalovich – full member of RAS; *V.A. Glukhikh* – full member of RAS;
A.Ye. Zhukov – corresponding member of RAS, deputy head of the editorial council;
V.K. Ivanov – Dr.Sc.(phys.-math.), prof.; *D.A. Indeitsev* – corresponding member of RAS;
A.I. Rudskoy – corresponding member of RAS, deputy head of the editorial council;
R.A. Suris – full member of RAS.

JOURNAL EDITORIAL BOARD

V.K. Ivanov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia, – editor-in-chief;
A.E. Fotiadi – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia, – deputy editor-in-chief;
V.M. Kapralova – Candidate of Phys.-Math. Sc., associate prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia, – executive secretary;
V.I. Antonov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia;
I.B. Bezprozvanny – Dr. Sc. (Biology), prof., The University of Texas Southwestern Medical Center, Dallas, TX, USA;
A.V. Blinov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia;
D.V. Donetski – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., State University of New York at Stony Brook, NY, USA;
D.A. Firsov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia;
A.S. Kheifets – Ph.D., prof., Australian National University, Canberra, Australia.
J.B. Malherbe – Dr. Sc. (Physics), prof., University of Pretoria, Republic of South Africa;
V.M. Ostryakov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia;
V.E. Privalov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia;
A.V. Solov'yov – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., MBN Research Center, Frankfurt am Main, Germany;
A.K. Tagantsev – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., Swiss Federal Institute of Technology, Lausanne, Switzerland;
I.N. Toptygin – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia;
E.A. Tropp – Dr. Sc. (phys.-math.), prof., SPbPU, St. Petersburg, Russia.

The journal is published under the scientific and methodical guidance of RAS since 1995.

The journal is included in the List of leading peer-reviewed scientific journals and other editions to publish major findings of theses for the research degrees of Doctor of Sciences and Candidate of Sciences.

The publications are presented in the VINITI RAS Abstract Journal and Ulrich's Periodical Directory International Database.

The journal is published since 2008 as part of the periodical edition 'Nauchno-tekhnicheskie vedomosti SPb-GPU'.

The journal is registered with the Federal Service for Supervision in the Sphere of Telecom, Information Technologies and Mass Communications (ROSKOMNADZOR). Certificate ПИ № ФС77-52144 issued December 11, 2012.

The journal is distributed through the CIS countries catalogue, the «Press of Russia» joint catalogue and the «Press by subscription» Internet catalogue. The subscription index is **71823**.

The journal is in the Russian Science Citation Index (RSCI) database.

© Scientific Electronic Library (<http://www.elibrary.ru>).

No part of this publication may be reproduced without clear reference to the source.

The views of the authors may not represent the views of the Editorial Board.

Address: 195251 Politeknicheskaya St. 29, St. Petersburg, Russia.

Phone: (812) 294-22-85.

<http://ntv.spbstu.ru/physics>

Содержание

Физика конденсированного состояния

- Чикова Т.С., Башмаков В.И.** Обратимая пластичность металлических монокристаллов на стадии их остаточного двойникования (статья на английском языке) 9
- Капралова В.М., Ильинский А.В., Кастро А.Р., Набиуллина Л.А., Шадрин Е.Б.** Действие оптического излучения на зарядовое и магнитное состояния ионов железа в силленитах 22

Математическое моделирование физических процессов

- Ганеш Н.В., Ганга Б., Хаким А.К.А., Саранья С., Калайванан Р.** Гидромагнитный осесимметричный обтекающий поток вдоль вертикального растянутого цилиндра с конвективным граничным условием (статья на английском языке) 33
- Гатаулин Я.А., Зайцев Д.К., Смирнов Е.М., Юхнев А.Д.** Численное исследование пространственно-временной эволюции вторичного течения в моделях общей сонной артерии 48

Атомная физика, физика кластеров и наноструктур

- Махов И.С., Паневин В.Ю., Винниченко М.Я., Софронов А.Н., Фирсов Д.А., Воробьев Л.Е.** Примесная терагерцовая люминесценция в наноструктурах с квантовыми ямами при межзонном фотовозбуждении 56
- Винниченко М.Я., Махов И.С., Селиванов А.В., Сорокина А.М., Воробьев Л.Е., Фирсов Д.А., Штеренгас Л.М., Беленький Г.Л.** Влияние оже-рекомбинации на концентрацию неравновесных носителей заряда в квантовых ямах InGaAsSb /AlGaAsSb 66

Приборы и техника физического эксперимента

- Яковенко С.В., Будрин С.С., Долгих С.Г., Чупин В.А., Швеиц В.А.** Гидрофизический лазерно-интерференционный комплекс 77

Физическая электроника

- Шашкина А.С., Кривошейкин А.В., Скворцов Н.Н., Воротков М.В.** Фрактальные свойства лавинного пробоя светодиода 85
- Бондаренко В.Б., Давыдов С.Н., Габдуллин П.Г., Гнучев Н.М., Маслевцов А.В., Архипов А.А.** Электронный спектрометр для исследования полевой эмиссии наноструктур (статья на английском языке) 94

Биофизика и медицинская физика

- Иванков А.А., Кутузов А.В., Криворучко Л.А.** Размерности аттракторов детерминированных слагаемых аддитивной модели сигналов, регистрируемых в транскраниальной ультразвуковой доплерографии 107

Безрукова А.Г., Власова О.Л. Оптическая характеристика смесей 3D дисперсных систем нано- и микрочастиц (статья на английском языке).....	121
Смирнова Н.В., Петрова Н.О., Лебедева И.О., Попрядухин П.В., Добровольская И.П., Юдин В.Е. Тканевая реконструкция повреждений кожи и мягких тканей методами регенеративной медицины.....	129
Чернюк Д.П., Власова О.Л., Безпрозванный И.Б., Попугаева Е.А. Снижение числа амилоидных бляшек в коре головного мозга мышей путем гиперэкспрессии белка STIM2	139

Механика

Пивков А.В., Лобачев А.М., Полянский В.А., Модестов В.С. Численное моделирование ультразвуковых волн в упругом изотропном слое с пьезоэлектрическим актуатором.....	150
<i>Авторский указатель</i>	163

Contents

Condensed matter physics

Chikova T.S., Bashmakov V.I. <i>Reversible plasticity of metallic single crystals at the stage of their residual twinning</i>	9
Kapralova V.M., Il'insky A.V., Kastro A.R., Nabiullina L.A., Shadrin E.B. <i>An effect of optical radiation on charge and magnetic states of the iron ions in the sillenites</i>	22

Simulation of physical processes

Ganesh N.V., Ganga B., Hakeem A.K.A., Saranya S., Kalaivanan R. <i>Hydromagnetic axisymmetric slip flow along a vertical stretching cylinder with a convective boundary condition</i>	33
Gataulin Ya.A., Zaitsev D.K., Smirnov E.M., Yukhnev A.D. <i>Numerical study of spatial-temporal evolution of the secondary flow in the models of a common carotid artery</i>	48

Atom physics and physics of clusters and nanostructures

Makhov I.S., Panevin V.Yu., Vinnichenko M.Ya., Sofronov A.N., Firsov D.A., Vorobjev L.E. <i>Impurity assisted terahertz luminescence in quantum well nanostructures under interband photoexcitation</i>	56
Vinnichenko M.Ya., Makhov I.S., Selivanov A.V., Sorokina A.M., Vorobjev L.E., Firsov D.A., Shterengas L.M., Belenky G.L. <i>Auger-recombination effect on the nonequilibrium charge carriers concentration in InGaAsSb /AlGaAsSb quantum wells</i>	66

Experimental technique and devices

Yakovenko S.V., Budrin S.S., Dolgikh S.G., Chupin V.A., Shvets V.A. <i>Hydrophysical laser-interference complex</i>	77
--	----

Physical electronics

Shashkina A.S., Krivosheikin A.V., Skvortsov N.N., Vorotkov M.V. <i>Fractal properties of the LED avalanche breakdown</i>	85
Bondarenko V.B., Davydov S.N., Gabdullin P.G., Gnuchev N.M., Maslevtsov A.V., Arkhipov A.A. <i>Electron spectrometer for studying field-induced emission from nanostructured objects</i>	94

Biophysics and medical physics

Ivankov A.A., Kutuzov A.V., Krivoruchko L.A. <i>The additive model of USDG records: attractor dimensions of determinated addends</i>	107
Bezrukova A.G., Vlasova O.L. <i>Mixtures of 3D disperse systems with nano- and microparticles: optical characterization</i>	121

Smirnova N.V., Petrova N.O., Lebedeva I.O., Popryadukhin P.V., Dobrovolskaya I.P., Yudin V.E. <i>Tissue reconstruction of skin failures and soft-tissue injuries using regenerative medicine methods.....</i>	129
Chernyuk D.P., Vlasova O.L., Bezprozvanny I.B., Popugaeva E.A. <i>Hyperexpression of STIM2 protein lowers the amount of abeta plaques in the brain of Alzheimer's disease mouse model.....</i>	139

Mechanics

Pivkov A.V., Lobachev A.M., Polyanskiy V.A., Modestov V.S. <i>Numerical simulation of ultrasonic waves in the isotropic elastic layer with the piezoelectric actuator</i>	150
<i>Author index.....</i>	163

DOI: 10.5862/JPM.253.1

UDC 548.24: 539.21

T.S. Chikova, V.I. Bashmakov

Yanka Kupala State University of Grodno, Belarus

REVERSIBLE PLASTICITY OF METALLIC SINGLE CRYSTALS AT THE STAGE OF THEIR RESIDUAL TWINNING

The work studies regularities of the formation of wedge-shaped twins under growing concentrated load in single crystals of bismuth, zinc and bismuth-antimony alloy. It was established that the twinning, detwinning and stopping of the twin deformation near the stress concentrator can take place simultaneously with the load growth. Reversibility of plastic deformation during twinning in metals at the stage of residual twinning development were discovered. Various manifestations of spontaneous detwinning of wedge-shaped twins which emerge at stress concentrators when indenting Bi, Zn, Bi-Sb single crystals with increasing load are quantitatively studied. Depending on the value and the sign, local fields of elastic stress can encourage or discourage twinning, or cause detwinning.

TWINNING, DETWINNING, PLASTIC DEFORMATION, REVERSIBLE PLASTICITY, BISMUTH, ZINC.

1. Introduction

Plasticity is the property of solid bodies to be deformed irreversibly under the action of an external force. It is known that plastic deformation of real crystals occurs due to the movement of crystal lattice defects under the action of external loading. In some crystals the internal forces that appear during such movement can cause the backward motion of defects after an external load is removed. The initial shape of the crystal is restored. This process is known as reversible crystal plasticity.

Reversible plasticity is the main property of plastic deformation by twinning. It represents the first stage of the mechanical twinning of crystals, elastic twinning [1]. At this stage twinning inclusion is reversible and can completely detwin spontaneously during off-loading. Under a concentrated load, a thin interlayer in the shape of a wedge appears in the crystal; it is a wedge-shaped twin and its crystal lattice is displaced at a certain angle to the matrix. The dimensions of the twin wedge grow proportion-

ally to the external load. If the external load decreases, detwinning of the crystal takes place: the twin decreases in dimensions thus keeping the form of a thin wedge. After unloading it disappears completely, that is, leaves the crystal. Elastic twinning is observed in all twinning crystals.

The important feature of deformation twin development at the elastic twinning stage is that its dimensions (wedge length L and its width h at the base) change proportionally to the load quantity.

After some limit value of applied stress, the twin is wedged and after unloading stays in the crystal. At the stage of residual twinning, detwinning can be observed in response to the action of an external stress of the reversed sign on the crystal [2, 3].

Numerous experimental investigations showed that the processes of twinning and detwinning determine the mechanical properties of many technically significant metals and alloys. This stimulates the interest in the study

of this phenomenon. Detwinning in crystalline solids is a unique deformation mechanism partially responsible for the shape memory effect [4 – 7]. In the last years it has been revealed that twinning and detwinning are the important deformation modes in metals and alloys with various crystal structures [8 – 19]. The metals which have a hexagonal close-packed structure, such as Be, Mg, Zr, and Ti, have aroused great interest. Twinning-detwinning is an important deformation mode in these metals. Detwinning, a reverse twinning process, has been reported in some hexagonal close-packed metals and alloys during loading, unloading or cyclic deformation [20 – 27]. The detwinning characteristics in magnesium alloys obtained through a cyclic loading test have been studied in detail [28 – 35]. Detwinning describes the coalescence of a martensite twin into a single martensite crystallite [36, 37]. It is stated both experimentally and theoretically that detwinning is a unique deformation mechanism of nanotwinned metals [38 – 40]. Various theoretical deformation models of crystal twinning-detwinning have been developed [41 – 46].

Earlier we studied the development of wedge-shaped twins in bismuth single crystals under the action of an increasing concentrated load. In Ref. [47], it was shown that an imprint had several residual wedge-shaped twins after indentation of bismuth single crystals by a diamond pyramid. Their evolution with load growth progressed in different ways. The proportional length and width changing of a wedge-shaped twin was distorted with load growth. Both twins' growing and their complete stopping while the dimensions of wedge-shaped twins under load remained unchanged were possible. We revealed the cases of a spontaneous size reduction of a twinned wedge with load growth; that was a reversible twinning under load at the stage of residual twinning.

The present paper contains studies in the regularities of the formation of a wedge-shaped twinned area under a growing concentrated load in single crystals of Zn, Bi and Bi-Sb.

2. Experimental technique

Material and sample preparation. The experiments were conducted on metal single-crystal samples with hexagonal (Zn) and rhom-

bohedral structures (Bi and Bi-Sb alloy). The crystal-growing processes and sample preparations were quite simple. These crystals possess perfect cleavage planes. The (111) cleavages in the rhombohedral crystals and the (0001) ones in the close-packed hexagonal crystals are natural metallographic sections and do not require additional treatment for microscopic examination of the surface.

In these metals, the slipping precedes the twinning and accompanies it at all stages over a wide temperature range; besides, the development of twins in them can go with brittle fracture. The crystallography of the twinning and the slipping of the above-mentioned metals was studied thoroughly. Three slip systems are implemented in the hexagonal close-packed lattice: the easy one in the basal plane (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$; the more complex one, the pyramidal slip in the system $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$; the prismatic slip in the system $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$. The twinning in the close-packed hexagonal structures is realized in the system $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$. Two slip systems take place simultaneously in the neighbourhood of the stress concentrator during the deformation of bismuth and bismuth-antimony alloy: the easy basal slip in the system $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ and the secondary slip with a higher yield point in the system $\{11\bar{1}\} \langle 110 \rangle$, and the twinning in the system $\{110\} \langle 001 \rangle$.

All metals under study have just one twinning system ensuring the reliability of physical interpretations of the obtained research results and simplifying considerably the dislocation analysis of twinning restructuring processes.

Similar to calcite in the case of pure twinning, crystals of bismuth, bismuth-antimony and zinc provide classical samples for studying the twinning regularities in metal crystals.

The experiment was conducted with the use of zinc single crystals with initial basal dislocation density $\sim 5 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$ and pyramidal dislocation density $\sim 5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$, as well as bismuth single crystals and bismuth-antimony alloy with dislocation density in non-basal planes $\sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$.

The working samples shaped as the right-angle prisms with the dimensions $10 \times 10 \times 5 \text{ mm}$ were made by crystal cleavage in the cleavage plane using a sharp knife at the liquid nitrogen



temperature. An impulsive force was applied to the knife in order to avoid raised waves on the sample surface; those usually appear while slowing down and stopping the cleavage crack. The high rate of crack propagation on cleavage ensured high quality of the obtained surface.

Mechanical testing. Crystal deformation was performed by indentation of the cleavage plane of a single crystal by a Vickers tetrahedral diamond pyramid. The indenter was pressed perpendicularly into the working face and the sample was kept under load for 15 s. All measurements were taken in the load range from 0.05 to 1.5 N at room temperature.

As a rule, the indenter's imprint after initial loading had several wedge-shaped twins simultaneously (Fig. 1, *a*).

As the load increased, the sizes and shapes of the initial twins changed and new ones appeared. All subsequent loadings with increasing the load were conducted by repeated crystal indentation in the same imprint and the dimensions of each twin were measured: the length L and the width h at the basis. The measurements were taken with an HWMMT-X7 microhardness tester.

The main problem of recording the intermediate stages of plastic deformation development in metals was solved using the original method of iterated sample indentation. The investigation was carried out in a sequential manner:

placing the indenter;

pointed deformation of the crystal with a

controlled waiting time under load;

sample unloading;

measuring the dimensions of all twins which appeared in the indent;

changing the characteristics of the external action (load increment) and placing the indenter in the same hole;

sample unloading;

taking measurements, etc.

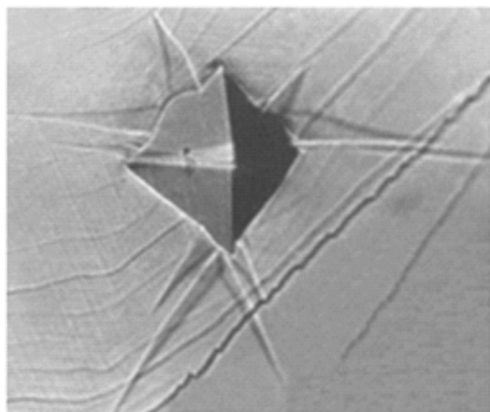
The deformation zone was photographed after each unloading. The special experiments proved that the repeated indentation in the same hole with the same load in magnitude and duration did not lead to the change in the shape, the dimensions and the number of primary twins. The sample unloading at various stages of twin interlayer development fixed the position of its boundaries virtually for any period of time. The load increment during the repeated placing of the indenter in the same hole lead to resuming plastic shears at twin boundaries. This simple method allowed direct observation of the influence of various factors on the formation of twins near the stress concentrator.

3. Results and discussion

It was experimentally revealed that the dimensional change of residual wedge-shaped twins of the imprint under repeated crystal indentation with the increased load followed one of the ten modes:

L and h grow simultaneously (mode 1);

a)



b)

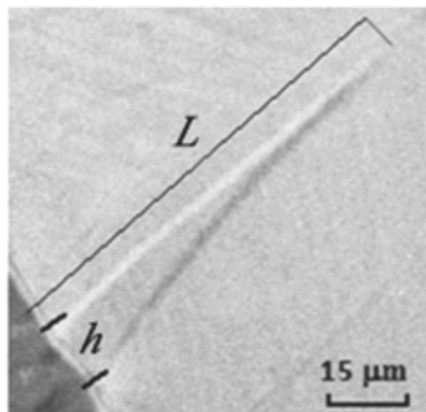


Fig. 1. Micrographs of a diamond pyramid imprint in (111) plane of a bismuth single crystal with a set of wedge-shaped twins (*a*) and a wedge-shaped twin interlayer (*b*); L , h – the twin length and its width

L grows and h remains unchanged (mode 2);

h grows and L stays unchanged (mode 3);

L grows and h decreases (mode 4);

L decreases with h growth (mode 5);

L decreases with the stable h (mode 6);

h decreases with the stable L (mode 7);

both L and h can remain unchanged with load growth (mode 8);

L and h decrease simultaneously (mode 9);

the twin disappears completely (mode 10).

All cases when some dimension of a wedge-shaped twin remains unchanged with the external load growth prove the stopping of a twin interlayer by internal causes, i. e., structural defects of various physical natures. The size reduction of a twin or its complete disappearance (the crystal detwinning) is a manifestation of twinning reversibility.

The reversibility of plastic deformation in our experiments appeared not at the elastic stage as a result of crystal unloading or under reversed sign stress but in the residual twins with an increase in the direct external mechanic stress. This is a new phenomenon which is not certain for the pure twinning, and its physical explanation should be searched for in the differences of twin wedge development conditions under concentrated load in calcite and in metal crystals.

In this situation, an equilibrium state of an isolated elastic twin under load is ensured by elastic and inelastic forces which effect on the length unit of a twinning dislocation in an assembly equal to zero, that is,

$$F_{elast} + F_{inelast} = 0 \quad (1)$$

where F_{elast} are the forces produced by an external load and elastic fields of the dislocation assembly; $F_{inelast}$ are the braking forces conditioned by the crystal structure and its defects and also the surface tension forces acting on a twin from a mother crystal.

The growth or the attenuation of the external load increases the augend in Eq. (1) and transmits the ordered motion to twinning dislocations in the twinning plane and in the twinning direction.

The interaction of a twin with stoppers in metals slows down its growth and contributes a component influencing the dislocation

assembly to the inelastic forces. The defects of various nature and power which disturb the crystal structure generate local fields of elastic stress in a crystal with their sign and intensity being impossible to take into consideration in the process of deformation development. When summarized, the mechanic stress caused by the pyramid, twins and structure defects produce a complex field of mechanic stress. Local noncompensated fields of elastic stress appear in the deformation zone with the stress rate and the sign at any point around the imprint being impossible to identify definitely. The balance of the wedge-shaped twinned interlayer under load can be described by the following equation:

$$F_{elast} + F_{inelast} + F_{local} = 0 \quad (2)$$

where the third component F_{local} characterizes the forces acting on the twinning dislocation assembly from a summary field of the elastic stresses. Probably, it is the rate and the sign of the forces responsible for a nonsynchronous, ambiguous dimensional change of wedged twins under load.

If this hypothesis is correct, the reversibility phenomenon is mostly expressed in the twins situating in the places of the biggest distortion of the crystal structure with the most complex pattern of local overstress, that is, near the imprint boundaries, in the twins with branchy structure and near large twin interlayers. This is convincingly proved experimentally. It was noted that interlayers of two types disappear most often: small twins near the contour of the imprint and the twin arms originating at the curved boundary of a wedge-shaped twin (Fig. 2).

The appearance of a new larger twin near the existing twins is always accompanied by a partial detwinning of the nearest interlayer (Fig. 3).

It is apparent from Fig. 4 that twinned wedge 3 with incoherent boundaries does not only block the development of a smaller neighboring interlayer 2 by its elastic stress field but also leads to its degradation.

The appearance of new twins and the development of twins in groups unpredictably change the pattern of the heterogeneous spatial field of elastic stress near the imprint. The character of change in the twin dimensions can

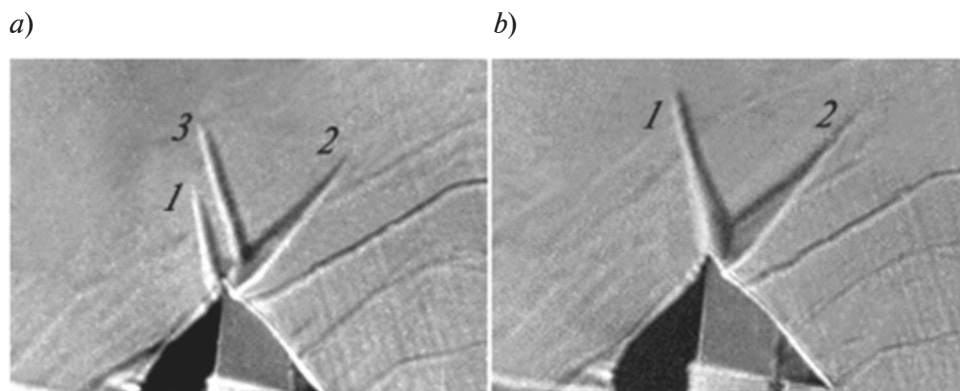


Fig. 2. The disappearance of twin arm 3 with the growth of an external load in bismuth:
 $P = 0.3 \text{ N}$ (a), 0.5 N (b); 1, 2, 3 are the numbers of the initial twins

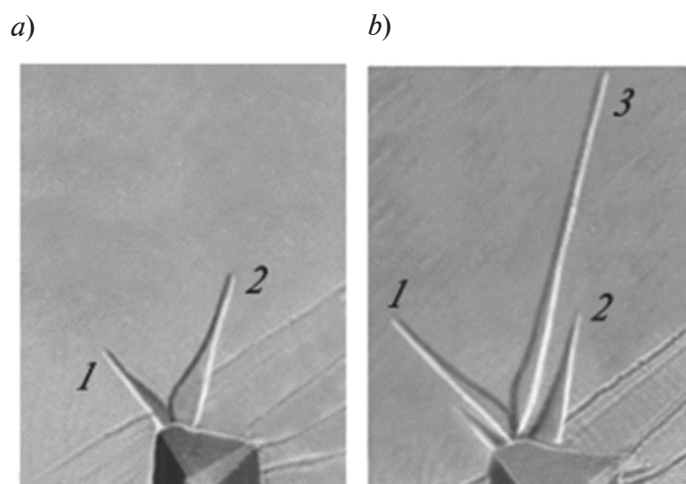


Fig. 3. The partial detwinning of interlayer 2 at new twin nucleation 3 with an increase in static load: $P = 0.1 \text{ N}$ (a), 0.3 N (b); 1, 2 are the numbers of the initial interlayers

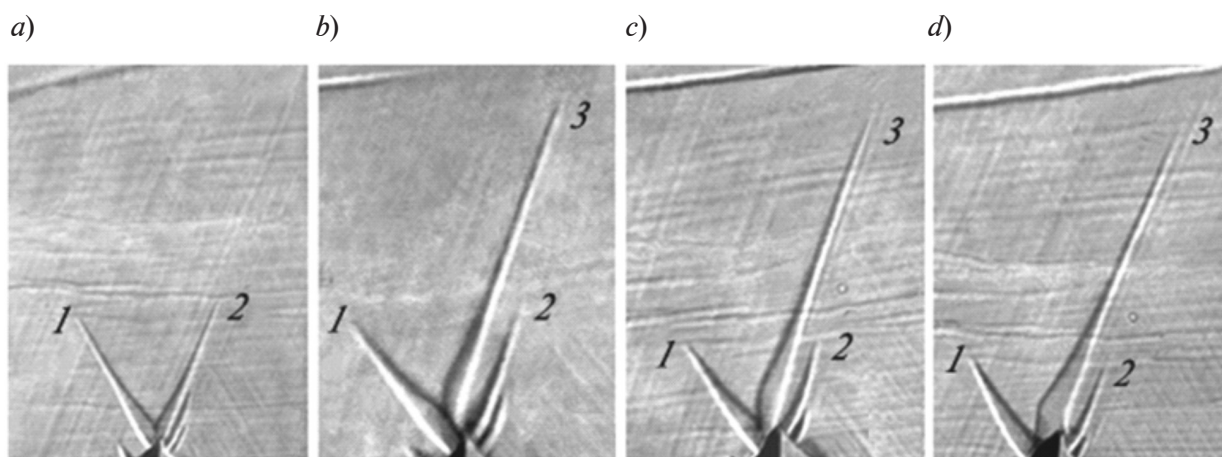


Fig. 4. Twinning and detwinning in the bismuth crystal with an increase in static load:
 $P = 0.1 \text{ N}$ (a), 0.3 N (b), 0.4 N (c), 0.5 N (d)

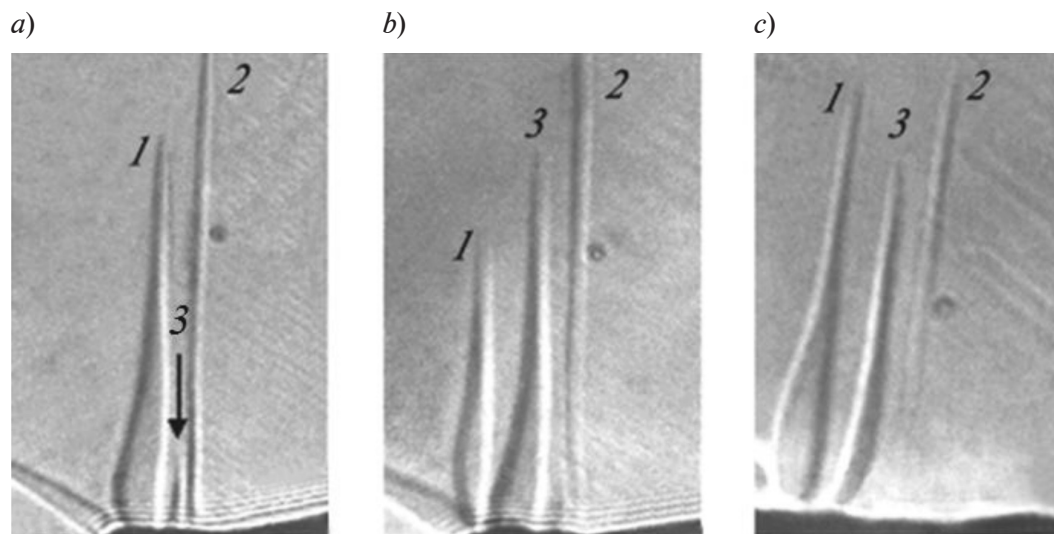


Fig. 5. Changing the twin development mode with an increase in external load: $P = 0.1$ N (a), 0.3 N (b), 0.5 N (c); 1, 2, 3 are the interlayer numbers. The arrow points to a twin embryo 3

alter in the process of a stepwise load increase (Fig. 5).

The twin embryo between interlayers 1 and 2 (Fig. 5, a) grows with load increment in a way that leads to a partial detwinning of both neighbouring interlayers (Fig. 5, b). It is noteworthy that in accordance with the considerations given above, all reversible repeated plastic shears at the boundaries take place near the boundary of the imprint and do not at the top of a twin. With further growth of the external force, twin 1 which had preferential development produces a powerful field of elastic stress with a reversed sign that leads not only to a size decrease of the neighbouring twin 3 but also to the complete disappearance of a considerably long section of a more distant twinned interlayer 2.

The quantitative investigation of the dependence of twin amount in metals with different size changes on load rate was conducted in order to identify the physical nature of various phenomena of reversible plasticity at the boundaries of residual wedge-shaped twins.

The simulation of twinning dislocations movement at the boundaries of residual twins in metals under load was performed with consideration for the basic properties of twinning dislocations: each crystallographic plane has only one twinning dislocation; each

following twinning dislocation is at a distance of one interplanar space from the previous one; the movement of one twinning dislocation transfers a portion of matrix atoms into the twin structure.

It is easier to simulate the disappearance of a wedge-shaped twin as externally, this phenomenon is absolutely similar to elastic detwinning. It is realized by the process of reversion movement of twinning dislocations from the top of the wedge to the basis and their exit out of the crystal. It is interesting that the fraction of the disappearing twins does not virtually depend on the value of the acting load (Fig. 6, a).

The probability of detwinning for a certain twin increases with a decrease in the parameter h/L but its value is not defined uniquely. It is evident that the main stimulus of the inverse lattice restructuring is the energy gain due to a decrease of the internal division surfaces. Local fields of elastic stress with the opposite sign created by accumulation of dislocations in the neighbourhood of the pyramid imprint such as perfect dislocation forming slip lines and partial dislocations at the boundaries of wedge-shaped twins play a key role in the reversible twinning boundary displacement (Fig. 6, b).

In relation to these twins the structure defects also perform the opposite function, acting as a stopper. When meeting an impassable

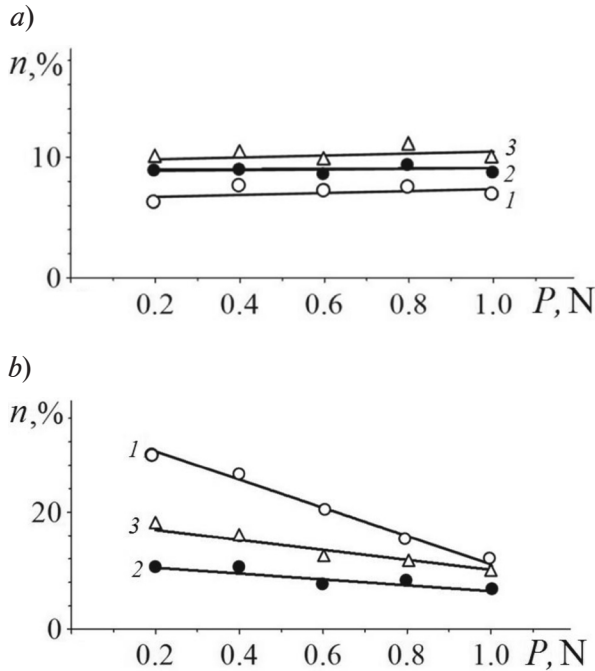


Fig. 6. The plots of the percentage n of disappeared twins (a) and the twins with a simultaneous decrease in their length L and width h (b) versus the load value in various crystals: Bi (1), Bi-Sb (2), Zn (3) (see modes 10 and 9)

stopper, the twinning dislocations halt and the detwinning process comes to an end. The fact that the amount of twins decreases with the load increase (see Fig. 6, b) indicates the growth of the amount of impassable stoppers with an increase in the external stress.

The twinning dislocation assembly can interact with the stoppers in the matrix which create internal stress fields different in amplitude, configuration and sign. If the local stress at the wedge top is directed against the stress from the external load, a partial decrease in the twin length with the simultaneous width growth takes place (Fig. 7, a). A kind of compaction of the dislocation structure can be observed at the boundaries in such interlayers.

When a group of twinning dislocations of the same sign stop near the barrier, a strong field of internal stress appears. The dislocations that appear due to the source function create the stress with the reversed sign that opposes the applied one and blocks a dislocation's generation in the source. A twinned wedge reduces at the top without changing the total number of

twinning dislocations at the division boundaries (Fig. 7, b).

The mechanisms of the interlayer development are the same: translatory and backward motions of the twinning dislocations but in the case when the twin width h grows and the twin length L decreases (see mode 5), the motions of dislocations at the top and at the basis of the wedge occur in the opposite directions. The dislocation assembly forming a twin stops being single, it is fragmented and its development depends neither on the external load intensity nor on collective interaction of dislocations in accumulation.

The reversibility variants in which a decrease in the twin width h at the wedge base is observed (Fig. 8) are the most complex for physical interpretation.

The twin growth in length and simultaneous backward motion of dislocations to the source of the twinning dislocations results from extremely specific conditions; under such conditions, powerful stress fields of the reversed sign appear near the dislocation source. The fields not only prevent the generation of new dislocations but also ensure backward motion of the existing ones.

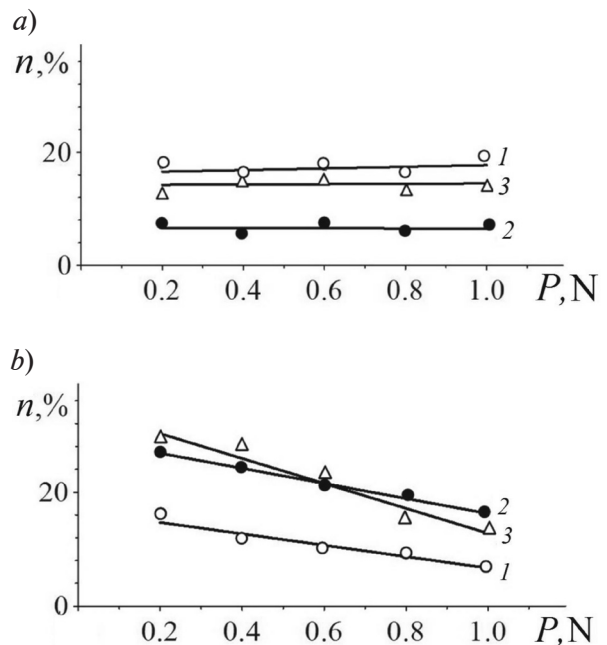


Fig. 7. The plots similar to those in Fig. 6, but for modes 5 (a) and 6 (b)

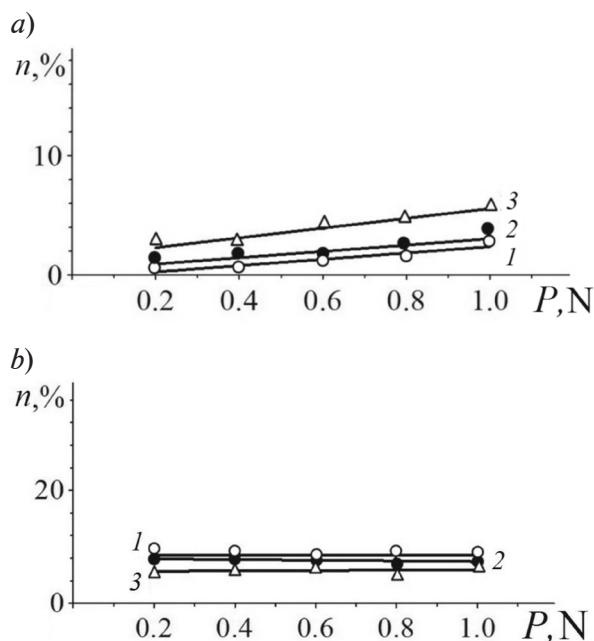


Fig. 8. The plots similar to those in Fig. 6 and 7 but for modes 7 (a) and 4 (b)

It is unlikely that such conditions can take place very often but, as the experiment showed, the fraction of twinned wedges for which h decreased was relatively high, that is why it can be assumed that residual wedge-shaped twin boundaries formation occurs as a result of a nucleation of not only rectilinear dislocations of the same sign in the basis but also new twinning dislocations of both signs in the shape of half-loops with subsequent recession at the boundary. Such a possibility is conditioned by the theoretical estimation of the influence of surface tension on heterogeneous buildup of twinning dislocations in a metal. In this case two branches of the same loop of a twinning dislocation which cross crystal surface have opposite signs and it makes possible the reciprocal annihilation of twinning dislocations of opposite signs from the neighbouring crystallographic planes at the twin boundaries. This means that although new dislocations in the source are still generated, the actual amount of both positive and negative dislocations reduces because of their reciprocal annihilation and twin width at the basis decreases. Another possible detwinning mechanism associated with a developed accommodative slip near an in-

coherent boundary is ensured by dislocation reactions during boundary crossing by perfect glide dislocations. The products of these reactions can lead to both the twin growth and its reduction, that is, to its detwinning.

Apart from the above, more complex cases of reversibility at twin boundaries were discovered which are difficult to classify in accordance with basic features. For example, they are combined detwinnings in twin pairs with a common basis and with twinning planes intersecting at 60° angle. An alternate growth of such twins was observed at stepwise crystal loading; the growth of one twin at each stage of loading was accompanied by slowing down or detwinning of the other, on the next stage the signs of twin transformation in twins were changed into the opposite ones. In the pair of associated twins a stepwise change of twin boundaries activity was observed in one twin. The twins developed alternately by matrix lattice rearrangement on one of the boundaries of each twin. The opposite boundaries were straight-line and fixed. After another stage of loading in one of the twins the former straight-line boundary appeared curved and the boundary that had a visible profile associated with twinning dislocation generation and movement appeared straight. Such behaviour of twins cannot be explained only by elementary dislocation processes of generation of straight-line twinning dislocations in the basis and their movement in a twinning plane.

4. Summary

The experimental study showed that the size change of wedge-shaped twins in Bi, Zn and Bi-Sb single crystals is nonsynchronous and ambiguous with the growth of external concentrated load. The analysis of the twins formed around concentrators showed that their size evolution with an increase in the load occurred in different ways. The applied load was not the governing factor in the development of plastic deformation via twinning in metal crystals. Various types of plastic deformation reversibility during twinning in metals at the stage of residual twinning development were discovered:

twin length grows and its width decreases;
(vice versa) twin wedge length decreases with the growth of its width;



twin length decreases with stable twin width;

twin width decreases with stable twin length;

twin length and width decrease simultaneously;

the twin disappears completely.

All possible ways of development of wedge-shaped twins under concentrated load in single crystals under study can take place simultaneously in one act of indentation with the load growth.

The development of a residual wedge-shaped twin in metal is governed by the character of the stress condition near its boundaries. Depending on the value and the sign, local fields of elastic stress can encourage or discourage twinning, or cause detwinning. A collective mechanism of twinning dislocation movement which is crucial at the stage of growth or the reduction of an elastic twin is destroyed in metal in the

process of residual interlayer development. The assembly of twinning dislocations is fragmented into separate parts which can move independently from each other and sometimes in opposite directions.

The reversible plasticity during twinning can be regulated by modification of external deforming conditions, the load intensity in particular. Understanding the mechanisms of reversible plasticity in residual twinning reveals the potential for improving both physical and mechanical properties of the twinning metals.

The discovered phenomenon of spontaneous detwinning of wedge-shaped twins in metals with the growth of external mechanical stress proves that the reversibility of plastic deformation in twinning is a fundamental property of such deformation and can be observed not only in elastic twinning but also at the stage of residual twinning.

REFERENCES

- [1] J.W. Christian, S. Mahajan, Deformation twinning, *Progress in Materials Science*. 39 (1-2) (1995) 1–157.
- [2] V.I. Bashmakov, M.E. Bosin, P.L. Pakhomov, The motion of non-coherent twin boundaries under repeated loadings, *Phys. Stat. Sol. (a)* 9 (1) (1972) 69–77.
- [3] V.I. Bashmakov, M.E. Bosin, F.F. Lavrentev, The influence of forest dislocations on the mobility of the twin boundaries in Zn crystals, *Phys. Stat. Sol. (a)* 22(1) (1974) 305–315.
- [4] Y. Liu, Z. Xie, J. Van Humbeeck, L. Delaey, Some results on the detwinning process in NiTi shape memory alloys, *Scr. Mater.* 41 (12) (1999) 1273–1281.
- [5] Y. Liu, Detwinning process and its anisotropy in shape memory alloys, *Smart Mater. MEMS*. 4234 (2001) 82–93.
- [6] Y. Liu, Z.L. Xie, Twinning and detwinning of $\langle 011 \rangle$ type II twin in shape memory alloy, *Acta Mater.* 51(18) (2003) 5529–5543.
- [7] Y. Liu, Z.L. Xie, The rational nature of type II twin in NiTi shape memory alloy, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 17 (12) (2006) 1083–1090.
- [8] G. Van Tendeloo, D. Broddin, H.W. Zandbergen, S. Amelinckx, Detwinning mechanism, twinning dislocations and planar defects in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, *Physica. C*. 167 (5–6) (1990) 627–639.
- [9] Y.N. Wang, J.C. Huang, The role of twinning and detwinning in yielding behavior in hot-extruded Mg-Al-Zn alloy, *Acta Mater.* 55 (3) (2007) 897–905.
- [10] B.Q. Li, M.L. Sui, B. Li, E. Ma, S.X. Mao, Reversible twinning in pure aluminum, *Phys. Rev. Lett.* 102 (20) (2009) 205504 (1–4).
- [11] G. Proust, G.C. Kaschner, I.J. Beyerlein, et al., Detwinning of high-purity zirconium: In-situ neutron diffraction experiments, *Experimental Mechanics*. 50 (1) (2010) 125–133.
- [12] J. Wang, N. Li, O. Anderoglu, et al., Detwinning mechanisms for growth twins in face-centered cubic metals, *Acta Materialia*. 58(6) (2010) 2262–2270.
- [13] D.W. Brown, J.D. Almer, B. Clausen, Twinning and detwinning in beryllium during strain path changes, *Materials Science and Engineering A*. 559 (2013) 29–39.
- [14] L. Qu, Y. Yang, Y.F. Lu, et al., A detwinning process of $\{332\}\langle 113 \rangle$ twins in beta titanium alloys, *Scripta Materialia*. 69 (5) (2013) 389–392.
- [15] A. Kobler, J. Lohmiller, J. Schäfer, et al., Deformation-induced grain growth and twinning in nanocrystalline palladium thin films, *Beilstein J. Nanotechnol.* 4 (4) (2013) 554–566.
- [16] B.P. Shu, L. Liu, B. Shen, W.B. Hu, Deformation twinning and detwinning in the lamella copper observed by in-situ TEM, *Materials Letters*. 106 (2013) 225–228.

- [17] Q. Yu, J. Wang, Y. Jiang, et al., Twin-twin interactions in magnesium, *Acta Materialia*. 77 (2014) 28–42.
- [18] S. Yin, F. Yang, X. Yang, et al., The role of twinning-detwinning on fatigue fracture morphology of Mg-3%Al-1%Zn alloy, *Materials Science and Engineering A*. 494 (1–2) (2008) 397–400.
- [19] S. Wang, Y. Zhang, C. Schuman, et al., Study of twinning/detwinning behaviors of Ti by interrupted in situ tensile tests, *Acta Materialia*. 82 (2015) 424–436.
- [20] S.G. Hong, S.H. Park, C.S. Lee, Enhancing the fatigue property of rolled AZ31 magnesium alloy by controlling {10-12} twinning-detwinning characteristics, *J. Mater. Res. B*. 25 (4) (2010) 784–792.
- [21] W. Wu, S.Y. Lee, A.M. Paradowska, et al., Twinning-detwinning behavior during fatigue-crack propagation in a wrought magnesium alloy AZ31B, *Mater. Sci. Eng. A*. 556 (2012) 278–286.
- [22] M.H. Yoo, Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 12 (3) (1981) 409–418.
- [23] D. Sarker, D.L. Chen, Detwinning and strain hardening of an extruded magnesium alloy during compression, *Scripta Materialia*. 67 (2) (2012) 165–168.
- [24] C. Lou, X. Zhang, R. Wang, et al., Effects of untwinning and {1012} twin lamellar structure on the mechanical properties of Mg alloy, *Acta Metall. Sin.* 49(3) (2013) 291–296.
- [25] J. Wang, L. Liu, C.N. Tomé, et al., Twinning and detwinning via glide and climb of twinning dislocations along serrated coherent twin boundaries in hexagonal-close-packed metals, *Mater. Res. Lett.* 1(2) (2013) 81–88.
- [26] L. Wang, G. Huang, Q. Quan, et al., The effect of twinning and detwinning on the mechanical property of AZ31 extruded magnesium alloy during strain-path changes, *Materials and Design*. 63 (2014) 177–184.
- [27] D. Sarker, J. Friedman, D.L. Chen, Detwinning and texture change in an extruded AM30 magnesium alloy during compression along normal direction, *J. Mater. Sci. Technol.* 31(3) (2015) 264–268.
- [28] D. Brown, A. Jain, S. Agnew, B. Clause, Twinning and detwinning during cyclic deformation of Mg alloy AZ31B, *Mater. Sci. Forum*. 539–543 (2007) 3407–3413.
- [29] L. Wu, A. Jain, D.W. Brown, et al., Twinning-detwinning behavior during the strain-controlled low-cycle fatigue testing of a wrought magnesium alloy, ZK60A, *Acta Materialia*. 56 (4) (2008) 688–695.
- [30] L. Wu, S.R. Agnew, D.W. Brown, et al., Internal stress relaxation and load redistribution during the twinning-detwinning-dominated cyclic deformation of a wrought magnesium alloy, ZK60A, *Acta Mater.* 56 (14) (2008) 3699–3707.
- [31] Q. Yu, J. Zhang, Y. Jiang, Direct observation of twinning-detwinning-retwinning on magnesium single crystal subjected to strain-controlled cyclic tension-compression in [0001] direction, *Philosophical Magazine Letters*. 91(12) (2011) 757–765.
- [32] V.M. Morrow, R.J. McCabe, E.K. Cerreta, C.N. Tomé, In-situ TEM observation of twinning and detwinning during cyclic loading in Mg, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 45(1) (2014) 36–40.
- [33] S.Y. Lee, H. Wang, M.A. Gharghouri, Twinning-detwinning behavior during cyclic deformation of magnesium alloy, *Metals*. 5(2) (2015) 881–890.
- [34] S.Y. Zhang, S.V. Hainsworth, S.D.A. Lawes, Temperature dependence of low cycle fatigue behavior in AZ31 magnesium alloy, *Materials Today: Proceedings*. 2(8) (2015) S243–S250.
- [35] L. Zheng, S.H. Zhang, D. Helm, et al., Twinning and detwinning during compression-tension loading measured by quasi in situ electron backscatter diffraction tracing in Mg-3Al-Zn rolled sheet, *Rare Metals*. 34(10) (2015) 698–705.
- [36] S. Miyazaki, K. Otsuka, C.M. Wayman, The shape memory mechanism associated with the martensitic transformation in Ti-Ni alloys, *Acta Metall.* 37(7) (1989) 1885–1890.
- [37] S. Dilibal, Investigation of nucleation and growth of detwinning mechanism in martensitic single crystal NiTi using digital image correlation, *Metallogr. Microstruct. Anal.* 2(4) (2013) 242–248.
- [38] Y.-D. Wang, W. Liu, L. Lu, et al., Low temperature deformation detwinning – A reverse mode of twinning, *Advanced Engineering Materials*. 12(9) (2010) 906–911.
- [39] Y.M. Wang, F. Sansoz, T. LaGrange, et al., Defective twin boundaries in nanotwinned metals, *Nature Materials*. 12 (8) (2013) 697–702.
- [40] J. Zhang, F. Xu, Y. Yan, T. Sun, Detwinning-induced reduction in ductility of twinned copper nanowires, *Chin. Sci. Bull.* 58(6) (2013) 684–688.
- [41] G. Proust, C.N. Tomé, A. Jain, S.R. Agnew, Modeling the effect of twinning and detwinning during strain-path changes of magnesium alloy AZ31, *Int. J. Plasticity*. 25 (5) (2009) 861–880.
- [42] H. Seiner, O. Glatz, M. Landa, A finite element analysis of the morphology of the twinned-to-detwinned interface observed in microstructure of the Cu-Al-Ni shape memory alloy, *International Journal of Solids and Structures*. 48(13) (2011)



2005–2014.

[43] **H. Wang, P.D. Wu, C.N. Tomé, J. Wang**, A constitutive model of twinning and detwinning for hexagonal close packed polycrystals, *Mater. Sci. Eng. A*. 555 (2012) 93–98.

[44] **H. Wang, P.D. Wu, J. Wang, C.N. Tomé**, A crystal plasticity model for hexagonal close packed (HCP) crystals including twinning and detwinning mechanisms, *International Journal of Plasticity*. 49(11) (2013) 36–52.

[45] **H. Qiao, S.R. Agnew, P.D. Wu**, Modeling twinning and detwinning behavior of Mg alloy ZK60A

during monotonic and cyclic loading, *International Journal of Plasticity*. 65(15) (2015) 61–84.

[46] **M. Zecevic, M. Knezevic, I.J. Beyerlein, C.N. Tomé**, An elasto-plastic self-consistent model with hardening based on dislocation density, twinning and detwinning: Application to strain path changes in HCP metals, *Materials Science and Engineering A*. 638 (2015) 262–274.

[47] **V.I. Bashmakov, T.S. Chikova**, Evolution of twin-boundary geometry in bismuth crystals with an increase of load, *Crystallography Reports*. 47(3) (2002) 489–494.

THE AUTHORS

CHIKOVA Tamara S.

Yanka Kupala State University of Grodno, Belarus
22 Ozheshko St., Grodno, 230023, Belarus
t.chikova@grsu.by

BASHMAKOV Victor I.

Yanka Kupala State University of Grodno, Belarus
22 Ozheshko St., Grodno, 230023, Belarus
chts@tut.by

Чикова Т.С., Башмаков В.И. ОБРАТИМАЯ ПЛАСТИЧНОСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ НА СТАДИИ ИХ ОСТАТОЧНОГО ДВОЙНИКОВАНИЯ.

В работе изучены закономерности формирования клиновидной сдвойникованной области в монокристаллах Bi, Zn и сплава Bi-Sb под действием возрастающей сосредоточенной нагрузки. Установлено, что изменение размеров остаточного клиновидного двойника с ростом нагрузки может происходить по одному из десяти вариантов, в которых длина двойника и его ширина устья либо увеличиваются, либо уменьшаются, либо остаются неизменными в разных сочетаниях. Локальные поля упругих напряжений в зависимости от величины и знака могут стимулировать двойникование, препятствовать ему или вызывать раздвойникование. Обнаруженное явление самопроизвольного раздвойникования клиновидных двойников в металлах при увеличении внешних механических напряжений свидетельствует о том, что обратимость пластической деформации при двойниковании есть фундаментальное свойство этого вида деформации и проявляется не только при упругом двойниковании, но и на стадии остаточного двойникования.

ДВОЙНИКОВАНИЕ, РАЗДВОЙНИКОВАНИЕ, ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ, ОБРАТИМАЯ ПЛАСТИЧНОСТЬ, ВИСМУТ, ЦИНК.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

[1] **Christian J.W., Mahajan S.** Deformation twinning // *Progress in Materials Science*. 1995. Vol. 39. No. 1-2. Pp. 1–157.

[2] **Bashmakov V.I., Bosin M.E., Pakhomov P.L.** The motion of non-coherent twin boundaries under repeated loadings // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1972. Vol. 9. No.1. Pp. 69–77.

[3] **Bashmakov V.I., Bosin M.E., Lavrentev F.F.** The influence of forest dislocations on the mobility of the twin boundaries in Zn crystals // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1974. Vol. 22. No.1. Pp. 305–315.

[4] **Liu Y., Xie Z., Van Humbeeck J., Delaey**

L. Some results on the detwinning process in NiTi shape memory alloys // *Scr. Mater.* 1999. Vol. 41. No. 12. Pp. 1273–1281.

[5] **Liu Y.** Detwinning process and its anisotropy in shape memory alloys // *Smart Mater. MEMS*. 2001. Vol. 4234. Pp. 82–93.

[6] **Liu Y., Xie Z.L.** Twinning and detwinning of <011> type II twin in shape memory alloy // *Acta Mater.* 2003. Vol. 51. No. 18. Pp. 5529–5543.

[7] **Liu Y., Xie Z.L.** The rational nature of type II twin in NiTi shape memory alloy // *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2006.

Vol.17. No. 12. Pp. 1083–1090.

[8] **Van Tendeloo G., Broddin D., Zandbergen H.W., Amelinckx S.** Detwinning mechanism, twinning dislocations and planar defects in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ // *Physica C*. 1990. Vol. 167. No. 5-6. Pp. 627–639.

[9] **Wang Y.N., Huang J.C.** The role of twinning and detwinning in yielding behavior in hot-extruded Mg-Al-Zn alloy // *Acta Mater.* 2007. Vol. 55. No. 3. Pp. 897–905.

[10] **Li B.Q., Sui M.L., Li B., Ma E., Mao S.X.** Reversible twinning in pure aluminum // *Phys. Rev. Lett.* 2009. Vol. 102. No. 20. Pp. 205504 (1–4).

[11] **Proust G., Kaschner G.C., Beyerlein I.J., et al.** Detwinning of high-purity zirconium: In-situ neutron diffraction experiments // *Experimental Mechanics*. 2010. Vol. 50. No. 1. Pp. 125–133.

[12] **Wang J., Li N., Anderoglu O., et al.** Detwinning mechanisms for growth twins in face-centered cubic metals // *Acta Materialia*. 2010. Vol. 58. No. 6. Pp. 2262–2270.

[13] **Brown D.W., Almer J.D., Clausen B.** Twinning and detwinning in beryllium during strain path changes // *Materials Science and Engineering A*. 2013. Vol. 559. Pp. 29–39.

[14] **Qu L., Yang Y., Lu Y.F., et al.** A detwinning process of $\{332\}\langle 113 \rangle$ twins in beta titanium alloys // *Scripta Materialia*. 2013. Vol. 69. No. 5. Pp. 389–392.

[15] **Kobler A., Lohmiller J., Schäfer J., et al.** Deformation-induced grain growth and twinning in nanocrystalline palladium thin films // *Beilstein J. Nanotechnol.* 2013. Vol. 4. No. 4. Pp. 554–566.

[16] **Shu B.P., Liu, L., Shen B., Hu W.B.** Deformation twinning and detwinning in the lamella copper observed by in-situ TEM // *Materials Letters*. 2013. Vol. 106. Pp. 225–228.

[17] **Yu Q., Wang J., Jiang Y., et al.** Twin-twin interactions in magnesium // *Acta Materialia*. 2014. Vol. 77. Pp. 28–42.

[18] **Yin S., Yang F., Yang X., et al.** The role of twinning-detwinning on fatigue fracture morphology of Mg-3%Al-1%Zn alloy // *Materials Science and Engineering A*. 2008. Vol. 494. No. 1-2. Pp. 397–400.

[19] **Wang S., Zhang Y., Schuman C., et al.** Study of twinning/detwinning behaviors of Ti by interrupted in situ tensile tests // *Acta Materialia*. 2015. Vol. 82. Pp. 424–436.

[20] **Hong S.G., Park S.H., Lee C.S.** Enhancing the fatigue property of rolled AZ31 magnesium alloy by controlling $\{10\text{--}12\}$ twinning-detwinning characteristics // *J. Mater. Res. B*. 2010. Vol. 25. No. 4. Pp. 784–792.

[21] **Wu W., Lee S.Y., Paradowska A.M., et al.** Twinning-detwinning behavior during fatigue-

crack propagation in a wrought magnesium alloy AZ31B // *Mater. Sci. Eng. A*. 2012. Vol. 556. Pp. 278–286.

[22] **Yoo M.H.** Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals // *Metallurgical and Materials Transactions. A*. 1981. Vol. 12. No. 3. Pp. 409–418.

[23] **Sarker D., Chen D.L.** Detwinning and strain hardening of an extruded magnesium alloy during compression // *Scripta Materialia*. 2012. Vol. 67. No. 2. Pp. 165–168.

[24] **Lou C., Zhang X., Wang R., et al.** Effects of untwinning and $\{1012\}$ twin lamellar structure on the mechanical properties of Mg alloy // *Acta Metall. Sin.* 2013. Vol. 49. No. 3. Pp. 291–296.

[25] **Wang J., Liu L., Tomé C.N., et al.** Twinning and detwinning via glide and climb of twinning dislocations along serrated coherent twin boundaries in hexagonal-close-packed metals // *Mater. Res. Lett.* 2013. Vol. 1. No. 2. Pp. 81–88.

[26] **Wang L., Huang G., Quan Q., et al.** The effect of twinning and detwinning on the mechanical property of AZ31 extruded magnesium alloy during strain-path changes // *Materials and Design*. 2014. Vol. 63. Pp. 177–184.

[27] **Sarker D., Friedman J., Chen D.L.** Detwinning and texture change in an extruded AM30 magnesium alloy during compression along normal direction // *J. Mater. Sci. Technol.* 2015. Vol. 31. No. 3. Pp. 264–268.

[28] **Brown D., Jain A., Agnew S., Clause B.** Twinning and detwinning during cyclic deformation of Mg alloy AZ31B // *Mater. Sci. Forum*. 2007. Vol. 539–543. Pp. 3407–3413.

[29] **Wu L., Jain A., Brown D.W., et al.** Twinning-detwinning behavior during the strain-controlled low-cycle fatigue testing of a wrought magnesium alloy, ZK60A // *Acta Materialia*. 2008. Vol. 56. No. 4. Pp. 688–695.

[30] **Wu L., Agnew S.R., Brown D.W., et al.** Internal stress relaxation and load redistribution during the twinning-detwinning-dominated cyclic deformation of a wrought magnesium alloy, ZK60A // *Acta Mater.* 2008. Vol. 56. No. 14. Pp. 3699–3707.

[31] **Yu Q., Zhang J., Jiang Y.** Direct observation of twinning-detwinning-retwinning on magnesium single crystal subjected to strain-controlled cyclic tension-compression in $[0001]$ direction // *Philosophical Magazine Letters*. 2011. Vol. 91. No. 12. Pp. 757–765.

[32] **Morrow V.M., McCabe R.J., Cerreta E.K., Tomé C.N.** In-situ TEM observation of twinning and detwinning during cyclic loading in Mg // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014. Vol. 45. No. 1. Pp. 36–40.



- [33] Lee S.Y., Wang H., Gharghoury M.A. Twinning-detwinning behavior during cyclic deformation of magnesium alloy // *Metals*. 2015. Vol. 5. No. 2. Pp. 881–890.
- [34] Zhang S.Y., Hainsworth S.V., Lawes S.D.A. Temperature dependence of low cycle fatigue behavior in AZ31 magnesium alloy // *Materials Today: Proceedings*. 2015. Vol. 2. No. 8. Pp. S243–S250.
- [35] Zheng L., Zhang S.H., Helm D., et al. Twinning and detwinning during compression-tension loading measured by quasi in situ electron backscatter diffraction tracing in Mg-3Al-Zn rolled sheet // *Rare Metals*. 2015. Vol. 34. No. 10. Pp. 698–705.
- [36] Miyazaki S., Otsuka K., Wayman C.M. The shape memory mechanism associated with the martensitic transformation in Ti-Ni alloys // *Acta Metall.* 1989. Vol. 37. No. 7. Pp. 1885–1890.
- [37] Dilibal S. Investigation of nucleation and growth of detwinning mechanism in martensitic single crystal NiTi using digital image correlation // *Metallogr. Microstruct. Anal.* 2013. Vol. 2. No. 4. Pp. 242–248.
- [38] Wang Y.-D., Liu W., Lu L., et al. Low temperature deformation detwinning – A reverse mode of twinning // *Advanced Engineering Materials*. 2010. Vol. 12. No. 9. Pp. 906–911.
- [39] Wang Y.M., Sansoz F., LaGrange T., et al. Defective twin boundaries in nanotwinned metals // *Nature Materials*. 2013. Vol. 12. No. 8. Pp. 697–702.
- [40] Zhang J., Xu F., Yan Y., Sun T. Detwinning-induced reduction in ductility of twinned copper nanowires // *Chin. Sci. Bull.* 2013. Vol. 58. No. 6. Pp. 684–688.
- [41] Proust G., Tome C.N., Jain A., Agnew S.R. Modeling the effect of twinning and detwinning during strain-path changes of magnesium alloy AZ31 // *Int. J. Plasticity*. 2009. Vol. 25. No. 5. Pp. 861–880.
- [42] Seiner H., Glatz O., Landa M. A finite element analysis of the morphology of the twinned-to-detwinned interface observed in microstructure of the Cu-Al-Ni shape memory alloy // *International Journal of Solids and Structures*. 2011. Vol. 48. No. 13. Pp. 2005–2014.
- [43] Wang H., Wu P.D., Tomé C.N., Wang J. A constitutive model of twinning and detwinning for hexagonal close packed polycrystals // *Mater. Sci. Eng. A*. 2012. Vol. 555. Pp. 93–98.
- [44] Wang H., Wu P.D., Wang J., Tomé C.N. A crystal plasticity model for hexagonal close packed (HCP) crystals including twinning and de-twinning mechanisms // *International Journal of Plasticity*. 2013. Vol. 49. No. 11. Pp. 36–52.
- [45] Qiao H., Agnew S.R., Wu P.D. Modeling twinning and detwinning behavior of Mg alloy ZK60A during monotonic and cyclic loading // *International Journal of Plasticity*. 2015. Vol. 65. No. 15. Pp. 61–84.
- [46] Zecevic M., Knezevic M., Beyerlein I.J., Tomé C.N. An elasto-plastic self-consistent model with hardening based on dislocation density, twinning and detwinning: Application to strain path changes in HCP metals // *Materials Science and Engineering. A*. 2015. Vol. 638. Pp. 262–274.
- [47] Bashmakov V.I., Chikova T.S. Evolution of twin-boundary geometry in bismuth crystals with an increase of load // *Crystallography Reports*. 2002. Vol. 47. No. 3. Pp. 489–494.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ЧИКОВА Тамара Семеновна — доктор физико-математических наук, профессор кафедры технической механики Гродненского государственного университета имени Янки Купалы, Республика Беларусь. 230023. Республика Беларусь, г. Гродно, ул. Ожешко, 22
t.chikova@grsu.by

БАШМАКОВ Виктор Иванович — доктор физико-математических наук, профессор кафедры технической механики Гродненского государственного университета имени Янки Купалы, Республика Беларусь. 230023. Республика Беларусь, г. Гродно, ул. Ожешко, 22
chts@tut.by

DOI: 10.5862/JPM.253.2

УДК 537.226.33

*В.М. Капралова¹, А.В. Ильинский², А.Р. Кастро³,
Л.А. Набиуллина³, Е.Б. Шадрин²*

¹Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого;

²Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург;

³Российский государственный педагогический университет
им. А.И. Герцена, г. Санкт-Петербург

ДЕЙСТВИЕ ОПТИЧЕСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ЗАРЯДОВОЕ И МАГНИТНОЕ СОСТОЯНИЯ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА В СИЛЛЕНИТАХ

Исследованы кристаллы силикосилленита с различной концентрацией примесных ионов железа. Обнаружено влияние подсветки на зарядовое состояние ионов железа (переход трехвалентных в двухвалентные). Момент такого перехода фиксировался путем измерения интенсивности сигнала электронного парамагнитного резонанса трехвалентных ионов. Показано, что при перезарядке меняется характер кристаллических связей иона железа с окружающими его лигандами. Предложена непротиворечивая модель процессов оптической перезарядки и модификации магнитных свойств примесных центров железа в монокристаллах силикосилленита.

СИЛИКОСИЛЛЕНИТ, ОПТИЧЕСКАЯ ПЕРЕЗАРЯДКА, СПЕКТРОСКОПИЯ ЭПР, ЛИГАНД, ИОН ЖЕЛЕЗА.

Введение

В данной работе исследованы кристаллы силико-силленита $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}(\text{BSO})$, легированные ионами Fe^{3+} .

Силлениты представляют собой нецентросимметричные оксиды вида $\text{Bi}_{12}\text{M}_x\text{O}_{20\pm\delta}$ ($\text{M} = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Ti}$), симметрия кристаллической решетки которых соответствует пространственной группе $I23$ [1,2]. В полностью стехиометрических кристаллах силленитов ионы элемента М четырехвалентны ($x = 1, \delta = 0$). При этом атом висмута, имея окончательную электронную конфигурацию $6s^2(1)6p^3(3)6d^0(5)$ (числа в скобках указывают количество участвующих в гибридизации орбиталей, верхние индексы указывают число электронов на них), в решетке силленита превращается в трехвалентный ион Bi^{3+} , что позволяет ему отдавать три электрона трех своих $6p$ -орбиталей на создание химических связей с окружающими лигандами (ионами кислорода) [3]. При этом в кристаллической решетке он является гептакоординирован-

ным (координационное число равно 7) (рис. 1) [2].

Описанные координационное и зарядовое состояния висмута означают, что три из его семи химических связей долж-

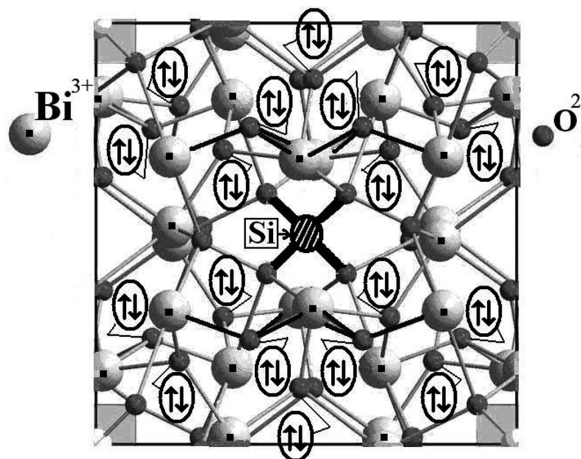


Рис. 1. Кристаллическая ячейка монокристалла силикосилленита $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$. Парными стрелками показаны 18 неподеленных электронных пар

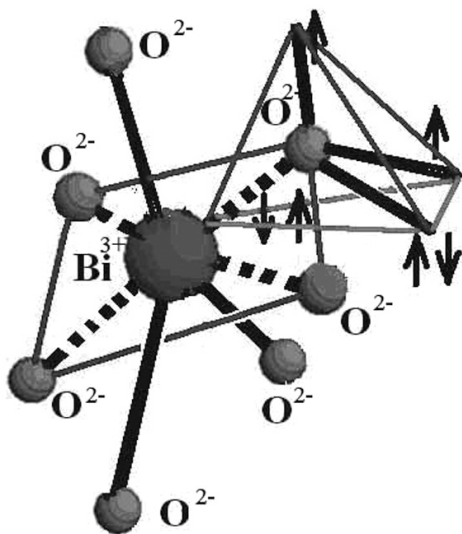


Рис. 2. Химические связи иона висмута с ионами кислорода в кристалле $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$. Сигма-связи показаны сплошными линиями, донорно-акцепторные — пунктиром

ны быть сигма-связями с ионами кислорода. Остальные четыре связи являются донорно-акцепторными (координационными). Таким образом, ион Bi^{3+} находится в решетке силленита в состоянии $6p^3(3)6d^0(4)$ -гибридизации. При этом орбитали ионов кислорода O^{2-} , связанных с ионом Bi^{3+} , вынужденно находятся в $2s^2(1)2p^4(3)$ -гибридизованных состояниях, в которых они имеют возможность отдать с одной гибридной орбитали электронную пару на вакантную орбиталь висмута для создания координационной связи (рис. 2).

Ион M образует четыре сигма-связи с ионами кислорода (см. рис. 1). В частности, ион Si^{4+} находится в состоянии $3s^2(1)3p^2(3)$ и образует указанные связи. Детальное рассмотрение кристаллической решетки $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ показывает, что ион кремния окружен только четырехкоординированными ионами кислорода, тогда как гептакоординированный ион висмута окружен как четырех-, так и трехкоординированными ионами кислорода. Однако, несмотря на трехкоординированность части ионов кислорода, все они находятся в состоянии $2s^2(1)2p^4(3)$ -гибридизации, имея по две гибридные орбитали с парой электронов на каждой из них, причем в четырехкоорди-

нированном варианте обе электронные пары заняты созданием координационных связей, тогда как в трехкоординированном варианте одна пара остается свободной (см. рис. 1).

Исследование кристаллов силленитов, легированных ионами железа, представляет особый интерес, так как железо всегда присутствует в этих соединениях в качестве фоновой примеси [4, 5]. Кроме того, легирование железом изменяет оптические, электрические и магнитные свойства силленитов таким образом, что существенно расширяет область их практического использования [6]. Однако в литературе на данный момент отсутствует устоявшееся мнение о том, является ли в кристаллах силленита ион Fe^{3+} донором с образованием иона Fe^{4+} в качестве финального состояния или же акцептором с Fe^{2+} в качестве финального состояния [7].

Настоящая работа посвящена исследованию магнитооптических свойств кристаллов силикосилленита $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$, легированных ионами Fe^{3+} , и рассматривает состояние ионов железа в такой кристаллической структуре.

Магнитные свойства ионов железа подробно изучены в составе многих соединений и, в частности, в гемоглобине крови. В связи с этим уместно привести некоторые сведения о магнитных свойствах гемоглобина, в формировании которых ионы железа играют важную роль, не только определяя красный цвет крови, но и обеспечивая выполнение кислородной транспортной функции эритроцитами крови. В табл. 1 представлены спиновые состояния иона железа в его различных зарядовых состояниях [8] в молекуле гемоглобина.

Итак, ион железа способен менять свое зарядовое состояние, находясь в центре октаэдрической структуры в молекуле гемоглобина [8]. В состоянии Fe^{3+} суммарный спин иона железа в геме равен $5/2$, так как в соответствии с правилом Хунда все пять электронов иона Fe^{3+} расположены на различных d -орбиталях. Обращает на себя внимание то обстоятельство, что d -орбитали не участвуют в гибридизации, хотя один из d -электронов вовлекается в формирование

Таблица 1

Магнитные состояния ионов железа в молекуле гемоглобина

Характеристика внешней электронной оболочки иона	Спиновое состояние	
	Fe ²⁺	Fe ³⁺
Электронная структура	↑	↑
	↑	↑
	↑	↑
	↑	↑
	↓↑	↑
Суммарный спин	2	5/2
Суммарный магнитный момент (в магнетонах Бора)	4	5

Примечание. Представлены магнитные состояния иона Fe²⁺ до присоединения кислорода и иона Fe³⁺ после присоединения молекулы угарного газа CO.

сигма-связи с молекулой угарного газа, что приводит к смене валентности иона железа с 2+ на 3+ (см. табл. 1) после присоединения молекулы CO (он имел валентность 2+ в октаэдрическом окружении до ее присоединения).

Причина того, что *d*-орбитали не участвуют в гибридизации, хотя один из *d*-электронов вовлекается в формирование связей, сводится к тому, что атомы переходных металлов обладают недостроенными 3*d*-оболочками. В частности, атом железа имеет шесть 3*d*-электронов вместо десяти. Это связано с тем, что энергия 3*d*-состояний выше, чем энергия 4*s*-состояний, поэтому 4*s*-орбитали начинают заполняться электронами раньше, чем происходит окончательное заполнение электронами 3*d*-оболочек. Данная электронная конфигурация обеспечивает 3*d*-орбиталям возможность отдавать свои электроны для создания химических связей без участия в гибридизации. В частности, для иона железа гибридные орбитали Fe-октаэдра гема строятся из 4*s*²(1)- и 4*p*⁰(3)-орбиталей.

В состоянии Fe²⁺ суммарный спин иона железа может быть равен 4/2 или равен нулю, в зависимости от того, присоединен к нему или нет посторонний молекулярный комплекс. Заметим, что это свойство определяет возможность транспорта кислорода

кровью в живом организме.

В случае силленитов ион железа также способен, как показано далее в настоящей статье, менять свое зарядовое и магнитное состояния, трансформируясь из иона Fe³⁺ в ион Fe²⁺, причем, в отличие от гемоглобина, без изменения геометрической структуры окружения и присоединения посторонних молекулярных комплексов.

Цели настоящей работы — выявить роль примеси железа в формировании магнитных и оптических свойств кристаллов Bi₁₂SiO₂₀:Fe и установить влияние оптического излучения на характер кристаллических связей иона железа с окружающими его лигандами.

Образцы и методика эксперимента

Исследования электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) проведены на образцах кристаллов силиката висмута Bi₁₂SiO₂₀, выращенных методом Чохральского. Легирование ионами железа производилось на этапе синтеза образцов путем подмешивания в исходную шихту оксида железа (III) Fe₂O₃. Размеры образцов составляли 7 × 5 × 1 мм. При измерениях использовались четыре монокристаллических образца Bi₁₂SiO₂₀ с концентрацией железа 3,0·10¹⁵, 1,7·10¹⁶, 5,6·10¹⁶ и 6,0·10¹⁷ см⁻³.

Для регистрации спектров ЭПР исполь-

зовался модифицированный отечественный ЭПР-спектрометр (тип РЭ-1306, рабочая длина волны микроволнового излучения — 3,2 см), дополнительно снабженный системой подавления шумов, системой формирования калибровочных резонансных меток на основе монокристалла, содержащего двухвалентный марганец. Лазерное излучение вводилось через специальное отверстие в резонаторе ЭПР-спектрометра с помощью светопровода и фокусировалось на образце.

В качестве источников излучения использовались полупроводниковый лазер марки Laser 303 (длина волны — 542 нм, ширина полосы излучения — 4 нм, мощность — 200 мВт, плотность мощности — $2,55 \cdot 10^5$ Вт/м², диаметр луча — 0,2 см), светодиодный излучатель АЛ-112 Б (длина волны излучения в максимуме — 540 нм, ширина полосы излучения — 70 нм), а также гелий-неоновый лазер с плотностью мощности 200 мВт/см².

Результаты экспериментов

Калибровка интенсивности ЭПР-поглощения спектрометра позволила оценить концентрацию парамагнитных ионов железа в разных образцах.

Сигналы ЭПР на первом этапе исследования регистрировались при температуре 300 К в отсутствие внешней засветки

(рис. 3).

Абсолютная интенсивность сигналов ЭПР была прямо пропорциональна исходной концентрации ионов железа (табл.2), определяемой долей Fe_2O_3 в исходной шихте при синтезе.

По полученным данным ЭПР-поглощения магнитными ионами железа Fe^{3+} в различных образцах, были построены концентрационные зависимости параметров линий ЭПР: ширины и эффективного g-фактора. Результаты приведены в табл. 2 и на рис. 4.

Облучение образцов светом полупроводникового лазера марки Laser 303 и светодиодного излучателя АЛ-112Б вызывало подавление интенсивности сигнала ЭПР на 20 % от своего темнового значения. Воздействие светом гелий-неонового лазера (для образца **BSO:FeII с концентрацией ионов железа** $5,6 \cdot 10^{16}$) вызывало падение уровня сигнала ЭПР на 10 % от его темнового значения.

Обсуждение результатов

Поведение интенсивности сигналов ЭПР от образцов $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}:\text{Fe}$ соответствовало ожидаемому, а именно: с ростом концентрации магнитных ионов железа интенсивность сигнала ЭПР росла линейно. Положение линии ЭПР, обусловленной ионом Fe^{3+} , сдвигалось с ростом концентрации ионов

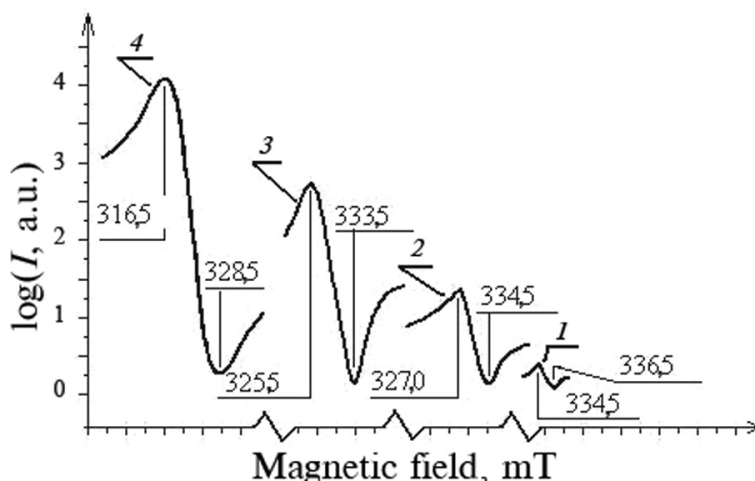


Рис. 3. Сигналы ЭПР монокристаллов BSO:Fe при различных концентрациях магнитных ионов Fe^{3+} . Номера кривых соответствуют номерам образцов, приведенных в табл. 2

Таблица 2

Значения параметров линий ЭПР-поглощения в $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}:\text{Fe}$ в зависимости от концентрации ионов трехвалентного железа

Номер образца	Название образца	Содержание магнитных ионов в образце	Ширина линии ЭПР, мТл	g-фактор	Абсолютная интенсивность линии, отн.ед.
1	BSO:Fe	$3,0 \cdot 10^{15}$	2,0	1,988	20
2	BSO:FeI	$1,7 \cdot 10^{16}$	7,5	2,028	110
3	BSO:FeII	$5,6 \cdot 10^{16}$	8,0	2,036	360
4	$\text{BS}_{0,52}\text{OFe}_{0,48}$	$6,0 \cdot 10^{17}$	12,0	20,77	10000

Примечания. Измерения проведены при 300 К. Рабочая длина волны микроволнового излучения – 3,2 см.

железа в сторону меньших магнитных полей (g-фактор возрастал). Общепринятое объяснение этому явлению сводится к тому,

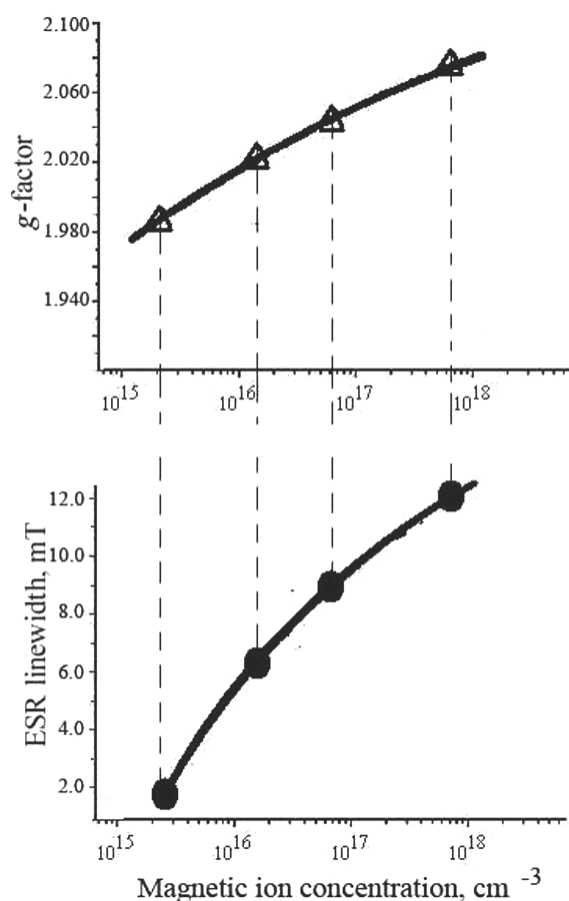


Рис. 4. Зависимости параметров линий ЭПР-поглощения от числа магнитных ионов в образце

что ионы железа, являясь классическими ферромагнетиками и взаимодействуя между собой, формируют внутри кристалла внутреннее магнитное поле, которое, складываясь с внешним, обеспечивает магнитный резонанс при меньших внешних полях. Об усилении взаимодействия магнитных ионов Fe^{3+} с ростом концентрации железа в образцах свидетельствует также рост ширины линии ЭПР (см. рис. 4). Вероятно, с ростом концентрации увеличивается интенсивность спин-решеточной релаксации, то есть укорачивается ее характерное время. Нельзя также исключать и рост вклада неоднородного уширения линии ЭПР при увеличении концентрации магнитных центров.

Принимая массу моля кристалла $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ равной 2856 г, плотность кристалла равной 8,8 г/см³ [1], получим, что 1 моль силиката висмута имеет объем 324,5 см³. С учетом этого, проведенный нами гравиметрический анализ дает результат, который показывает, что исследованные образцы кристаллов состава $\text{BiSi}_{0,52}\text{OFe}_{0,48}$, обладая в среднем объемом 0,035 см³, содержат около 10^{18} магнитных ионов железа. Данные ЭПР дают с точностью до 15–20 % ту же численную оценку. Таким образом, как гравиметрические данные, так и данные ЭПР указывают на то, что ионы железа в решетке $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ замещают ионы кремния и являются тем самым тетракоординированными.

Поэтому в основном трехвалентном со-



стоянии ион железа Fe^{3+} , имея, по данным ЭПР, суммарный спин $5/2$, должен иметь гибридизацию $4s^2(1)4p^1(3)$, хотя электронная конфигурация нейтрального атома железа на $4p$ -орбиталях электронов не содержит. Таким образом, в кристалле BSO при тетракоординированном положении иона железа этот ион делегирует своему окружению три валентных электрона (один из которых является d -электроном) для создания трех сигма-связей с тремя лигандами (ионами кислорода). При этом четвертая гибридная орбиталь иона железа, будучи пустой, образует донорно-акцепторную связь с одним из $2s^2(1)2p^4(3)$ -гибридизованных ионов кислорода. Таким образом, на этапе синтеза кристалла при формировании кристаллической решетки силленита создается ситуация, при которой атом кислорода, присоединяясь к атому железа, «вытягивает» с внутренних d -орбиталей атома железа один из шести $3d$ -электронов нейтрального атома железа и помещает его при формировании химической связи на одну из четырех гибридных орбиталей $4s^2(1)4p^1(3)$ иона Fe^{3+} (точно такая же ситуация реализуется в трехвалентном ионе железа в молекуле гемоглобина). Электронная конфигурация внешней электронной оболочки иона железа такова, что указанный вариант гибридизации оказывается единственно возможным в условиях одновременного соблюдения следующих условий:

четырёхкоординированность иона железа Fe^{3+} ;

трехвалентность иона железа Fe^{3+} ;

наличие у иона железа Fe^{3+} суммарного спина $5/2$.

Подчеркнем, что в данном случае ни одна из пяти $3d$ -орбиталей ни при каких условиях не может участвовать в гибридизации, так как в противном случае оставшиеся четыре $3d$ -орбитали иона железа не в состоянии обеспечить зафиксированный экспериментально суммарный спин $5/2$.

Формально в приводимых нами обозначениях орбиталей иона Fe^{3+} это отражено в замене с 0 на 1 верхнего индекса при $4p^0(3)$ -орбиталях атома железа, участвующей в $4s^2(1)4p^1(3)$ -гибридизации. Данное исходное состояние иллюстрирует рис. 5, а.

Для возбужденного двухвалентного, инициированного подсветкой, состояния иона железа Fe^{2+} имеет место иная гибридизация иона железа, а именно — $4s^2(1)4p^0(3)$, что соответствует возврату «вытянутого» кислородом электрона на одну из пяти $3d$ -орбиталей. Одна из возможностей такого возврата состоит в том, что квант света разрывает одну из сигма-связей иона железа с ионом кислорода и возбужденный электрон, преодолевая за счет энергии кванта потенциальный барьер, возникший при образовании сигма-связи, переходит на одну из пяти $3d$ -орбиталей иона Fe^{3+} , во-первых, понижая его валентность от значения $3+$ до значения $2+$ и, во-вторых, понижая суммарный магнитный момент от значения $5/2$ для иона Fe^{3+} до значения $4/2$ для иона Fe^{2+} (см. табл. 1) за счет спаривания пришедшего на d -орбиталь шестого электрона с одним из пяти имеющихся. Таким образом, в возбужденном подсветкой состоянии имеет место наличие двух валентных электронов для создания двух сигма-связей иона Fe^{2+} с двумя лигандами (ионами кислорода), а одна из гибридных орбиталей опустошается. В этом состоянии третья и четвертая гибридные орбитали иона железа, будучи теперь пустыми, образуют донорно-акцепторные связи с двумя $2s^2(1)2p^4(3)$ -гибридизованными орбиталями иона кислорода (рис. 5, б).

Вышеизложенное означает, что у иона Fe^{2+} появляется новая донорно-акцепторная связь взамен сигма-связи, откуда следует, что и в ионе кислорода, имевшего до подсветки полноценную сигма-связь с ионом железа, также происходит в результате действия света перераспределение электронной плотности: одна из неподеленных электронных пар, до действия подсветки делегированная на одну из донорно-акцепторных связей иона Bi^{3+} , передается теперь иону Fe^{2+} , а иону висмута остается на этой связи один электрон. Это вынуждает ион Bi^{3+} также произвести перераспределение своей электронной плотности таким образом, чтобы его нарушенная координационная связь с ионом кислорода была восстановлена. Для этого ион Bi^{3+} заимствует один электрон у трех-

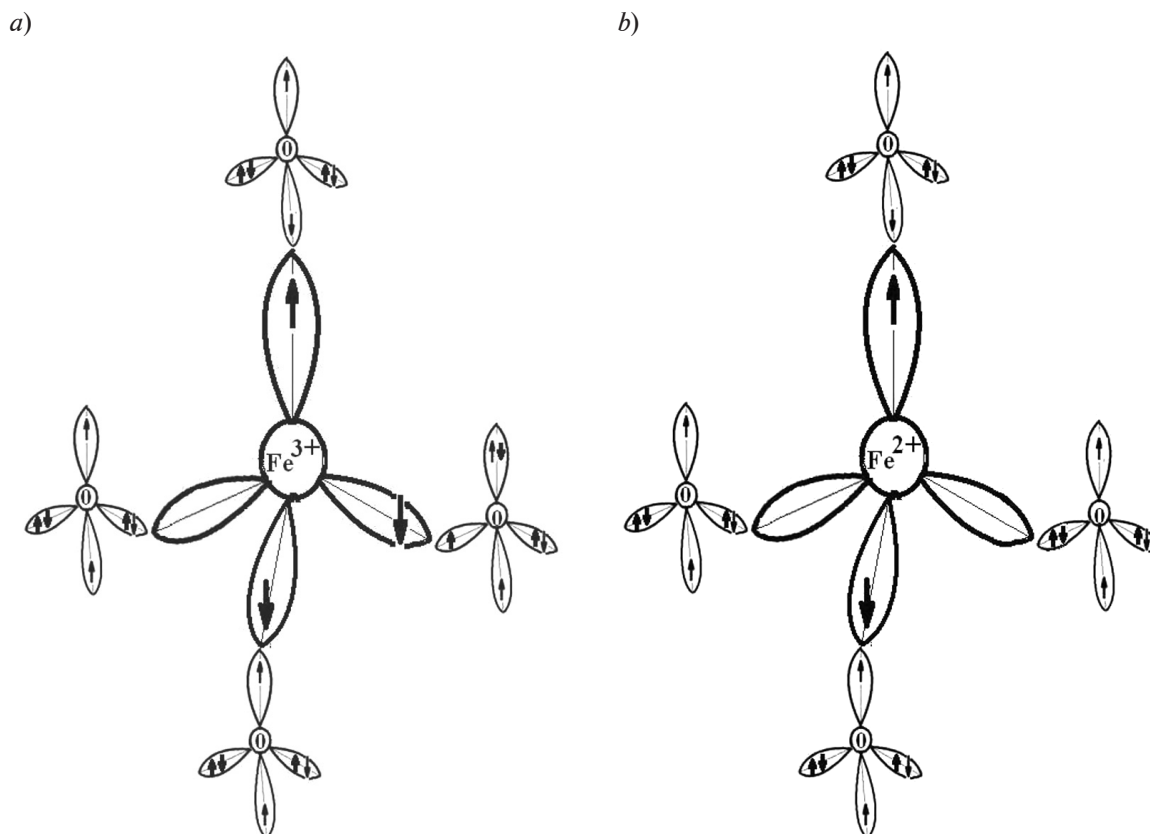


Рис. 5. Темновое (a) и модифицированное подсветкой (b) состояния иона железа и его ближайшего окружения.

Ионы Fe^{3+} (a) и Fe^{2+} (b) находятся в состоянии sp^3 -гибридизации; гибридные орбитали направлены к вершинам правильного тетраэдра

координированного иона кислорода (см. рис. 1) который, хотя и являлся трехкоординированным, тем не менее, находился в состоянии $2s^2(1)2p^4(3)$ -гибридизации (см. рис. 1) и потому имел свободную неподделенную пару электронов, не участвовавшую в формировании химических связей в кристаллической решетке. Перераспределение электронной плотности в указанном трехкоординированном ионе кислорода создает свободную, возбужденную светом электронную вакансию (дырку) в валентной зоне кристалла, которая способна, как в любом полупроводнике, мигрировать по кристаллу. Из общефизических соображений следует, что возбуждение электронной вакансии более вероятно у трехкоординированных ионов кислорода, нежели у четырехкоординированных, так как энергия отрыва от них электронов должна быть в

целом ниже, чем энергия отрыва электрона от атома кислорода, у которого все гибридные орбитали участвуют в создании химических связей кристаллического каркаса. Из приведенного описания следует также, что валентная зона кристалла силленита должна строиться из орбиталей атомов кислорода, легко отдающих электроны, тогда как зона проводимости вероятнее всего строится из орбиталей атомов, принимающих электроны (Bi, Fe).

Вторая возможность возврата электрона на внутренние d -орбитали иона Fe^{3+} и перехода его в состояние со спином $4/2$ состоит в том, что квант света возбуждает в кристалле неравновесный электрон и неравновесную дырку, как это обычно происходит в полупроводниковом кристалле. Свободный электрон захватывается на $3d$ -орбиталь иона Fe^{3+} , но при этом ион железа «вытесняет»



ставший «лишним» электрон сигма-связи на ион кислорода, образуя двухвалентный ион Fe^{2+} . Отсюда следует, что конечное состояние во втором варианте процесса оптической перезарядки иона Fe^{3+} такое же, как и в первом, то есть Fe^{2+} , а не Fe^{4+} , как это заключается в работе [7].

Подчеркнем еще раз, что, по нашему мнению, все ионы кислорода в решетке силленита находятся в состоянии $2s^2(1)2p^4(3)$ -гибридизации, несмотря на то, что в элементарной ячейке присутствуют как четырех-, так и трехкоординированные ионы кислорода. Это кажущееся противоречие, с нашей точки зрения, может быть разрешено следующим образом.

Ион кислорода в $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ всегда находится в состоянии sp^3 -гибридизации. В наших обозначениях это $2s^2(1)2p^4(3)$. Причина такого положения состоит в том, что, как показывают рентгеновские исследования, химические связи ни у одного из ионов кислорода не лежат в одной плоскости, то есть все ионы кислорода в решетке $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ не находятся в позициях, при которых их химические связи расположены в одной плоскости под углами 120° , как при $2s^2(1)2p^2(3)$ -гибридизации или по одной прямой, как при $2s^2(1)2p^1(1)$ - или $2s^2(1)2p^2(1)$ -гибридизациях. При этом все ионы кислорода имеют химические связи либо с висмутом, либо с кремнием, но никак не связаны друг с другом (см. рис. 1).

Все ионы кремния гибридизованы обычным образом ($4s^2(1)3p_x^1(1)3p_y^1(1)3p_z^0(1)$), то есть образуют с ионами кислорода обычные сигма-связи, тогда как ионы висмута расположены в гептаэдрическом окружении и, будучи трехвалентными, но образуя семь связей, требуют каждый по четыре неподеленные электронные пары для образования координационных связей. Если бы ионы кислорода не пребывали в состоянии с двумя неподеленными парами, то висмут (ввиду своей трехвалентности) был бы, как показывает простой анализ, не в состоянии образовать необходимые иону висмута в гептаэдре семь химических связей, так как только три из семи этих связей (ввиду трехвалентности Bi^{3+}) могут быть полноценными сигма-связями.

Такое объяснение подтверждается рентгеновскими исследованиями кристаллической решетки силикосилленита, которые показывают направления валентных связей ионов кислорода, из чего следует, что часть ионов кислорода (в частности, те, что связаны с кремнием обычной сигма-связью), образуя с соседями только три связи (см. рис. 1), но находясь в состоянии sp^3 -гибридизации с двумя неподеленными парами, расходуют на координационные связи только одну из неподеленных пар, а другая свободно располагается внутри кристалла.

Идея о наличии свободных неподеленных пар в кристаллах силленитов высказывалась и ранее [9,10], но без детального объяснения возможности их появления. Приведенный нами в настоящей работе анализ показывает, что кристаллическая ячейка силленита содержит более десятка таких свободных пар электронов (см. рис. 1).

Описанная ситуация наводит на мысль, что плечо интенсивного оптического поглощения вблизи края фундаментального поглощения силленитов, которое, с нашей точки зрения, имеет собственную, а не примесную природу, с большой вероятностью обязано своим происхождением упомянутым неподеленным парам, легко отдающим свои электроны в зону проводимости.

Заметим также, что локальное фотовозбуждение, которое может быть легко реализовано в кристаллах силленитов, помимо возникновения локальных электрических полей за счет эффекта Дембера, приведет, как следует из результатов настоящей работы, к локальному изменению валентности и магнитного состояния иона железа в освещенной области кристалла. Такое изменение, в свою очередь, приведет к дополнительному локальному профилированию магнитных и электрических полей в кристалле силленита. Последнее должно происходить за счет изменения локального кристаллического поля, вызываемого изменением типа и соответственно энергии химических связей при смене валентности иона железа. Данный эффект может быть использован на практике при записи опти-

ческой информации на кристаллах силленитов, а, с учетом их высоких электрооптических коэффициентов, и считывания электрооптического рельефа поляризованным светом, а также магнитного рельефа магниточувствительным зондом.

Заключение

Таким образом, действие оптического излучения на зарядовое и магнитное состояния ионов железа в силленитах приводит, во-первых, к изменению валентности иона железа от величины $3+$ до величины $2+$,

во-вторых, к изменению суммарного магнитного момента иона железа от значения $5/2$ до значения $4/2$ и, в-третьих, к перестройке характера связей между элементами кристаллической решетки. Укажем, что такая перестройка не приводит к структурным изменениям кристаллической решетки силленита в отличие от перестройки структуры окружения иона железа в молекуле гемоглобина, где такая перестройка сопровождается выходом иона Fe из плоскости основания октаэдра при смене валентности от значения $3+$ до значения $2+[1]$.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Блистанов А.А., Бондаренко В.С., Переломова Н.В. и др. Акустические кристаллы. Справочник. Под ред. М.П. Шаскольской. М.: Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит.-ры, 1982, 632с.
- [2] Skorikov V.M., Kargin Y.F., Egorysheva A.V., et al. Growth of crystal with sillenite structure // Inorg. Mater. 2005. Vol. 41.No. 1.Pp. 24–46.
- [3] Боум А. Квантовая механика: основы и приложения. Пер. с англ. М.: Мир, 1990. 720 с.
- [4] Ahmad I., Marinova V., Vrielinck H., et al. A photosensitive Cr^{3+} center in photorefractive $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ crystals co-doped with chromium and phosphorus // J. Appl. Phys. 2011. Vol. 109. No. 8. P. 083506.
- [5] Briat B., Fabre J.C., Topa V. Optical properties in $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}:\text{Fe}$ single crystals // Defects in Insulating Materials. Proc. of the 12th Intern. Conf. O. Kanert and J.M. Spaeth, eds. London: World Scientific, 1993. Vol. 2. 1160 p.
- [6] Castro R.A., Nabiullina L.A., Shadrin E.B. Dielectric relaxation in sillenite crystals $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}:\text{Fe}$ // Journal of Physics: Conference Series. 2014. Vol. 572. P. 012020.
- [7] Porwal N.K., Kadam R.M., Babu Y., et al. Electron paramagnetic resonance studies of photorefractive crystals II: Fe^{3+} doped $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ with copper vapour laser illumination in 10 – 100 K range // Pramana. Journal of Physics. 1997. Vol. 48. No. 4. Pp. 929–935.
- [8] Блюменфельд Л.А. Гемоглобин // Соросовский образовательный журнал. 1998. №4. С. 33–38.
- [9] Wiehl L., Friedrich A., Hauss E., et al. Structural compression and vibrational properties of $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ sillenite from experiment and theory // J. Phys.: Condens. Matter. 2010. Vol. 22. No. 50. P. 505401.
- [10] Rever H., Hellwig U., Tieman O. Optically detected magnetic resonance in bismuth-on-metal-site intrinsic defects in photorefractive sillenite crystals // Phys. Rev. B. 1993. Vol. 47. No. 10. Pp. 5638–5645.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

КАПРАЛОВА Виктория Маратовна — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры интегральной электроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
kapralova2006@yandex.ru

ИЛЬИНСКИЙ Александр Валентинович — доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики фазовых переходов в твердых телах Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН.

194021, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26
jenyasha@yandex.ru

КАСТРО Арата Рене Алехандро — доктор физико-математических наук, профессор кафедры физической электроники РГПУ им. А.И. Герцена.

191186, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, наб. р. Мойки, 48
recastro@mail.ru



НАБИУЛЛИНА Лилия Ансафовна — аспирант кафедры физической электроники *Российского государственного педагогического университета им. А.И. Герцена*

191186, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, наб. р. Мойки, 48
lia-nabiullina@yandex.ru

ШАДРИН Евгений Борисович — доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией *физики фазовых переходов в твердых телах Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН.*

194021, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26
shadr.solid@mail.ioffe.ru

Kapralova V.M., Il'insky A.V., Castro A.R., Nabiullina L.A., Shadrin E.B.
AN EFFECT OF OPTICAL RADIATION ON CHARGE AND MAGNETIC STATES OF THE IRON IONS IN THE SILLENITES.

The silico-sillenite single crystals with various concentration of impurity iron ions have been studied. An effect of light on the charge state of iron ions was found involving the transition of Fe^{3+} to Fe^{2+} . The transition was recorded by means of ESR signal intensity measurement. The parameters of the ESR absorption lines were obtained and analyzed. The nature of chemical bonds between iron ions and surrounding ligands was shown to be changed by the laser-induced recharge. A consistent model for optical recharge process and magnetic properties modification of iron impurity centers in the silico-sillenite single crystals was suggested.

SILICO-SILLENITE, OPTICAL RECHARGE, ESR SPECTROSCOPY, LIGAND, IRON ION.

REFERENCES

- [1] A.A. Blistanov, V.S. Bondarenko, N.V. Perelomova, et al., *Akusticheskiye kristally* [Acoustic crystals], Reference book, Moscow, Nauka, 1982.
- [2] V.M. Skorikov, Y.F. Kargin, A.V. Egorysheva, et al., Growth of crystal with sillenite structure, *Inorg. Mater.* 41 (1) (2005) 24–46.
- [3] A. Bohm, *Kvantovaya mekhanika: osnovy i prilozheniya* [Quantum theory: foundations and applications], Moscow, Mir, 1990.
- [4] I. Ahmad, V. Marinova, H. Vrielinck, et al., A photosensitive Cr^{3+} center in photorefractive $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ crystals co-doped with chromium and phosphorus, *J. Appl. Phys.* 109 (8) (2011) 083506.
- [5] B. Briat, J.C. Fabre, V. Topa, Optical properties in $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}:\text{Fe}$ single crystals, Defects in Insulating Materials, Proc. of the 12th Intern. Conf., O. Kanert and J.M. Spaeth, eds, London, World Scientific Vol. 2, 1160 p, (1993). In O. Kanert and J.M. Spaeth, editors, Defects in Insulating Materials, World Scientific (1993) S 1160.
- [6] R.A. Castro, L.A. Nabiullina, E.B. Shadrin, Dielectric relaxation in sillenite crystals $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}:\text{Fe}$, *Journal of Physics: Conference Series* 572 (2014) 012020.
- [7] N.K. Porwal, R.M. Kadam, Y. Babu, et al., Electron paramagnetic resonance studies of photorefractive crystals II: Fe^{3+} doped $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ with copper vapour laser illumination in 10 – 100 K range, *Pramana, Journal of Physics.* 48(4) (1997) 929–935.
- [8] L.A. Blyumenfeld, Gemoglobin [Haemoglobin], *Sorovskiy obrazovatelnyy zhurnal*, No. 4 (1998) 33–38.
- [9] L. Wiehl, A. Friedrich, E. Hauss, et al., Structural compression and vibrational properties of $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ sillenite from experiment and theory, *J. Phys.:Condens. Matter.* 22 (50) (2010) 505401.
- [10] H. Rever, U. Hellwig, O. Tieman, Optically detected magnetic resonance in bismuth-on-metal-site intrinsic defects in photorefractive sillenite crystals, *Phys. Rev. B.* 47 (10) (1993) 5638–5645.

THE AUTHORS

KAPRALOVA Victoriya M.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
kapralova2006@yandex.ru

IL'INSKY Aleksander V.

Ioffe Physical Technical Institute of the Russian Academy of Sciences
26 Polytekhnicheskaya St., St. Petersburg, 194021, Russian Federation
jenyasha@yandex.ru

CASTRO Arato Rene A.

Herzen State Pedagogical University of Russia
48 Moyka Emb., St. Petersburg, 191186, Russian Federation
addressworken
recastro@mail.ru

NABIULLINA Liliya A.

Herzen State Pedagogical University of Russia
48 Moyka Emb., St. Petersburg, 191186, Russian Federation
lia-nabiullina@yandex.ru

SHADRIN Eugeny B.

Ioffe Physical Technical Institute of the Russian Academy of Sciences
26, Polytekhnicheskaya St., St. Petersburg, 194021, Russian Federation
shadr.solid@mail.ioffe.ru



МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

DOI: 10.5862/JPM.253.3

UDC 536.24

*N.V. Ganesh¹, B. Ganga², A.K.A. Hakeem³,
S. Saranya³, R. Kalaivanan³*

¹ Karpagam Academy of Higher Education, Coimbatore, Tamil Nadu, India

² Providence College for Women, Coimbatore, Tamil Nadu, India

³ Sri Ramakrishna Mission Vidyalaya College of Arts and Science,
Coimbatore, Tamil Nadu, India

HYDROMAGNETIC AXISYMMETRIC SLIP FLOW ALONG A VERTICAL STRETCHING CYLINDER WITH A CONVECTIVE BOUNDARY CONDITION

Steady axisymmetric laminar boundary-layer slip flow of a viscous incompressible fluid and heat transfer towards a vertical stretching cylinder in the presence of a uniform magnetic field is investigated. It is assumed that the left surface of the cylinder is heated by a hot convective flow. Using a similarity transformation, the governing system of partial differential equations is first transformed into a system of coupled nonlinear ordinary differential equations. The resulting intricate nonlinear boundary value problem is solved numerically by the fourth-order Runge – Kutta method with the shooting iteration technique. The analytical solutions are presented for a special case. The effects of various physical parameters on the velocity and temperature profiles are discussed through graphs. The values of the skin friction coefficient and the Nusselt number are tabulated and examined. It is found that the thermal boundary layer thickness increases with an increase in the velocity slip, the magnetic field, the surface convection parameter and the curvature parameter and decreases with the Prandtl number.

AXISYMMETRIC FLOW, MHD, SLIP FLOW, STRETCHING CYLINDER, CONVECTIVE BOUNDARY.

1. Introduction

Flow and heat transfer due to a stretching cylinder or a flat plate in a quiescent or moving fluid is important in a number of industrial manufacturing processes that include manufacturing both metal and polymer sheets. Flow over a cylinder is considered to be two-dimensional if the body's radius is large and comparable to the boundary-layer thickness. On the other hand, for a thin or a slender cylinder, the radius of the cylinder can be of the same order as the boundary-layer thickness. Therefore, the flow may be considered axisymmetric instead of two-dimensional along a vertical or a horizontal cylinder [1 – 6].

Magnetohydrodynamic (MHD) flow and heat transfer for fluid have broad applications in various engineering problems such as MHD power generators, petroleum industries, plasma studies, geothermal energy extractions, boundary layer control in the field of aerodynamics, and many others [7–27]. MHD flow along a stretching cylinder has been considered by the authors of Refs. [28–31].

The nonadherence of the fluid to a solid boundary, known as velocity slip, is a phenomenon that has been observed under certain circumstances. When fluid is encountered in microelectromechanical systems, the no-slip condition at the solid-fluid

interface is abandoned in favor of a slip flow model which represents the nonequilibrium region near the interface more accurately. In all of the above-mentioned investigations, the no-slip condition at the boundary was assumed. Even in literature, the slip flow over a flat plate has not been studied sufficiently. Zheng, et al. [32] investigated the flow and the radiation heat transfer of nanofluid over a stretching sheet with the velocity slip and the temperature jump in a porous medium. Mukhopadhyay [33] analyzed the slip effects on MHD flow along a horizontal stretching cylinder. Very recently, Abbas, et al. [34] studied the slip effects on the flow over an unsteady stretching/shrinking cylinder in the presence of suction.

Heat transfer characteristics of the stretching sheet problem have been restricted to two boundary conditions of either prescribed temperatures or heat flux on the wall in the published papers. Most recently, the heat transfer problems for a boundary layer flow concerning a convective boundary condition was investigated by Aziz for Blasius flow [35]. Following Aziz, many researchers investigated boundary layer flows with the convective boundary condition [36–40].

All the above-mentioned studies on the flow along a stretching cylinder have been carried out with a prescribed surface temperature (PST) and prescribed surface heat flux (PHF) boundary conditions only. This motivates us to do the present work. We investigated the slip effect on MHD flow along a vertical stretching cylinder with a convective boundary condition. Using a similarity transformation, the governing system of partial differential equations was first transformed into coupled nonlinear ordinary differential equations and then solved through the numerical shooting method.

2. Equations of motion

Let us consider the steady axisymmetric slip flow of incompressible fluid along a vertical stretching cylinder in the presence of a uniform magnetic field. The x -axis is measured along the tube axis and the r -axis is measured in the radial direction. It is assumed that a uniform magnetic field of intensity B_0 acts in the radial direction. The magnetic Reynolds number

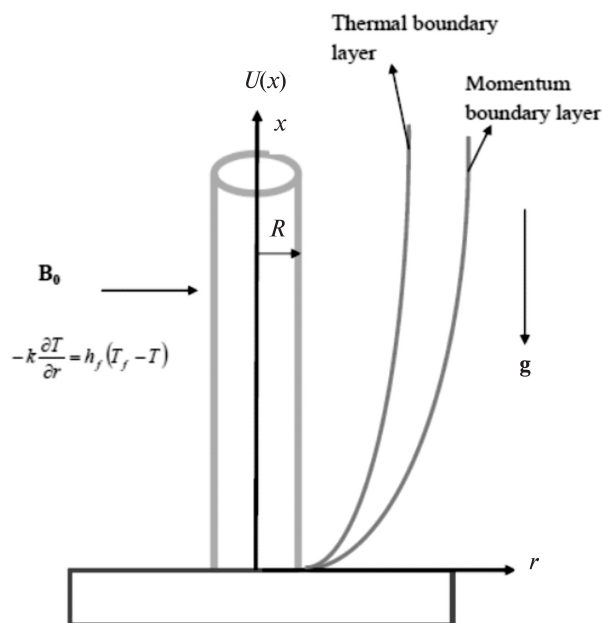


Fig. 1. The coordinate system and the physical model

is assumed to be small so that the induced magnetic field is negligible in comparison with the applied magnetic field. It is also assumed that the left side of the cylinder is heated by convection from the hot fluid at temperature T_f which provides a heat transfer coefficient h_f and T is the ambient fluid temperature (see Fig. 1).

The continuity, the momentum and the energy equations governing such type of flow [33] are as follows:

$$\frac{\partial(ru)}{\partial x} + \frac{\partial(rv)}{\partial r} = 0, \quad (1)$$

$$u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial r} = \frac{\nu}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \left(\frac{\partial u}{\partial r} \right) \right) + g\beta(T - T_\infty) - \frac{\sigma B_0^2 u}{\rho}, \quad (2)$$

$$u \frac{\partial T}{\partial x} + v \frac{\partial T}{\partial r} = \frac{\alpha}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \left(\frac{\partial T}{\partial r} \right) \right), \quad (3)$$

where u and v are the velocity components, respectively in x and r directions; $\nu = \mu / \rho$ is the kinematic viscosity (μ is the dynamic viscosity of the fluid); ρ is the fluid density; g is the acceleration due to gravity; β is the

volumetric coefficient of thermal expansion; σ is the electric conductivity of the medium, B_0 is the uniform magnetic field, α is the thermal diffusivity of the fluid; T is the fluid temperature.

2.1. Boundary conditions

The appropriate boundary conditions for the problem are given by the following formulae:

$$\begin{aligned} u &= U(x) + A_1 v \frac{\partial u}{\partial r}, \quad v = 0, \\ -k \frac{\partial T}{\partial r} &= h_f (T_f - T) \end{aligned} \quad (4)$$

at $r = R$;

$$u \rightarrow 0, \quad T \rightarrow T_\infty \quad \text{as } r \rightarrow \infty. \quad (5)$$

Here $U(x) = U_0 x/L$ is the stretching velocity (U_0 is the reference velocity, L is the characteristic length), A_1 is the velocity slip, k is the thermal conductivity, T_f is the hot fluid temperature, h_f is the convective heat transfer coefficient, R is the cylinder radius.

2.2. Method of solution

The continuity equation is automatically satisfied by the introduction of a stream function ψ as

$$u = \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r}, \quad v = \frac{-1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial x}.$$

Introducing the similarity variable as

$$\eta = \frac{r^2 - R^2}{2R} \left(\frac{U}{vx} \right)^{0.5},$$

$$\psi = (Uvx)^{0.5} R F(\eta),$$

$$\theta(\eta) = \frac{T - T_\infty}{\Delta T}, \quad \Delta T = T_f - T_\infty \quad (6)$$

and upon substitution of (6) in Eqs. (2) – (5) the governing equations and the boundary conditions are reduced to

$$(1 + 2C\eta)F''' + 2CF'' + FF'' - F'^2 - M^2 F' + \lambda\theta = 0, \quad (7)$$

$$(1 + 2C\eta)\theta'' + 2C\theta' + \text{Pr}(F\theta' - F'\theta) = 0, \quad (8)$$

$$\begin{aligned} F &= 0, \quad F' = 1 + AF'', \\ \theta' &= -\gamma(1 - \theta) \quad \text{at } \eta = 0, \end{aligned} \quad (9)$$

$$F' \rightarrow 0, \quad \theta \rightarrow 0 \quad \text{as } \eta \rightarrow \infty, \quad (10)$$

where the prime denotes differentiation with respect to η ; A is the slip parameter, M^2 is the magnetic parameter,

$$A = A_1 \left(\frac{U_0 v}{L} \right)^{0.5}; \quad M^2 = \frac{\sigma B_0^2 L}{\rho U_0};$$

C is the curvature parameter, λ is the mixed convection parameter,

$$C = \left(\frac{vL}{U_0 R^2} \right)^{0.5}; \quad \lambda = \frac{g\beta\Delta T_0 L^2}{U_0^2};$$

Pr is the Prandtl number, γ is the surface convection parameter,

$$\text{Pr} = \frac{\mu C_p}{k}; \quad \gamma = \frac{h_f}{k} \left(\frac{Lv}{U_0} \right)^{0.5}.$$

We assume that $\Delta T = \Delta T_0 x$.

Other important characteristics of the present investigation are the skin friction coefficient C_f and the Nusselt number N_u which are defined as follows:

$$C_f = \frac{2\mu \left(\frac{\partial u}{\partial r} \right)_{r=R}}{\rho U_w^2} = 2F''(0)(\text{Re}_x)^{-0.5};$$

$$N_u = -\frac{x \left(\frac{\partial T}{\partial r} \right)_{r=R}}{T_w - T_\infty} = -(\text{Re}_x)^{0.5} \theta'(0).$$

Here Re_x is the local Reynolds number,

$$\text{Re}_x = \frac{Ux}{v}.$$

2.4. Analytical solutions for a special case

It is significant that if $C = 0$ (i.e. $R \rightarrow \infty$), the problem under consideration (with $\lambda = M = A = 0$ and $\gamma \rightarrow \infty$) is reduced to the boundary layer flow along a stretching at the plate. The closed form of the solution of Eq. (7), with the boundary conditions given in Eqs. (9) and (10), in the absence of λ and C is obtained as

$$f(\eta) = \left(\frac{1 - e^{\beta\eta}}{A\beta^2 + \beta} \right), \quad (11)$$

where

$$\beta = -(3A)^{-1} - \left(\frac{2^{1/3}\beta_1}{3A(\beta_2 + \sqrt{4\beta_1^3 + \beta_2^2})^{1/3}} \right) +$$

$$+ \left(\frac{(\beta_2 + \sqrt{4\beta_1^3 + \beta_2^2})^{1/3}}{3A^{1/3}} \right)$$

with

$$\begin{aligned}\beta_1 &= -(1 + 3M^2 A^2), \\ \beta_2 &= A^2(27 + 18M^2) - 2.\end{aligned}$$

The analytical solution of Eq. (8) with the boundary conditions in Eqs. (9) and (10) is obtained by the power series method in terms of Kummer's hypergeometric function [41] as

$$\theta(\eta) = c_1 e^{-a_0 \beta \eta} M \left(a_0 - 1, a_0 + 1, \frac{-\text{Pr } X}{\beta^2} e^{-\beta \eta} \right). \quad (12)$$

The heat transfer rate at the surface is given by

$$\begin{aligned}\theta'(0) &= c_1 \left(-a_0 \beta M \left(a_0 - 1, a_0 + 1, \frac{-\text{Pr } X}{\beta^2} \right) + \right. \\ &\quad \left. + \left(\frac{a_0 - 1}{a_0 + 1} \right) \left(\frac{\text{Pr } X}{\alpha} \right) M \left(a_0, 2 + a_0, \frac{-\text{Pr } X}{\beta^2} \right) \right), \quad (13)\end{aligned}$$

where

$$\begin{aligned}c_1 &= -\gamma \left(\frac{\text{Pr } X}{\beta} \left[a_0 \left(\frac{-\beta^2}{\text{Pr } X} \right) \times \right. \right. \\ &\quad \times M \left(a_0 - 1, a_0 + 1, \frac{-\text{Pr } X}{\beta^2} \right) + \left(\frac{a_0 - 1}{a_0 + 1} \right) \times \\ &\quad \times M \left(a_0, 2 + a_0, \frac{-\text{Pr } X}{\beta^2} \right) \left. \right] - \\ &\quad \left. - \gamma M \left(a_0 - 1, a_0 + 1, \frac{-\text{Pr } X}{\beta^2} \right) \right)^{-1} \\ a_0 &= \frac{\text{Pr } X}{\beta^2}, \quad X = (A\beta + 1)^{-1}.\end{aligned}$$

2.5. Numerical method for solution

The nonlinear coupled differential Eqs. (7) and (8) along with the boundary conditions (9) and (10) form a two-point boundary value problem. This problem is solved using the shooting technique together with the fourth-order Runge-Kutta integration scheme by converting it into an initial value problem. In terms of this method we have to choose a suitable finite value of $\eta \rightarrow \infty$, for instance η_∞ . We set the following first-order system:

$$\begin{aligned}y_1' &= y_2, \\ y_2' &= y_3, \\ y_3' &= (1 + C\eta)^{-1} (y_2^2 + M^2 y_2 - \\ &\quad - 2Cy_3 - y_1 y_3 - \lambda y_4), \\ y_4' &= y_5, \\ y_5' &= -(1 + C\eta)^{-1} [2Cy_5 + \text{Pr}(y_1 y_5 - y_2 y_4)]\end{aligned} \quad (14)$$

with the following boundary conditions:

$$\begin{aligned}y_1(0) &= 0, \quad y_2(0) = 1 + Ay_3(0), \\ y_4(0) &= 1 + \left(\frac{y_5(0)}{\gamma} \right).\end{aligned} \quad (15)$$

To solve Eq. (14) with conditions (15) as an initial value problem, the values for $y_3(0)$, i.e., $F''(0)$, and $y_5(0)$, i.e. $\theta'(0)$, are required, but such values are not given. In order to obtain the solution, we chose the initial guess values for $F''(0)$ and $\theta'(0)$ and applied the fourth-order Runge-Kutta integration scheme. Then we compared the calculated values of $F'(\eta)$ and $\theta(\eta)$ at η_∞ with the given boundary conditions and adjusted the values $F''(0)$ and $\theta'(0)$ using the shooting technique to achieve the better approximation for the solution. The process was repeated until we obtained the correct results up to the desired accuracy of 10^{-9} level, which fulfilled the convergence criterion.

3. Results and discussion

For the verification of the present numerical results, we have compared $F''(0)$ values with those obtained by Mukhopadhyay [11] in the absence of a slip and mixed convection parameters which are presented in Table 1. The comparison results are found to be good.

In order to analyze the obtained results, the numerical computations were carried out for various values of the curvature parameter C , the mixed convection parameter λ , the magnetic parameter M , the Prandtl number Pr and the surface convection parameter γ . The numerical values are plotted in Figs. 2–6 for illustration of the results. The values of the skin friction coefficient and the Nusselt number have been calculated and are presented in Table 2.

The effects of C and A on the dimensionless horizontal velocity profile are presented

Table 1

Comparison between the results obtained for the local skin friction coefficient $F''(0)$

Magnetic parameter	Mukhopadhyay [11] (without slip parameters)	Present results (without the slip and λ)
	Without curvature	
0.5	-1.11803400	-1.11803399
1.0	-1.41421350	-1.41421356
1.5	-1.80277564	-1.80277564

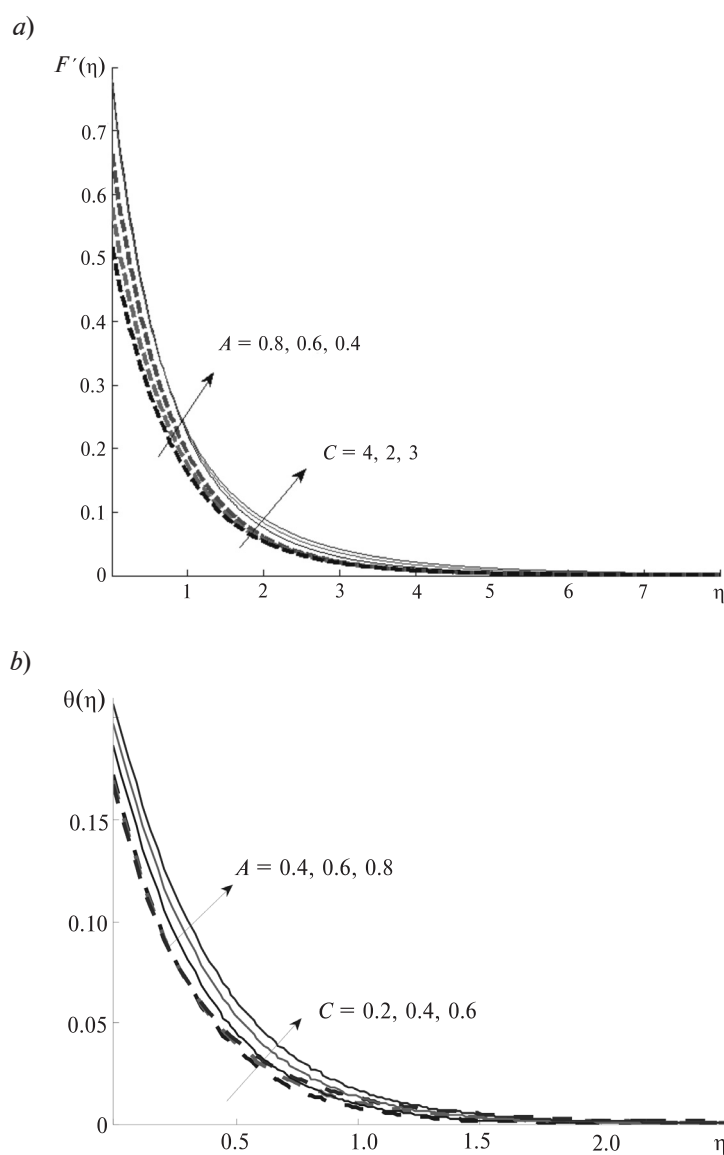


Fig. 2. Effects of slip and curvature parameters on the velocity (a) and the temperature (b) profiles with $M = 1$, $\lambda = 1$, $Pr = 8$, $\gamma = 0.6$;

a – solid lines correspond to C variation with $A = 0.2$ (variation I), dashed ones to A variation with $C = 0.1$ (variation II); b – solid lines correspond to variation II, dashed ones to variation I

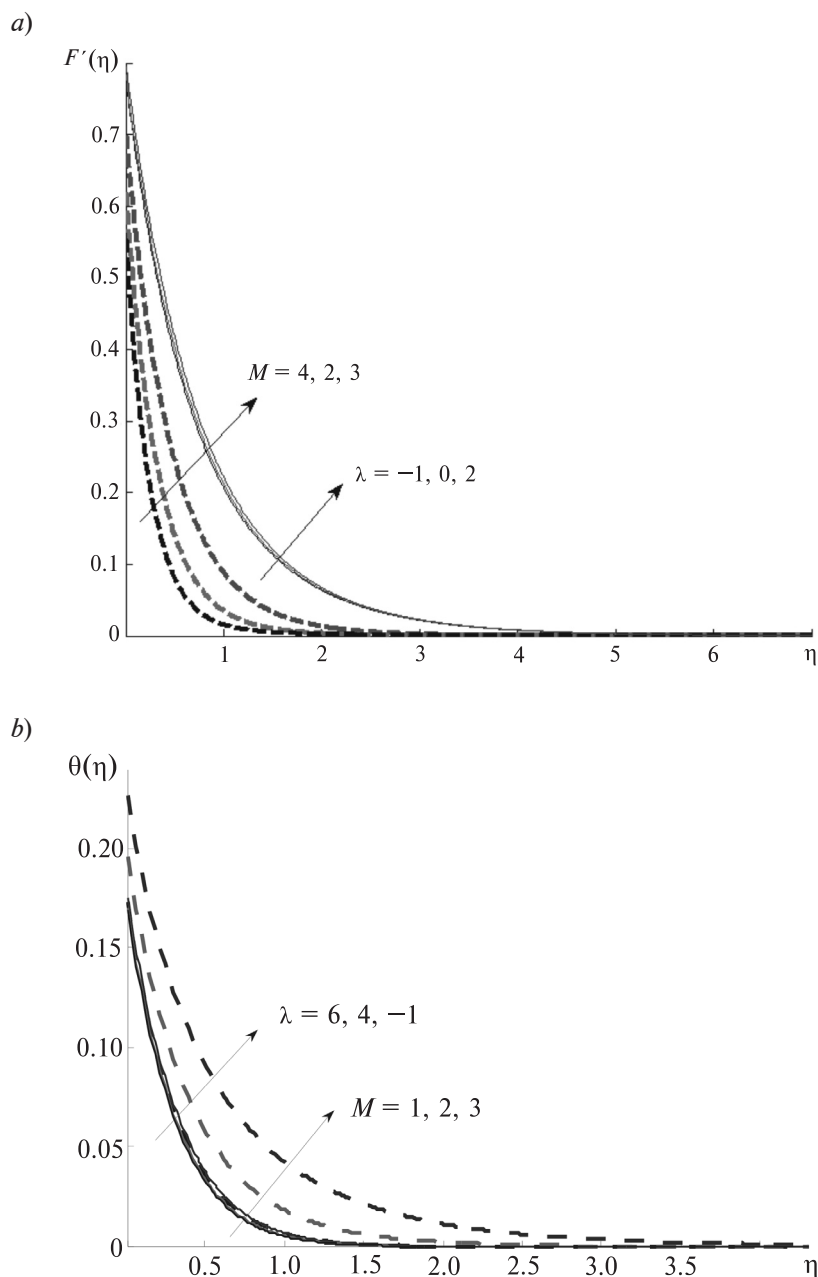


Fig. 3. Effects of magnetic and mixed convection parameters on the velocity (a) and the temperature (b) profiles with $C = 0.1$, $A = 0.2$, $Pr = 8$, $\gamma = 0.6$.

Solid lines correspond to λ variation with $M = 1$, dashed ones do to M variation with $\lambda = 1$

in Fig. 2, a. It is clear that the curvature parameter decreases the velocity profile near the wall and increases it far away from the wall. When a slip occurs, the flow velocity near the stretching wall is no longer equal to the stretching velocity of the wall. With an increase in A such

a slip velocity increases and consequently the fluid velocity decreases because under the slip condition, the pulling of the stretching wall can only be partly transmitted to the fluid. Thus, the increasing values of the slip parameter decelerate the dimensionless velocity profile.

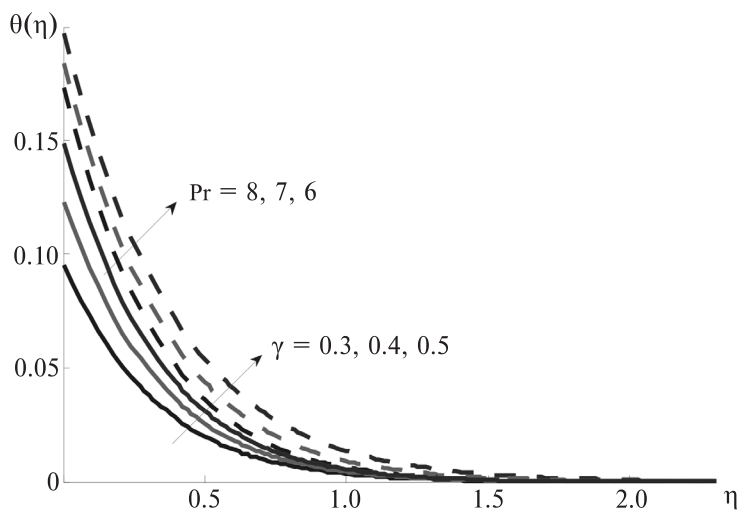


Fig. 4. Effects of the Prandtl number and the surface convection parameter on the temperature profile with $C = 0.1$, $A = 0.2$, $M = \lambda = 1$; γ variation with $Pr = 8$ (solid lines) and Pr variation with $\gamma = 0.6$ (dashed ones) are presented

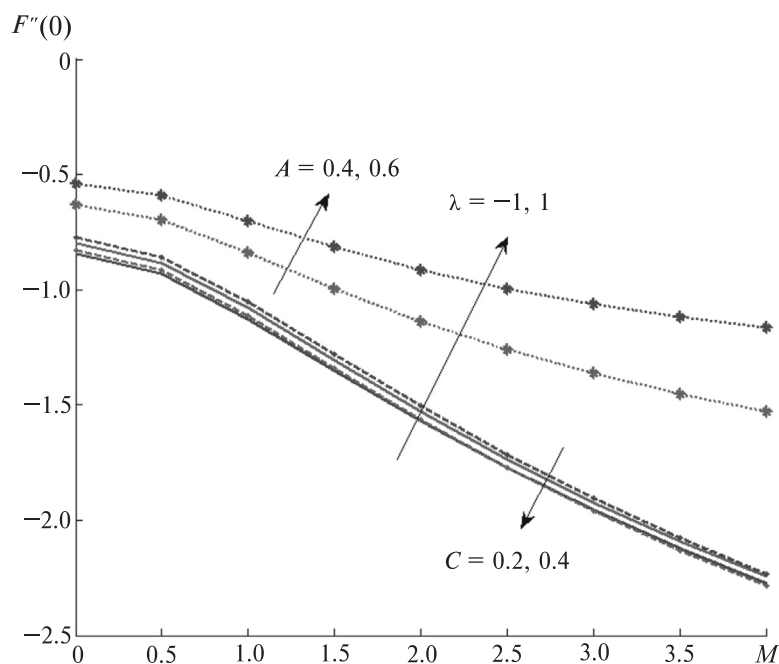


Fig. 5. Effects of curvature, slip, mixed convection and magnetic parameters on $F''(0)$. C variation with $M = 1$, $\lambda = 1$, $Pr = 8$, $A = 0.2$ and $\gamma = 0.6$ (solid lines); λ variation with $M = 1$, $C = 0.1$, $Pr = 8$, $A = 0.2$ and $\gamma = 0.6$ (dashed ones); A variation with $M = 1$, $C = 0.1$, $Pr = 8$, $\lambda = 1$, and $\gamma = 0.6$ (dotted lines with stars) are presented

Fig. 3, *a* depicts the effects of M and λ on the horizontal velocity profile. It can be seen that increasing values of the magnetic parameter reduce the horizontal velocity profile. The figure clearly shows that the transverse magnetic field

opposes the transport phenomena. This is due to the fact that M variation leads to the variation of the Lorentz force induced by the magnetic field, and this force produces more resistance to transport phenomena. With an increase in λ ,

the horizontal velocity is found to increase the buoyancy-induced flow ($\lambda > 0$) but decreases the buoyancy-opposed one ($\lambda < 0$). For $\lambda > 0$, there is a favorable pressure gradient caused by the buoyancy forces, which results in the flow being accelerated.

The effects of C and A on the dimensionless temperature profile are shown in Fig. 2, *b*. It can be seen that increasing the values of the

curvature parameter enhances the thermal boundary-layer thickness. The temperature profile increases with an increase in the slip parameter. This is because an increase in the slip parameter leads to the thickening of the thermal boundary layer.

Fig. 3, *b* demonstrates the effects of λ and M on the temperature profile. With increasing λ , the temperature is found to decrease in the

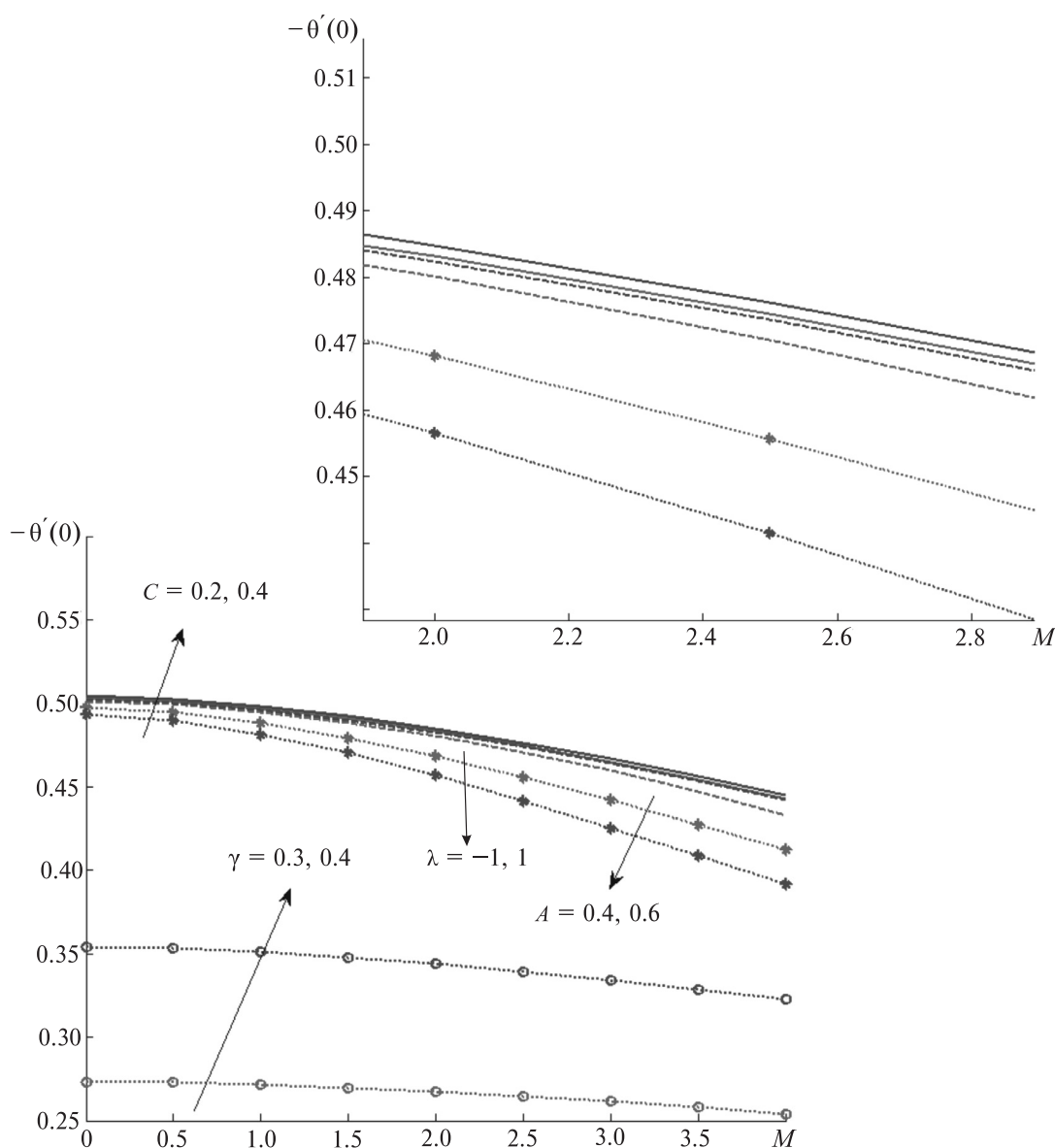


Fig. 6. Effects of curvature, slip, mixed convection, surface convection and magnetic parameters on $\theta'(0)$. Here we present: C variation with $M = 1$, $\lambda = 1$, $Pr = 8$, $A = 0.2$ and $\gamma = 0.6$ (solid lines); λ variation with $M = 1$, $C = 0.1$, $Pr = 8$, $A = 0.2$ and $\gamma = 0.6$ (dashed ones); A variation with $M = 1$, $C = 0.1$, $Pr = 8$, $\lambda = 1$, and $\gamma = 0.6$ (dotted lines with stars); γ variation with $M = 1$, $C = 0.1$, $Pr = 8$, $\lambda = 1$, $A = 0.2$ (dotted ones with circles)

buoyancy-induced flow and to increase with λ in the buoyancy-opposed one. The thermal boundary-layer thickness decreases with an increase in the values of the mixed convection parameter. The temperature profile enhances with an increase in the magnetic parameter. Thus, the presence of the magnetic field leads to increasing the thermal boundary-layer thickness.

The effects of Pr and γ on the dimensionless temperature profile are elucidated in Fig. 4. It is clear that the increasing values of Pr reduce the temperature profile. The fluids with lower Prandtl numbers have higher thermal conductivities (and thicker thermal boundary-layer structures) so that heat can diffuse from the sheet faster than for fluids with higher Pr numbers (that have thinner boundary-layers). Hence the Prandtl number can be used to increase the rate of cooling in conductive fluids. It is also seen that the temperature profile

enhances with the surface convection parameter. The γ parameter is directly proportional to the heat transfer coefficient associated with the hot fluid h_f . The thermal resistance on the hot fluid side is inversely proportional to h_f . Thus, as γ increases, the hot fluid side convection resistance decreases and consequently, the temperature profile increases.

Physically, the negative sign of $F''(0)$ implies that the surface exerts a dragging force on the fluid and the positive sign implies the opposite effect. This is consistent with the present case, as a stretching cylinder which induces the flow is considered here. Fig. 5 shows the variation of the skin friction coefficient. It is clear that this coefficient $F''(0)$ grows with increasing λ and A , and decreases with increasing C and M . The variation of the Nusselt number is shown in Fig. 6. It is observed that the Nusselt number grows in value with increasing values of C , λ and γ , and decreases with M and A .

Table 2
Various values of governing parameters and $F''(0)$, $\theta'(0)$ values for them

Governing parameter	Value		
	Governing parameter	$-F''(0)$	$-\theta'(0)$
C	0.1	1.06754708	0.18479261
	0.2	1.09310236	0.18493968
	0.3	1.11775841	0.18508489
M	1	1.06754708	0.18479261
	2	1.52007910	0.18220507
	3	1.91790594	0.17847387
λ	1	1.06754708	0.18479261
	2	1.05348361	0.18484647
	3	1.03963697	0.18489862
A	0.2	1.06754708	0.18479261
	0.3	0.94852567	0.18407353
	0.4	0.85471337	0.18341212
Pr	6	1.06754708	0.18479261
	7	1.06950873	0.18595638
	8	1.07099257	0.18689031
γ	0.1	1.07438124	0.09604074
	0.2	1.06754708	0.18479261
	0.3	1.06125922	0.26708712

Note: While studying the effect of individual parameters the following values were assumed: $C = 0.1$, $M = 1$, $\lambda = 1$, $A = 0.2$, $Pr = 6$, $\gamma = 0.2$.

4. Conclusion

The steady axisymmetric laminar boundary-layer slip flow of viscous incompressible fluid and heat transfer towards a vertical stretching cylinder in the presence of the uniform magnetic field has been investigated. Using a similarity transformation, the governing system of partial differential equations was first transformed into coupled nonlinear ordinary differential equations and then was solved with the help of the numerical shooting method. The parameters involved in this study significantly affect the flow and heat transfer. The following conclusions can be drawn as a result of the computations:

(i) The thickness of the momentum boundary layer decreases in the presence of the velocity slip and the magnetic field and increases with the mixed convection and curvature parameters;

(ii) The thermal boundary-layer thickness increases with an increase in the velocity slip,

the magnetic field, the surface convection parameter and the curvature parameter, and decreases with the Prandtl number;

(iii) The skin friction coefficient enhances with the increasing values of mixed convection slip and surface convection parameters and decreases with the curvature parameter, the magnetic parameter and the Prandtl number. The Nusselt number increases with the curvature parameter, the mixed convection parameter, the Prandtl number and the surface convection parameter, and decreases with magnetic and slip parameters.

We expect that the physics of flow over a stretching cylinder can be utilized as a basis for many engineering and scientific applications especially in petroleum engineering with the help of the present model. The results pertaining to the present study may be useful for investigating different models. The findings of the present problem are also of great interest in different areas of science and technology, where the surface layers are being stretched.

REFERENCES

- [1] **M. Kumari, G. Nath**, Mixed convection boundary layer flow over a thin vertical cylinder with localized injection/suction and cooling/heating, *Int. J. Heat Mass Transfer*. 47(5) (2004) 969–976.
- [2] **E.M.E. Elbarbary, N.S. Elgazery**, Flow and heat transfer of a micropolar fluid in an axisymmetric stagnation flow on a cylinder with variable properties and suction, *Acta Mech.* 176(3–4) (2005) 213–229.
- [3] **P. Datta, D.A. Kumar, S. Roy, N.C. Mahanti**, Effect of non-uniform slot injection (suction) on a forced flow over a slender cylinder, *Int. J. Heat Mass Transfer*. 49 (13–14) (2006) 2366–2371.
- [4] **A. Ishak, R. Nazar, I. Pop**, Uniform suction/blowing effect on flow and heat transfer due to a stretching cylinder, *Appl. Math. Model.* 32(10) (2008) 2059–2066.
- [5] **A. Ishak, R. Nazar**, Laminar boundary layer flow along a stretching cylinder, *Eur. J. Sci. Res.* 36(1) (2009) 22–29.
- [6] **S. Mukhopadhyay**, Mixed convection boundary layer flow along a stretching cylinder in porous medium, *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 96–97 (2012) 73–78.
- [7] **M. Turkyilmazoglu**, Analytic heat and mass transfer of the mixed hydrodynamic/thermal slip MHD viscous flow over a stretching sheet, *Int. J. Mech. Sci.* 53(10) (2011) 886–896.
- [8] **L. Zheng, J. Niu, X. Zhang, Y. Gao**, MHD flow and heat transfer over a porous shrinking surface with velocity slip and temperature jump, *Math. Comput. Model.* 56 (5–6) (2012) 133–144.
- [9] **M. Turkyilmazoglu**, MHD fluid flow and heat transfer due to a stretching rotating disk, *Int. J. Therm. Sci.* 51 (2012) 195–201.
- [10] **M. Turkyilmazoglu**, Multiple analytic solutions of heat and mass transfer of magnetohydrodynamic slip flow for two types of viscoelastic fluids over a stretching surface, *J. Heat Transfer*. 134(7) (2012) doi:10.1115/1.4006165.
- [11] **M.S. Kandelousi**, Effect of spatially variable magnetic field on ferrofluid flow and heat transfer considering constant heat flux boundary condition, *Eur. Phys. J. Plus.* 129 (11) (2014) 248.
- [12] **M. Sheikholeslami, S. Abelman, D.D. Ganji**, Numerical simulation of MHD nanofluid flow and heat transfer considering viscous dissipation, *Int. J. Heat Mass Transfer*. 79 (2014) 212–222.
- [13] **M. Turkyilmazoglu**, An analytical treatment for the exact solutions of MHD flow and heat over two-three dimensional deforming bodies, *Int. J. Heat Mass Transfer*. 90 (2015) 781–789.
- [14] **M. Sheikholeslami, M.M. Rashidi, D.D. Ganji**, Numerical investigation of magnetic nanofluid forced convective heat transfer in existence of variable magnetic field using two phase model, *J. Mol. Liq.* 212 (2015) 117–126.
- [15] **M. Sheikholeslami, R. Ellahi**, Three-



dimensional mesoscopic simulation of magnetic field effect on natural convection of nanofluid, *Int. J. Heat Mass Trans.* 89 (2015) 799–808.

[16] **M. Sheikholeslami, M.M. Rashidi**, Effect of space dependent magnetic field on free convection of Fe_3O_4 -water nanofluid, *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* 56 (2015) 6–15.

[17] **M. Sheikholeslami, S. Abelman**, Two-phase simulation of nanofluid flow and heat transfer in an annulus in the presence of an axial magnetic field, *IEEE Trans. Nanotechnol.* 14 (3) (2015) 561–569.

[18] **M. Sheikholeslami, M.M. Rashidi, D.D. Ganji**, Effect of non-uniform magnetic field on forced convection heat transfer of Fe_3O_4 -water nanofluid, *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 294 (2015) 299–312.

[19] **M. Sheikholeslami, D.D. Ganji, M.Y. Javed, R. Ellahi**, Effect of thermal radiation on magnetohydrodynamics nanofluid flow and heat transfer by means of two phase model, *J. Magn. Magn. Mater.* 374 (2015) 36–43.

[20] **C. Zhang, L. Zheng, X. Zhang, G. Chen**, MHD flow and radiation heat transfer of nanofluids in porous media with variable surface heat flux and chemical reaction, *Appl. Math. Model.* 39 (1) (2015) 165–181.

[21] **Y. Lin, L. Zheng, X. Zhang, L. Ma, G. Chen**, MHD pseudo-plastic nanofluid unsteady flow and heat transfer in a finite thin film over stretching surface with internal heat generation, *Int. J. Heat Mass Transfer.* 84 (2015) 903–911.

[22] **M. Sheikholeslami, K. Vajravelu, M.M. Rashidi**, Forced convection heat transfer in a semi annulus under the influence of a variable magnetic field, *Int. J. Heat Mass Transfer.* 92 (2016) 339–348.

[23] **M. Sheikholeslami, M.M. Rashidi, T. Hayat, D.D. Ganji**, Free convection of magnetic nanofluid considering MFD viscosity effect, *J. Mol. Liq.* 218 (2016) 393–399.

[24] **M. Sheikholeslami, T. Hayat, A. Alsaedi**, MHD free convection of Al_2O_3 -water nanofluid considering thermal radiation: A numerical study, *Int. J. Heat Mass Transfer.* 96 (2016) 513–524.

[25] **M. Sheikholeslami, H.R. Ashorynejad, P. Rana**, Lattice Boltzmann simulation of nanofluid heat transfer enhancement and entropy generation, *J. Mol. Liq.* 214 (2016) 86–95.

[26] **M. Sheikholeslami, S. Soleimani, D.D. Ganji**, Effect of electric field on hydrothermal behavior of nanofluid in a complex geometry, *J. Mol. Liq.* 213 (2016) 153–161.

[27] **M. Sheikholeslami, M.M. Rashidi**, Non-uniform magnetic field effect on nanofluid hydrothermal treatment considering Brownian motion and thermophoresis effects, *J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng.* 38 (4) (2016) 1171–1184.

[28] **I. Anuar, N. Roslinda, I. Pop**, Magneto-hydrodynamic (MHD) flow and heat transfer due to a stretching cylinder, *Energy Conversion and Management.* 49 (11) (2008) 3265–3269.

[29] **K. Vajravelu, K.V. Prasad, S.R. Santhi**, Axisymmetric magneto-hydrodynamic (MHD) flow and heat transfer at a non-isothermal stretching cylinder, *Applied Mathematics and Computation.* 219(8) (2012) 3993–4005.

[30] **A.S. Butt, A. Ali**, Entropy analysis of magnetohydrodynamic flow and heat transfer due to a stretching cylinder, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers.* 45 (3) (2014) 780–786.

[31] **T. Hayat, A. Shafiq, A. Alsaedi**, MHD axisymmetric flow of third grade fluid by a stretching cylinder, *Alexandria Engineering Journal.* 54(2) (2015) 205–212.

[32] **L. Zheng, C. Zhang, X. Zhang, J. Zhang**, Flow and radiation heat transfer of a Nanofluid over a stretching sheet with velocity slip and temperature jump in porous medium, *J. Franklin Inst.* 350 (5) (2013) 990–1007.

[33] **S. Mukhopadhyay**, MHD boundary layer slip flow along a stretching cylinder, *Ain Shams Eng. J.* 4 (2) (2013) 317–324.

[34] **Z. Abbas, S. Rasool, M.M. Rashidi**, Heat transfer analysis due to an unsteady stretching/shrinking cylinder with partial slip condition and suction, *Ain Shams Eng. J.* 6(3) (2015) 939–945.

[35] **A. Aziz**, A similarity solution for laminar thermal boundary layer over a flat plate with a convective surface boundary condition, *Commun. Nonlinear Sci. Numer. Simul.* 14(4) (2009) 1064–1068.

[36] **O.D. Makinde**, Similarity solution of hydromagnetic heat and mass transfer over a vertical plate with a convective surface boundary condition, *Int. J. Phys. Sci.* 5 (6) (2010) 700–710.

[37] **A. Ishak, Nor A. Yacob, N. Bachok**, Radiation effects on the thermal boundary layer flow over a moving plate with convective boundary condition, *Meccanica.* 46 (4) (2011) 795–801.

[38] **T. Hayat, Z. Iqbal, M. Qasim, S. Obaidat**, Steady flow of an Eyring Powell fluid over a moving surface with convective boundary conditions, *Int. J. Heat Mass Transfer.* 55 (7–8) (2012) 1817–1822.

[39] **N.S. Akbar, S. Nadeem, R. Ul Haq, Z.H. Khan**, Radiation effects on MHD stagnation point flow of nano fluid towards a stretching surface with convective boundary condition, *Chinese Journal of Aeronautics.* 26(6) (2013) 1389–1397.

[40] **S. Nadeem, R. Mehmood, N.S. Akbar**, Optimized analytical solution for oblique flow of a Casson nano-fluid with convective boundary conditions, *Int. J. Thermal Sciences.* 78 (2014) 90–100.

- [41] S.P. Anjali Devi, B. Ganga, Effects of viscous and Joules dissipation on MHD flow, heat and mass transfer past a stretching porous surface embedded in a porous medium, *Nonlinear Analysis: Modelling and Control*. 14 (3) (2009) 14303–14314.

THE AUTHORS

GANESH N. Vishnu

Karpagam Academy of Higher Education

Pollachi Main Road, Eachanari, Coimbatore, Tamil Nadu 641021, India

GANGA B.

Providence College for Women

Spring Field, Coonoor, Bandishola, Tamil Nadu 643104, India

gangabhose@gmail.com

HAKEEM Abdul A.K.

Sri Ramakrishna Mission Vidyalaya College of Arts and Science

Periyanaickenpalayam, Sri Ramakrishna Vidyalaya Post, Coimbatore, Tamil Nadu 641020, India

abdulhakeem6@gmail.com

SARANYA Sarani

Sri Ramakrishna Mission Vidyalaya College of Arts and Science

Periyanaickenpalayam, Sri Ramakrishna Vidyalaya Post, Coimbatore, Tamil Nadu 641020, India

KALAIVANAN Raja

Sri Ramakrishna Mission Vidyalaya College of Arts and Science

Periyanaickenpalayam, Sri Ramakrishna Vidyalaya Post, Coimbatore, Tamil Nadu 641020, India

Ганеш Н.В., Ганга Б., Хаким А.К.А., Саранья С., Калайванан Р. ГИДРОМАГНИТНЫЙ ОСЕСИММЕТРИЧНЫЙ ОБТЕКАЮЩИЙ ПОТОК ВДОЛЬ ВЕРТИКАЛЬНОГО РАСТЯНУТОГО ЦИЛИНДРА С КОНВЕКТИВНЫМ ГРАНИЧНЫМ УСЛОВИЕМ.

Исследован стационарный осесимметричный ламинарный обтекающий поток вязкой несжимаемой жидкости в пограничном слое, а также его теплопередача по направлению к вертикальному растянутому цилиндру в однородном магнитном поле. Сделано предположение, что левая поверхность цилиндра нагревается горячим конвективным потоком. В качестве первого шага мы преобразовали определяющую систему дифференциальных уравнений с частными производными в систему парных нелинейных обыкновенных дифференциальных уравнений, используя преобразование подобия. Полученная сложная нелинейная краевая задача была решена численно методом Рунге-Кутты 4-го порядка с помощью итерационной процедуры пристрелки. Для специального случая нами представлены аналитические решения. Влияние различных физических параметров на профили скорости и температуры обсуждается с привлечением графического материала. Значения коэффициента поверхностного трения и числа Нуссельта сведены в таблицы и проанализированы. Установлено, что толщина термического граничного слоя увеличивается с ростом скоростного скольжения, величины магнитного поля, параметров поверхностной конвекции и кривизны и уменьшается с ростом числа Прандтля.

ОСЕЦИММЕТРИЧНЫЙ ПОТОК, МАГНИТОГИДРОДИНАМИКА, ОБТЕКАЮЩИЙ ПОТОК, РАСТЯНУТЫЙ ЦИЛИНДР, КОНВЕКТИВНАЯ ГРАНИЦА.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Kumari M., Nath G. Mixed convection boundary layer flow over a thin vertical cylinder with localized injection/suction and cooling/heating // *Int. J. Heat Mass Transfer*. 2004. Vol. 47. No. 5. Pp. 969–976.
- [2] Elbarbary E.M.E., Elgazery N.S. Flow and heat transfer of a micropolar fluid in an axi symmetric stagnation flow on a cylinder with variable properties



and suction // *Acta Mech.* 2005. Vol. 176. No. 3–4. Pp. 213–229.

[3] **Datta P., Kumar D.A., Roy S., Mahanti N.C.** Effect of non-uniform slot injection (suction) on a forced flow over a slender cylinder // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2006. Vol. 49. No. 13–14. Pp. 2366–2371.

[4] **Ishak A., Nazar R., Pop I.** Uniform suction/blowing effect on flow and heat transfer due to a stretching cylinder // *Appl. Math. Model.* 2008. Vol. 32. No. 10. Pp. 2059–2066.

[5] **Ishak A., Nazar R.** Laminar boundary layer flow along a stretching cylinder // *Eur. J. Sci. Res.* 2009. Vol. 36. No. 1. Pp. 22–29.

[6] **Mukhopadhyay S.** Mixed convection boundary layer flow along a stretching cylinder in porous medium // *Journal of Petroleum Science and Engineering.* 2012. Vol. 96–97 (October). Pp. 73–78.

[7] **Turkylmazoglu M.** Analytic heat and mass transfer of the mixed hydrodynamic/thermal slip MHD viscous flow over a stretching sheet // *Int. J. Mech. Sci.* 2011. Vol. 53. No. 10. Pp. 886–896.

[8] **Zheng L., Niu J., Zhang X., Gao Y.** MHD flow and heat transfer over a porous shrinking surface with velocity slip and temperature jump // *Math. Comput. Model.* 2012. Vol. 56. No. 5–6. Pp. 133–144.

[9] **Turkylmazoglu M.** MHD fluid flow and heat transfer due to a stretching rotating disk // *Int. J. Therm. Sci.* 2012. Vol. 51 (January). Pp. 195–201.

[10] **Turkylmazoglu M.** Multiple analytic solutions of heat and mass transfer of magnetohydrodynamic slip flow for two types of viscoelastic fluids over a stretching surface // *J. Heat Transfer.* 2012. Vol. 134. No. 7. doi:10.1115/1.4006165.

[11] **Kandelousi M.S.** Effect of spatially variable magnetic field on ferrofluid flow and heat transfer considering constant heat flux boundary condition // *Eur. Phys. J. Plus.* 2014. Vol. 129. No. 11. P. 248.

[12] **Sheikholeslami M., Abelman S., Ganji D.D.** Numerical simulation of MHD nanofluid flow and heat transfer considering viscous dissipation // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2014. Vol. 79 (December). Pp. 212–222.

[13] **Turkylmazoglu M.** An analytical treatment for the exact solutions of MHD flow and heat over two-three dimensional deforming bodies // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2015. Vol. 90 (November). Pp. 781–789.

[14] **Sheikholeslami M., Rashidi M.M., Ganji D.D.** Numerical investigation of magnetic nanofluid forced convective heat transfer in existence of variable magnetic field using two phase model // *J. Mol. Liq.* 2015. Vol. 212 (December). Pp. 117–126.

[15] **Sheikholeslami M., Ellahi R.** Three di-

mensional mesoscopic simulation of magnetic field effect on natural convection of nanofluid // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2015. Vol. 89 (October). Pp. 799–808.

[16] **Sheikholeslami M., Rashidi M.M.** Effect of space dependent magnetic field on free convection of Fe_3O_4 -water nanofluid // *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* 2015. Vol. 56 (November). Pp. 6–15.

[17] **Sheikholeslami M., Abelman S.** Two-phase simulation of nanofluid flow and heat transfer in an annulus in the presence of an axial magnetic field // *IEEE Trans. Nanotechnol.* 2015. Vol. 14. No. 3. Pp. 561–569.

[18] **Sheikholeslami M., Rashidi M.M., Ganji D.D.** Effect of non-uniform magnetic field on forced convection heat transfer of Fe_3O_4 -water nanofluid // *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 2015. Vol. 294 (September). Pp. 299–312.

[19] **Sheikholeslami M., Ganji D.D., Javed M.Y., Ellahi R.** Effect of thermal radiation on magnetohydrodynamics nanofluid flow and heat transfer by means of two phase model // *J. Magn. Magn. Mater.* 2015. Vol. 374 (15 January). Pp. 36–43.

[20] **Zhang C., Zheng L., Zhang X., Chen G.** MHD flow and radiation heat transfer of nanofluids in porous media with variable surface heat flux and chemical reaction // *Appl. Math. Model.* 2015. Vol. 39. No. 1. Pp. 165–181.

[21] **Lin Y., Zheng L., Zhang X., Ma L., Chen G.** MHD pseudo-plastic nanofluid unsteady flow and heat transfer in a finite thin film over stretching surface with internal heat generation // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2015. Vol. 84 (May). Pp. 903–911.

[22] **Sheikholeslami M., Vajravelu K., Rashidi M.M.** Forced convection heat transfer in a semi annulus under the influence of a variable magnetic field // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2016. Vol. 92 (January). Pp. 339–348.

[23] **Sheikholeslami M., Rashidi M.M., Hayat T., Ganji D.D.** Free convection of magnetic nanofluid considering MFD viscosity effect // *J. Mol. Liq.* 2016. Vol. 218 (June). Pp. 393–399.

[24] **Sheikholeslami M., Hayat T., Alsaedi A.** MHD free convection of Al_2O_3 -water nanofluid considering thermal radiation: A numerical study // *Int. J. Heat Mass Transfer.* 2016. Vol. 96 (May). Pp. 513–524.

[25] **Sheikholeslami M., Ashorynejad H.R., Rana P.** Lattice Boltzmann simulation of nanofluid heat transfer enhancement and entropy generation // *J. Mol. Liq.* 2016. Vol. 214 (February). Pp. 86–95.

[26] **Sheikholeslami M., Soleimani S., Ganji D.D.** Effect of electric field on hydrothermal behavior of nanofluid in a complex geometry // *J. Mol. Liq.* 2016. Vol. 213 (January). Pp. 153–161.

- [27] **Sheikholeslami M., Rashidi M.M.** Non-uniform magnetic field effect on nanofluid hydrothermal treatment considering Brownian motion and thermophoresis effects // J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng. 2016. Vol. 38. No. 4. Pp. 1171–1184.
- [28] **Anuar I., Roslinda N., Pop I.** Magneto-hydrodynamic (MHD) flow and heat transfer due to a stretching cylinder // Energy Conversion and Management. 2008. Vol. 49. No. 11. Pp. 3265–3269.
- [29] **Vajravelu K., Prasad K.V., Santhi S.R.** Axisymmetric magneto-hydrodynamic (MHD) flow and heat transfer at a non-isothermal stretching cylinder // Applied Mathematics and Computation. 2012. Vol. 219. No. 8. Pp. 3993–4005.
- [30] **Butt A.S., Ali A.** Entropy analysis of magnetohydrodynamic flow and heat transfer due to a stretching cylinder // Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers. 2014. Vol. 45. No. 3. Pp. 780–786.
- [31] **Hayat T., Shafiq A., Alsaedi A.** MHD axisymmetric flow of third grade fluid by a stretching cylinder // Alexandria Engineering Journal. 2015. Vol. 54. No. 2. Pp. 205–212.
- [32] **Zheng L., Zhang C., Zhang X., Zhang J.** Flow and radiation heat transfer of a nanofluid over a stretching sheet with velocity slip and temperature jump in porous medium // J. Franklin Inst. 2013. Vol. 350. No. 5. Pp. 990–1007.
- [33] **Mukhopadhyay S.** MHD boundary layer slip flow along a stretching cylinder // Ain Shams Eng. J. 2013. Vol. 4. No. 2. Pp. 317–324.
- [34] **Abbas Z., Rasool S., Rashidi M.M.** Heat transfer analysis due to an unsteady stretching/shrinking cylinder with partial slip condition and suction // Ain Shams Eng. J. 2015. Vol. 6. No. 3. Pp. 939–945.
- [35] **Aziz A.** A similarity solution for laminar thermal boundary layer over a flat plate with a convective surface boundary condition // Commun. Nonlinear Sci. Numer. Simul. 2009. Vol. 14. No. 4. Pp. 1064–1068.
- [36] **Makinde O.D.** Similarity solution of hydromagnetic heat and mass transfer over a vertical plate with a convective surface boundary condition // Int. J. Phys. Sci. 2010. Vol. 5. No. 6. Pp. 700–710.
- [37] **Ishak A., Nor Yacob A., Bachok N.** Radiation effects on the thermal boundary layer flow over a moving plate with convective boundary condition // Meccanica. 2011. Vol. 46. No. 4. Pp. 795–801.
- [38] **Hayat T., Iqbal Z., Qasim M., Obaidat S.** Steady flow of an Eyring Powell fluid over a moving surface with convective boundary conditions // Int. J. Heat Mass Transfer. 2012. Vol. 55. No. 7–8. Pp. 1817–1822.
- [39] **Akbar N.S., Nadeem S., Ul Haq R., Khan Z.H.** Radiation effects on MHD stagnation point flow of nanofluid towards a stretching surface with convective boundary condition // Chinese Journal of Aeronautics. 2013. Vol. 26. No. 6. Pp. 1389–1397.
- [40] **Nadeem S., Rashid Mehmood, Akbar N.S.** Optimized analytical solution for oblique flow of a Casson-nano fluid with convective boundary conditions // Int. J. Thermal Sciences. 2014. Vol. 78. Pp. 90–100.
- [41] **Anjali Devi S.P., Ganga B.** Effects of viscous and Joules dissipation on MHD flow, heat and mass transfer past a stretching porous surface embedded in a porous medium // Nonlinear Analysis: Modelling and Control. 2009. Vol. 14. No. 3. Pp. 14303–14314.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ГАНЕШ Н. Вишну — сотрудник Академии высшего образования г. Карпагама, штат Тамилнад, Индия.

Pollachi Main Road, Eachanari, Coimbatore, Tamil Nadu 641021, India

ГАНГА Б. — Ph.D., доцент кафедры математики Провиденс-колледжа для женщин, деревня Бандишولا, штат Тамилнад, Индия.

Spring Field, Coonoor, Bandishola, Tamil Nadu 643104, India
gangabhose@gmail.com

ХАКИМ Абдул К.А. — Ph.D., доцент кафедры математики Колледжа искусства и науки Миссии Шри Рамакришны, штат Тамилнад, Индия.

Periyanaickenpalayam, Sri Ramakrishna Vidyalaya Post, Coimbatore, Tamil Nadu 641020, India
abdulhakeem6@gmail.com

САРАНЬЯ Сарани — сотрудник Колледжа искусства и науки Миссии Шри Рамакришны, г. Коимбатур, штат Тамилнад, Индия.

Periyanaickenpalayam, Sri Ramakrishna Vidyalaya Post, Coimbatore, Tamil Nadu 641020, India

КАЛАЙВАНАН Раджа *M.Sc., сотрудник Колледжа искусства и науки Миссии Шри Рамакришны,*
г. Коимбатур, штат Тамилнад, Индия.
Periyanaickenpalayam, Sri Ramakrishna Vidyalaya Post, Coimbatore, Tamil Nadu 641020, India

DOI: 10.5862/JPM.253.4

УДК: 532.5+612.13

*Я.А. Гатаулин, Д.К. Зайцев,
Е.М. Смирнов, А.Д. Юхнев*

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННОЙ ЭВОЛЮЦИИ ВТОРИЧНОГО ТЕЧЕНИЯ В МОДЕЛЯХ ОБЩЕЙ СОННОЙ АРТЕРИИ

Проведено численное исследование вторичного течения в двух геометрически различных моделях общей сонной артерии: среднестатистической и с максимальной физиологической извитостью. Изучено влияние параметров извитости на временную и пространственную эволюцию закрученного потока. Показано, что наиболее сильная закрутка формируется во время фазы уменьшения расхода, на стыке грудного и шейного отделов. В этой области происходит трансформация вихрей Дина, характерных для течения в криволинейных трубках, в единый вихрь, формирующий закрученное течение. Полученные расчетные оценки интенсивности закрутки соответствуют результатам клинических измерений.

ОБЩАЯ СОННАЯ АРТЕРИЯ, ЗАКРУЧЕННОЕ ТЕЧЕНИЕ, ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ ГИДРОДИНАМИКА, УРАВНЕНИЯ НАВЬЕ – СТОКСА.

Введение

Сонные артерии — это основные проводники крови от сердца к мозгу. Левая общая сонная артерия начинается от дуги аорты, правая — от брахицефальной артерии. Обе разветвляются на внутреннюю сонную артерию, которая снабжает кровью мозг, и на внешнюю, по которой кровь течет к остальной части головы.

Недавние исследования влияния пространственной кривизны общей сонной артерии на кровоток [1 – 3] позволяют заключить, что течение с осесимметричным распределением скорости в сечениях артерии практически не реализуется. Результаты расчетов, проведенных для пространственно извитой геометрии общей сонной артерии в работе [1], показали, что в ней формируется течение со скошенным профилем осевой скорости, даже при умеренной кривизне шейного отдела. Смещение максимума скорости к одной из стенок обусловлено развитием вторичных (поперечных) течений. Расчеты, проведенные в работе [2] для модели извитой сонной артерии, также свидетельствуют о формировании течения,

характеризуемого выраженной скошенностью профиля осевой скорости. В работе [3] вторичное течение в общей сонной артерии изучалось с помощью ультразвукового доплеровского метода; авторы регистрировали наличие вихрей Дина и скошенного профиля осевой скорости.

В настоящей работе с применением методов вычислительной гидродинамики проведено исследование течения в двух геометрически отличных моделях общей сонной артерии: среднестатистической и с максимальной физиологической извитостью. Изучены временная и пространственная эволюция закрученного кровотока в зависимости от параметров кривизны артерии. Делаются выводы о структуре и свойствах кровотока в извитостях.

Геометрическая модель общей сонной артерии

Геометрия исследованных моделей построена на основе данных, полученных путем 3D магнитно-резонансной ангиографии сосудов на участке от дуги аорты до бифуркации сонной артерии, и являются

Таблица

Параметры геометрии правой общей сонной артерии и исследованных моделей

Параметр	Обозначение	Значение		
		Данные МРТ	Среднестатистическая модель (M1)	Модель с максимальной физиологической извитостью (M2)
Радиус кривизны, мм шейного отдела грудного отдела	R_l	40 ± 20	40	20
	R_c	150 ± 100	150	50
Длина хорды, мм шейного отдела грудного отдела	RT	40 ± 15	40	
	RC	60 ± 15	60	
Угол между хордами, град	α	25 ± 25	25	
Угол между плоскостями, в которых лежат шейный и грудной отделы, град	θ	90 ± 90	90	

Примечание: Данные МРТ получены осреднением по 28 здоровым добровольцам в работе [1].

осреднением по 28 здоровым добровольцам [1]. Согласно методике, предложенной в работе [1], общая сонная артерия условно разделяется на грудной и шейный сегменты; для них оцениваются радиусы кривизны центральной линии каждого из сегментов, близких к дуге окружности. Для указанной оценки привлекался метод наименьших квадратов.

Геометрические параметры рассматриваемых моделей артерии, а также диапазон физиологических данных из работы [1] приведены в таблице. Внутренний радиус сосуда, принятый нами при моделировании, $R = 2,5$ мм.

Выбор второй геометрии (модель 2) обусловлен крайними значениями радиусов кривизны шейного и грудного отделов из физиологического диапазона.

Построение геометрии модели общей сонной артерии с использованием программы DesignModeler, которая является приложением рабочей платформы Ansys Workbench, состояло из нескольких этапов. Сначала во взаимно перпендикулярных плоскостях XY и XZ были построены

дуги с общей точкой пересечения в начале координат: одна соответствовала шейному, другая – грудному отделу общей сонной артерии (рис. 1). Каждая дуга определялась радиусом кривизны и длиной хорды. На дуги затем наносились равноотстоящие друг от друга точки, через которые проводилась гладкая пространственная кривая с помощью инструмента 3D-Spline. Данная кривая служила осью модели общей сонной артерии. Завершающим этапом служило построение цилиндрической поверхности, моделирующей внутреннюю стенку артерии.

Математическая модель

Для моделирования течения в общей сонной артерии решались трехмерные нестационарные уравнения Навье – Стокса. Расчеты выполнялись в программе ANSYS CFX по методу контрольных объемов со вторым порядком точности по пространству и по времени.

На входной границе задавался однородный профиль скорости и изменение средней скорости во времени цикла

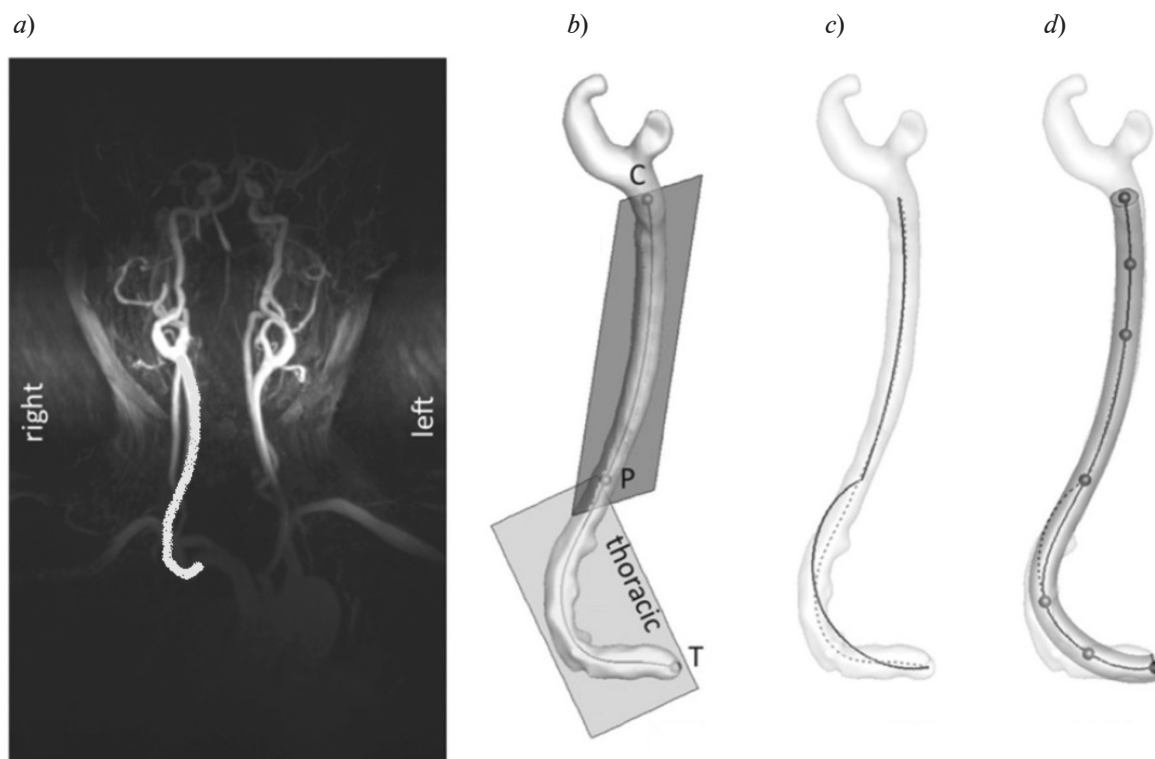


Рис. 1. Этапы построения геометрической модели правой общей сонной артерии:
 а – МРТ-снимок сети кровеносных сосудов (обозначены правая и левая общие сонные артерии);
 б – правая общая артерия, разбитая на отдели (грудной (Т – thoracic) и шейный (С – cervical));
 с – ось сосуда (пунктир), грудной и шейный сегменты (сплошные линии); d – модель общей сонной артерии, полученная путем сглаживания грудной и шейных дуг, с последующим построением цилиндрической поверхности [1]

(далее это будет показано точечной кривой на рис. 5). Кривая средней скорости была получена из кривой расхода, которая отражает результат клинических измерений кровотока здоровых добровольцев методом фазово-контрастной магнитно-резонансной томографии (МРТ) [4]. Период цикла $T = 1$ с. Фаза увеличения скорости составляет 15 % от всего времени цикла. Максимальная за период среднерасходная скорость $V_{b\max} = 0,7$ м/с. Фаза уменьшения среднерасходной скорости характеризуется наличием трех локальных максимумов скорости, связанных с движением пульсовой волны по сосудам. На выходной границе модели сосуда задавался постоянный уровень давления. На стенках ставилось условие прилипания.

Расчеты выполнялись для жидкости по свойствам аналогичной крови: динамиче-

ский коэффициент вязкости $\mu = 0,004$ Па·с, плотность $\rho = 1000$ кг/м³. Для данных параметров максимальное за цикл число Рейнольдса

$$Re = 2\rho V_{b\max} R/\mu \approx 900,$$

число Уомерсли

$$Wo = R\sqrt{2\pi\rho/\mu T} \approx 3.$$

Выбор расчетной сетки

Расчетная сетка для модели общей сонной артерии была построена в программе ANSYS Meshing (приложение рабочей среды ANSYS Workbench), с помощью инструментов Body Sizing и Inflation. Первый из них позволяет устанавливать тип элементов сетки и их максимальный размер, второй инструмент – сгущение сетки к стенке модели. Расчетная сетка состояла из призма-

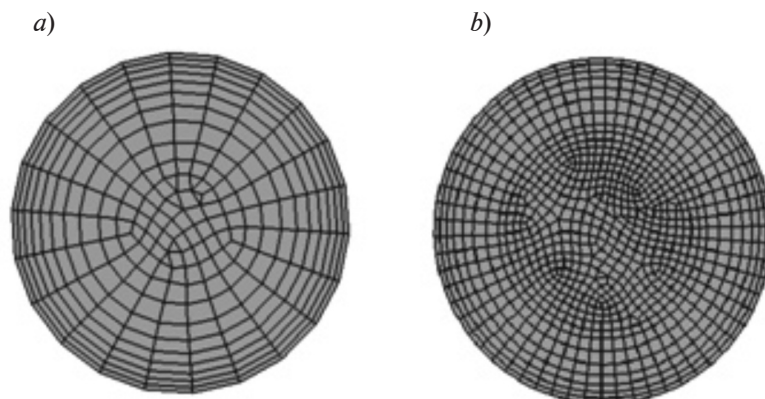


Рис. 2. Виды наиболее грубой (а) и наиболее мелкой (б) расчетных сеток в поперечном сечении модели артерии

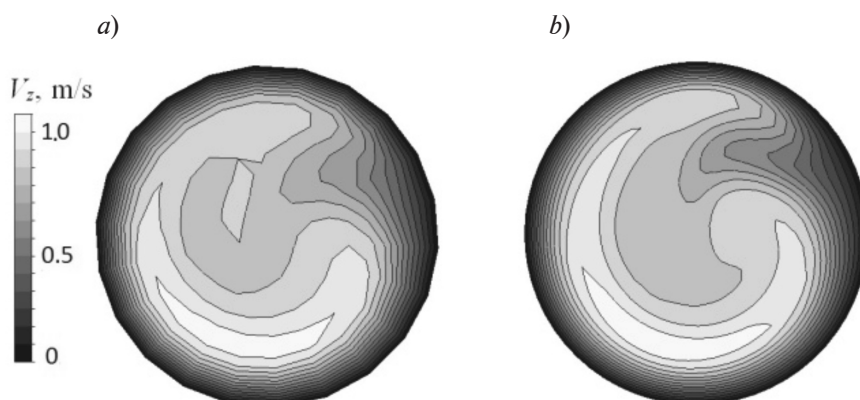


Рис. 3. Поля осевой скорости посередине шейного отдела (поперечное сечение), рассчитанные на наиболее грубой (а) и наиболее мелкой (б) сетках

тических элементов, максимальный размер которых был выбран, исходя из исследования на сеточную сходимость.

На рис. 2 представлены две из четырех расчетных сеток в поперечном сечении модели артерии. Эти сетки — самую грубую (общее число элементов — 43 тыс.) и самую подробную (450 тыс.) — мы использовали при исследовании на сеточную сходимость.

На рис. 3 приведено поле осевой скорости в поперечном сечении посередине шейного отдела, рассчитанное на данных сетках в стационарной задаче для модели 2 артерии, при среднерасходной скорости потока $V_b = 0,7$ м/с (данное значение от-

вечает максимальной скорости за цикл при решении нестационарной задачи).

Результаты исследования на сеточную сходимость позволили в целом заключить, что поле скорости для самой грубой сетки существенно отличается от полей, полученных для трех других сеток (86 тыс., 172 тыс. и 450 тыс. элементов). При этом результаты для двух последних сеток весьма близки: различие не превосходит 5 %. В итоге для проведения нестационарных расчетов была выбрана сетка с числом элементов в 450 тыс.

Было также проведено исследование на чувствительность получаемых результатов к шагу по времени. Сравнивались решения,

полученные с шагами 0,005, 0,010 и 0,020 с. В результате было установлено, что решение мало изменяется с уменьшением шага по времени в указанном диапазоне; поэтому основные вычисления проводились только с шагом 0,01 с.

Результаты расчетов

Расчеты показали, что в грудном отделе общей сонной артерии формируются парные вихри Дина, в которых жидкость вращается в противоположных направлениях. На рис. 4 вихри Дина визуализированы с помощью изоповерхностей Q -критерия; они имеют вид двух близких по форме структур, вытянутых вдоль внешней стенки модели сосуда. Вихри Дина, переходя в шейный отдел общей сонной артерии,

трансформируются в единый вихрь, формирующий закрученное течение. Наиболее сильная закрутка генерируется в месте сочленения грудного и шейного отделов. Вниз по течению закрутка затухает, и примерно на середине шейного отдела возникает второй вихрь, который постепенно увеличивается в размерах по длине сосуда.

Для характеристики интенсивности закрученного течения использованы два параметра: интегральный параметр закрутки S ,

$$S = \frac{\int V_{\phi} V_z r^2 dr}{R \int V_z^2 r dr}$$

— безразмерный момент количества движения в окружном направлении, а также ши-

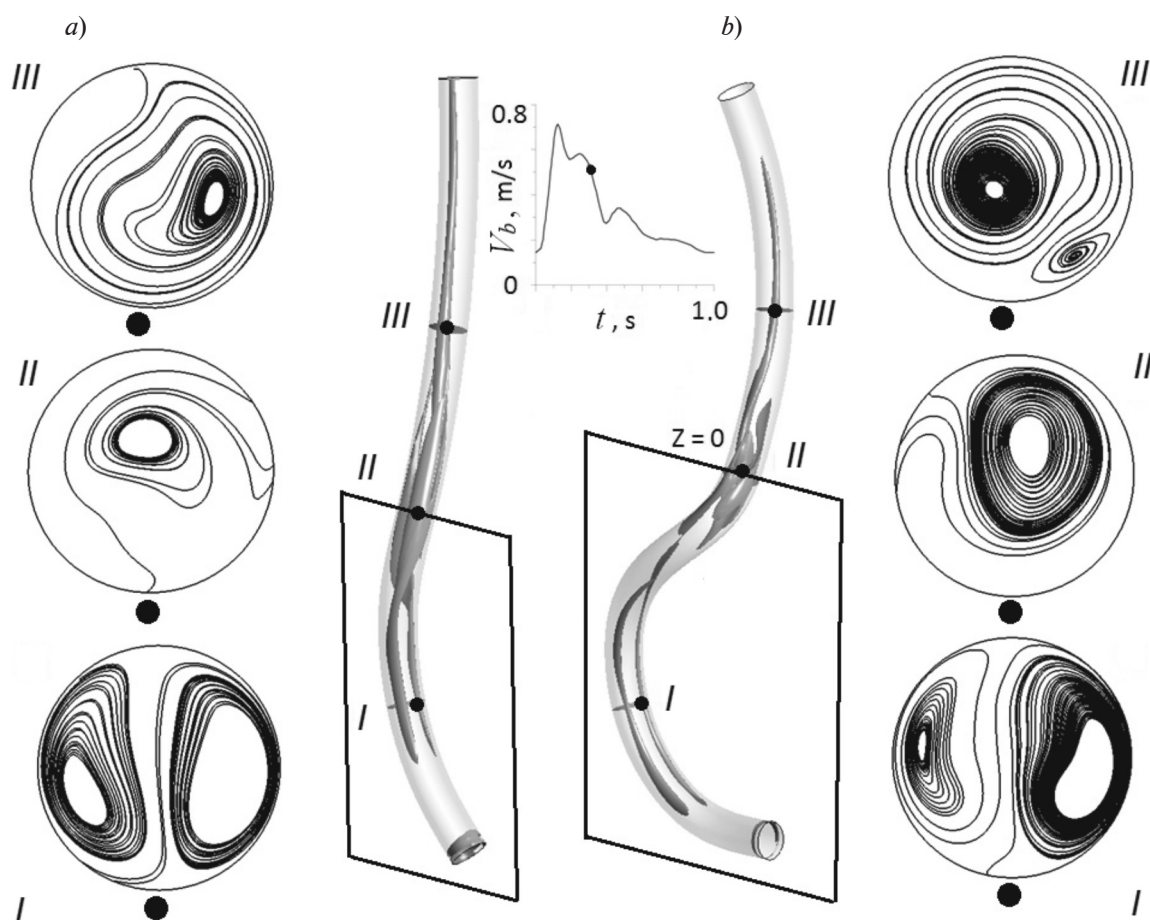


Рис. 4. Изоповерхности Q -критерия в фазу уменьшения расхода ($t = 0,3$ с) и линии тока в трех поперечных сечениях (I, II, III) для модели 1 (a) и модели 2 (b); на вставке приведена динамика среднерасходной скорости за цикл, момент $t = 0,3$ с отмечен точкой

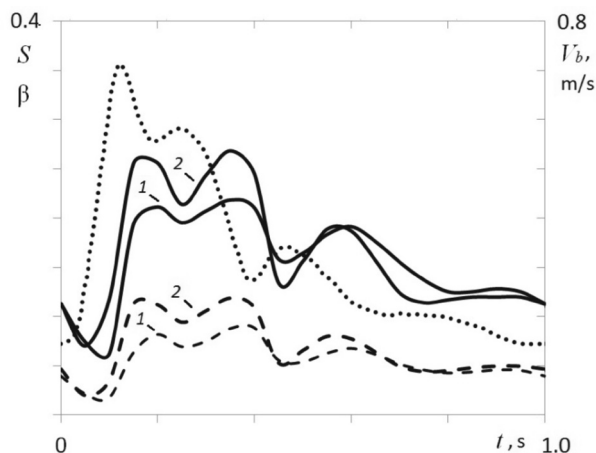


Рис. 5. Изменение во времени цикла двух параметров закрутки: S (пунктирные линии) и β (сплошные), в сечении посередине шейного отдела для моделей 1 и 2, по сравнению с динамикой среднерасходной скорости (точечная линия)

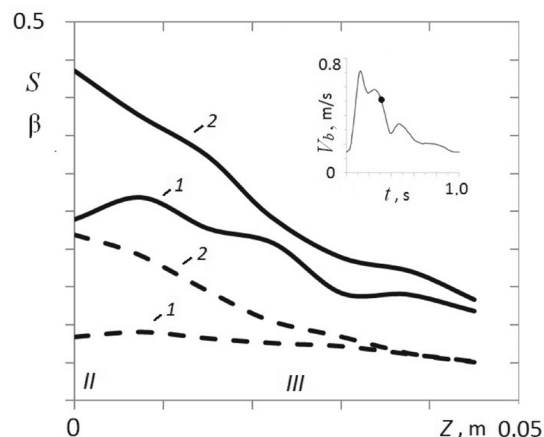


Рис. 6. Изменение параметров закрутки по длине шейного отдела: S (штриховые линии) и β (сплошные) в момент времени $t = 0,3 \text{ с}$ для моделей 1 и 2 общей сонной артерии; II, III — точки поперечных сечений на оси z ; вставка идентична приведенной на рис. 4

роко используемый на практике параметр закрутки β ,

$$\beta = \frac{V_{\phi \max}}{V_{z \max}}$$

— отношение максимальной окружной скорости к максимальной осевой.

В приведенных формулах r — радиальная координата; R — радиус сосуда; V_{ϕ} , V_z — окружная и осевая скорости.

На рис. 5 для обеих исследованных моделей показано изменение во времени цикла двух введенных параметров закрутки. Видно, что наиболее интенсивная закрутка возникает во время систолы (примерно от 0,17 до 0,40 с). Для среднестатистической модели артерии в этот промежуток времени параметры $S \approx 0,08$, $\beta \approx 0,2$, а для модели с максимальной физиологической извитостью интенсивность закрутки примерно на 30 — 50 % больше. Примечательно, что на большей части цикла отношение β/S для обеих моделей приблизительно постоянно и составляет 2,0 — 2,5.

На рис. 6 показано изменение параметров закрутки по длине шейного отдела модели артерии. Оно имеет характер плавного уменьшения, практически линейного на отдельных участках. Несмотря

на весьма сильное различие интенсивностей закрутки в начале шейного отдела, полученных для двух рассматриваемых моделей (для модели 1 $S \approx 0,1$, $\beta \approx 0,2$; для модели 2 $S \approx 0,2$, $\beta \approx 0,45$), к концу шейного отдела интенсивность закрученного течения по обеим моделям выравнивается и характеризуется значениями $S \approx 0,05$, $\beta \approx 0,1$. Данные значения рекомендуется использовать для постановки численной задачи о расчете кровотока в бифуркации сонной артерии в качестве входных условий.

Заклучение

Закрученное течение в извитой сонной артерии формируется под действием пространственной кривизны артерии и пульсирующего характера течения. Наиболее сильная закрутка формируется во время фазы уменьшения расхода на стыке грудного и шейного отделов, где происходит трансформация вихрей Дина, характерных для течения в криволинейных трубках, в единый вихрь, формирующий закрученное течение. По мере затухания закрутки, вниз по течению вновь возникает второй вихрь. Средний за систолу уровень интенсивности закрутки (он характеризуется отношением

максимальной окружной к максимальной осевой скорости) составляет значение 0,20 для модели среднестатистической общей сонной артерии и 0,25 — для модели с максимальной физиологической извитостью,

что соответствует клиническим результатам [5].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 15-01-07923).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

[1] Manbachi A., Hoi Y., Wasserman B.A., Lakatta E.G., Steinman D.A. On the shape of the common carotid artery with implications for blood velocity profiles // *Physiol. Meas.* 2011. Vol. 32. No. 12. Pp. 1885–1897.

[2] Гатаулин Я.А., Юхнев А.Д., Попов М.А., Курапеев Д.И. Численное моделирование кровотока в общей сонной артерии с S-образной извитостью // *Биотехносфера*. 2013. Т. 5. № 1. С. 27–33.

[3] Ford M.D., Xie Y.J., Wasserman B.A., Steinman D.A. Is flow in the common carotid artery fully developed? // *Physiol. Meas.* 2008. Vol. 29.

No. 11. Pp. 1335–1349.

[4] Hoi Y., Wasserman B.A., Xie Y.J., Najjar S.S., Ferruci L., Lakatta E.G., Gerstenblith G., Steinman D.A. Characterization of volumetric flow rate waveforms at the carotid bifurcations of older adults // *Physiol. Meas.* 2010. Vol. 31. No. 3. Pp. 291–302.

[5] Куликов В.П., Кирсанов Р.И., Засорин С.В. Доплерографическая регистрация феномена винтового движения крови в общих сонных артериях у людей // *Ультразвуковая и функциональная диагностика*. 2006. Т. 2. № 1. С. 96–100.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ГАТАУЛИН Яков Александрович — математик, заместитель директора Института прикладной механики и математики по НИРС Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
yakov_gataulin@mail.ru

ЗАЙЦЕВ Дмитрий Кириллович — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры «Гидродинамика, горение и теплообмен» Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
zaitsev-aero@yandex.ru

СМИРНОВ Евгений Михайлович — доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой «Гидродинамика, горение и теплообмен» Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
smirnov_em@spbstu.ru

ЮХНЕВ Андрей Данилович — научный сотрудник кафедры «Гидродинамика, горение и теплообмен» Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
a.yukhnev@mail.ru

Gataulin Ya.A., Zaitsev D.K., Smirnov E.M., Yukhnev A.D. NUMERICAL STUDY OF SPATIAL-TEMPORAL EVOLUTION OF THE SECONDARY FLOW IN THE MODELS OF A COMMON CAROTID ARTERY.

Numerical study of the secondary flow in the two geometrically different models of a common carotid artery has been carried out. One of the models (Model 1) is characterized by a statistically averaged curvature, and the second one (Model 2) is attributed to the maximal curvature of the artery. It was shown that



the most intensive swirl occurred at the phase of flow rate decreasing, the maximum values of the swirl parameters were observed at the interface of the cervical and thoracic segments of the artery. This interface is the place where the Dean vortices are transformed into a single vortex forming a swirling flow. The swirl intensity averaged over the systole and characterized by the ratio of the maximal values of the axial and circumferential velocities was evaluated as 0.20 for Model 1 and 0.25 for Model 2. Generally, it was in accordance with the data of clinical measurements.

COMMON CAROTID ARTERY, SWIRLING FLOW, COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS, NAVIER – STOKES EQUATIONS.

REFERENCES

- [1] A. Manbachi, Y. Hoi, B.A. Wasserman, E.G. Lakatta, D.A. Steinman, On the shape of the common carotid artery with implications for blood velocity profiles, *Physiol. Meas.* 32 (12) (2011) 1885–1897.
- [2] Ya.A. Gataulin, A.D. Yukhnev, M.A. Popov, D.I. Kurapeyev, Chislennoye modelirovaniye krovotoka v obshchey sonnoy arterii s *S*-obraznoy izvitostyu [Numerical simulation of the bloodstream in the common carotid artery with *S*-shaped tortuosity], *Biotehnosfera*. 5 (1) (2013) 27–33.
- [3] M.D. Ford, Y.J. Xie, B.A. Wasserman, D.A. Steinman, Is flow in the common carotid artery fully developed?, *Physiol. Meas.* 29(11) (2008) 1335–1349.
- [4] Y. Hoi, B.A. Wasserman, Y.J. Xie, et. al., Characterization of volumetric flow rate waveforms at the carotid bifurcations of older adults, *Physiol. Meas.* 31 (3) (2010) 291–302.
- [5] V.P. Kulikov, R.I. Kirsanov, S.V. Zasorin, Dopplerograficheskaya registratsiya fenomena vintovogo dvizheniya krovi v obshchikh sonnykh arteriyakh u lyudey [Dopplerographic recording the phenomenon of the screw blood motion in the human common carotid arteries], *Ultrazvukovaya i funktsionalnaya diagnostika*. 2 (1) (2006) 96–100.

THE AUTHORS

GATAULIN Yakov A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
yakov_gataulin@mail.ru

ZAITSEV Dmitry K.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
zaitsev-aero@yandex.ru

SMIRNOV Evgeniy M.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
smirnov_em@spbstu.ru

YUKHNEV Andrey D.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
a.yukhnev@mail.ru

ПРИМЕСНАЯ ТЕРАГЕРЦОВАЯ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ В НАНОСТРУКТУРАХ С КВАНТОВЫМИ ЯМАМИ ПРИ МЕЖЗОННОМ ФОТОВОЗБУЖДЕНИИ

Представлены результаты экспериментального исследования примесной фотолюминесценции дальнего (терагерцового) и ближнего ИК спектральных диапазонов в структурах с квантовыми ямами n -GaAs/AlGaAs различной ширины при межзонном фотовозбуждении электронно-дырочных пар. В спектрах фотолюминесценции в дальнем ИК диапазоне обнаружены оптические переходы электронов между первой подзоной размерного квантования и основным состоянием донорной примеси, а также между возбужденным и основным состояниями донорной примеси. Наблюдение этих оптических переходов стало возможным, благодаря опустошению основного состояния донора в квантовой яме за счет излучательных переходов носителей заряда с основного донорного состояния в первую подзону размерного квантования дырок в квантовой яме. Экспериментально показана возможность перестройки длины волны терагерцового излучения структур с легированными квантовыми ямами за счет изменения ширины квантовых ям.

ТЕРАГЕРЦОВАЯ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ, ИЗЛУЧЕНИЕ, КВАНТОВАЯ ЯМА, СПЕКТР, НАНОСТРУКТУРА, ПОЛУПРОВОДНИК.

Введение

В настоящее время актуальной является задача разработки эффективных полупроводниковых источников терагерцового излучения (диапазон длин волн электромагнитного излучения составляет 30 – 300 мкм), поскольку они могут найти свое применение в различных областях науки и техники, таких как медицина, экологический мониторинг окружающей среды, системы безопасности, а также информационные технологии (см., например, работы [1 – 3]). Один из перспективных механизмов для генерации терагерцового излучения основан на оптических переходах неравновесных носителей заряда с участием примесных состояний в полупроводниках и полупроводниковых наноструктурах. Этот меха-

низм является альтернативой квантово-каскадному лазеру [4], для производства которого требуются очень сложные методики роста высококачественных полупроводниковых наноструктур.

В настоящее время существует несколько механизмов генерации терагерцового излучения, основанных на примесных переходах носителей заряда в полупроводниках и полупроводниковых наноструктурах. Так, терагерцовое излучение наблюдалось на переходах неравновесных носителей заряда с участием резонансных состояний примеси при пробое примесей электрическим полем в механически деформированном p -Ge [5] и в микроструктурах со встроенными механическими напряжениями GaAs/GaAsN:Be [6]. Кроме того, при внутризонном опти-



ческом возбуждении носителей заряда наблюдалось терагерцовое излучение из объемного кремния, легированного различными примесями [7]. При межзонном фотовозбуждении излучение терагерцового диапазона было обнаружено в легированных объемных полупроводниках, таких как GaN [8], GaAs и Ge [9].

Работ, посвященных исследованию излучения, лежащего в терагерцовом диапазоне, из наноструктур с легированными квантовыми ямами (КЯ), опубликовано немного. Например, в продольных электрических полях терагерцовое излучение наблюдалось в квантовых ямах GaAs/AlGaAs, легированных примесями донорного [10] и акцепторного [11] типов.

Первое наблюдение терагерцового излучения из наноструктур с легированными КЯ при межзонной оптической накачке представлено в работе [11]. При такой накачке происходит генерация электронно-дырочных пар с их последующим захватом в КЯ. При низкой температуре кристаллической решетки донорные примеси в КЯ выморожены, т. е. нейтральны. Электроны с основных донорных состояний могут рекомбинировать с неравновесными дырками. Этот процесс обычно сопровождается испусканием квантов света ближнего ИК диапазона. На освободившиеся в результате этого процесса основные примесные состояния возможен захват неравновесных электронов, который может происходить с испусканием квантов света терагерцового диапазона.

Настоящая работа является развитием предыдущей работы авторов по этой тематике [11] и посвящена исследованию излучения терагерцового и ближнего ИК диапазонов в наноструктурах с легированными донорами КЯ различной ширины.

Исследуемые образцы и методика эксперимента

Оптические исследования были выполнены на трех образцах. Два из них были выращены методом молекулярно-пучковой эпитаксии на полуизолирующей подложке арсенида галлия и содержали легированные КЯ GaAs/AlGaAs различной ширины.

В первом из образцов было 226 периодов КЯ GaAs шириной 16,1 нм, разделенных барьерами $\text{Al}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{As}$ толщиной 4,8 нм. Вторым образцом содержал 50 периодов КЯ GaAs шириной 30 нм, разделенных барьерами $\text{Al}_{0,30}\text{Ga}_{0,70}\text{As}$ толщиной 7 нм. Структуры с узкими и широкими КЯ имели поверхностный слой GaAs толщиной 60 и 20 нм, соответственно. Легирование КЯ в обеих структурах осуществлялось кремнием (донор) с поверхностной концентрацией $n_s = 3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. В качестве третьего образца была использована полуизолирующая подложка GaAs, аналогичная тем подложкам, на которых были выращены наноструктуры с легированными КЯ.

При оптических исследованиях образцы находились в криостате замкнутого цикла Janis PTCM-4-7, который позволял поддерживать температуру образца в диапазоне от 4 до 320 К. Оптическое возбуждение неравновесных носителей заряда в структурах осуществлялось через окно из плавленого кварца непрерывным излучением твердотельного лазера с диодной накачкой (длина волны $\lambda = 532 \text{ нм}$, средняя выходная мощность $P = 8 \text{ мВт}$).

Исследования спектров фотолюминесценции (ФЛ) в терагерцовом спектральном диапазоне осуществлялось с помощью вакуумного Фурье-спектрометра Bruker Vertex 80v, работающего в режиме пошагового сканирования. Выходное окно криостата замкнутого цикла было выполнено из полиметилпентена, а входное окно спектрометра — из полиэтилена. Данные материалы окон обладают высокой степенью прозрачности в терагерцовом диапазоне. Излучение ФЛ образца собиралось внеосевым параболическим зеркалом Фурье-спектрометра через фильтр из черного полиэтилена, который предотвращал попадание рассеянного излучения накачки в измерительную часть экспериментальной установки. В качестве детектора терагерцового излучения использовался охлаждаемый жидким гелием кремниевый болометр, который имел вакуумный оптический контакт с Фурье-спектрометром. Сигнал фотоответа болометра измерялся фазочувствительным детектором (lock-in amplifier) SR-830, который

был синхронизирован с лазером накачки (излучение лазера модулировалось обтюратором на частоте 87 Гц со скважностью 2).

Для исследования спектров терагерцовой ФЛ нами использовались две конфигурации оптической системы Фурье-спектрометра.

Первая включала в себя комбинацию полиэтиленового фильтра толщиной 0,5 мм на входе кремниевого болометра и светоделиителя из многослойного лавсана толщиной 6 мкм. Данная оптическая конфигурация позволяла проводить исследования в диапазоне энергий кванта от 4 до 40 мэВ.

Вторая конфигурация включала в себя фильтр из кристаллического кварца на болометре и лавсановый светоделиитель толщиной 25 мкм; она позволяла повысить пропускание оптической системы Фурье-спектрометра в диапазоне энергий кванта 2 – 14 мэВ.

Измерение спектров ФЛ в ближнем ИК диапазоне производилось с помощью решеточного монохроматора Horiba Jobin Yvon FHR-640 с голографической дифракционной решеткой, имеющей 1200 штрихов / мм. При исследовании спектров ФЛ ближнего ИК диапазона использовалось выходное окно криостата замкнутого цикла из плавленого кварца. Излучение фотолюминесценции образца проходило через светофильтр КС-15, который обладает прозрачностью в диапазоне длин волн 0,68 – 2,50 мкм и не пропускает рассеянное излучение накачки, и фокусировалось линзой на входной щели решеточного монохроматора. Детектирование сигнала осуществлялось кремниевой ПЗС-матрицей, охлаждаемой жидким азотом.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Спектры терагерцовой ФЛ, зарегистрированные для структуры с узкими легированными КЯ и для полуизолирующей подложки GaAs, представлены на рис. 1. Видно, что в обоих спектрах наблюдается полоса излучения в диапазоне энергий кванта 18 – 27 мэВ. Поэтому можно утверждать, что данная полоса не связана с наличием легированных КЯ в изучаемой

структуре. Эта полоса может быть вызвана наличием неконтролируемых примесей в подложке или в объемных слоях структуры с КЯ. Одной из таких примесей может быть углерод, который обладает энергией связи около 20 мэВ и может возникать в процессе выращивания объемного арсенида галлия методом Чохральского [12] или в процессе выращивания эпитаксиальных слоев методом молекулярно-пучковой эпитаксии [13]. Различие в ширине полос терагерцового излучения (в спектре 1 она больше) и отсутствие тонкой структуры полосы в спектре 1 (см. рис. 1) объясняются более низким разрешением спектра для структуры с узкими КЯ (спектр 1). Тонкая структура линий спектра 2 связана с артефактом — интерференцией в черном полиэтиленовом фильтре. Период интерференции равен примерно 1,86 мэВ, что соответствует реальной толщине полиэтилена (около 100 мкм).

Полоса излучения в диапазоне энергий кванта 8 – 16 мэВ с максимумом вблизи 12 мэВ наблюдается только в спектре терагерцовой ФЛ образца с узкими КЯ и не наблюдается в спектре излучения подложки GaAs (см. рис. 1). Это указывает на то, что данная полоса излучения может быть связана с наличием КЯ в изучаемой наноструктуре.

Энергию связи донорной примеси

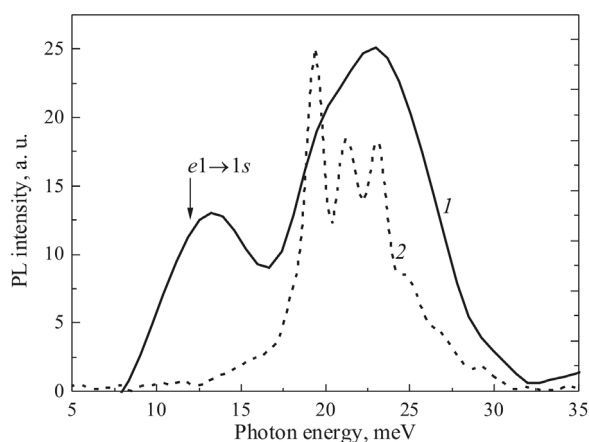


Рис. 1. Спектры терагерцовой фотолюминесценции образца GaAs/AlGaAs (узкие КЯ) (кривая 1) и полуизолирующей подложки GaAs (2), измеренные при температуре 4,2 К

кремния в узких КЯ мы можем оценить на основе результатов теоретического расчета энергетического спектра КЯ, учитывающего примесные состояния [14]. Энергия связи примеси для КЯ шириной 16,1 нм, согласно нашим оценкам, составляет примерно 10 мэВ. Поэтому полоса излучения с максимумом близи энергии кванта 12 мэВ может быть связана с излучательными переходами неравновесных электронов с первого уровня размерного квантования для электронов $e1$ на основное состояние ионизированной донорной примеси $1s$. Спектральное положение этой полосы излучения удовлетворительно соответствует нашим оценкам энергии ионизации примеси в узкой КЯ изучаемого образца, составляющей около 10 мэВ. Значительная ширина данной полосы излучения может быть связана с низким спектральным разрешением измеренного спектра терагерцовой ФЛ, а также с его неоднородным уширением вследствие неоднородного распределения значительного числа примесей в КЯ.

В соответствии с механизмом генерации излучения, описанным выше, наличие переходов $e1 \rightarrow 1s$, обнаруженное в спектре терагерцовой ФЛ для образца с узкими КЯ (см. рис. 1), должно подтверждаться наличием особенностей в спектрах межзонной ФЛ, которые вызваны излучательной рекомбинацией неравновесных электронов и дырок через основное состояние донора в КЯ. Результаты экспериментального исследования спектров ФЛ ближнего ИК диапазона для образца с узкими КЯ GaAs/AlGaAs представлены на рис. 2. Расчетное значение энергии межзонного перехода $e1 \rightarrow hh1$ отмечено на рис. 2 стрелкой внизу.

Как правило, в спектрах межзонной ФЛ легированных наноструктур (когда спектры регистрируются при низкой температуре и низких уровнях накачки) обнаруживаются пики излучения, связанные с излучательной рекомбинацией свободных тяжелых или легких экситонов, с излучательной рекомбинацией экситонов, связанных на примеси, и с излучательной рекомбинацией электронно-дырочных пар через примесные состояния (см., например, [15 – 17]).

Пик излучения при энергии кван-

та 1,528 эВ отстоит от расчетного значения оптического перехода $e1 \rightarrow hh1$ на 7 мэВ. Мы полагаем, что этот пик обусловлен излучательной рекомбинацией свободных тяжелых экситонов, образованных на основных подзонах размерного квантования (переход $Xe1 \rightarrow hh1$ на рис. 2). Энергия связи свободного тяжелого экситона в объемном GaAs составляет величину около 4,2 мэВ [18], а для достаточно узких КЯ значение энергии связи экситона должно быть выше объемного [15]. Аналогичным образом были выявлены излучательные переходы свободных тяжелых и легких экситонов, связанных на соответствующих подзонах размерного квантования: переходы $Xe1 \rightarrow lh1$, $Xe2 \rightarrow hh2$, $Xe2 \rightarrow lh2$, $Xe3 \rightarrow hh3$ (также отмечены стрелками на рис. 2).

Пик излучения при энергии кванта 1,5257 эВ отстоит по энергии от перехода $Xe1 \rightarrow hh1$ на 2,1 мэВ и связан с излучательной рекомбинацией экситонов, связанных на донорной примеси. Согласно данным работы [15], для квантовых ям шириной 20 нм значение энергии связи экситона, связанного на донорной примеси, составляет 2 мэВ, что хорошо согласуется с нашими результатами.

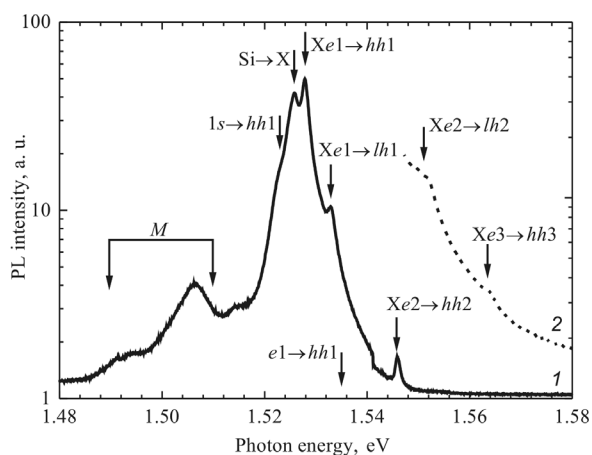


Рис. 2. Спектры ФЛ ближнего ИК диапазона образца с узкими КЯ GaAs/AlGaAs ($T = 4,2$ К), измеренные с различными периодами накопления сигнала: 1 с (кривая 1) и 10 с (2); масштаб кривых по вертикальной оси различен. Стрелки указывают на позиции предполагаемых основных переходов; расчетное значение энергии для перехода $e1 \rightarrow hh1$ также отмечено стрелкой; M — матрица

На спектре ФЛ наблюдается плечо вблизи энергии кванта 1,523 эВ (см. рис. 2), которое отстоит на 12 мэВ от расчетного значения излучательного перехода $e1 \rightarrow hh1$; оно связывается с излучательной рекомбинацией неравновесных электронов и дырок через основное состояние донорной примеси Si в узких КЯ изучаемого образца (переход $1s \rightarrow hh1$ на рис. 2). Напомним, что в спектре терагерцовой ФЛ для образца с узкими КЯ (см. рис. 1) была обнаружена полоса излучения с максимумом вблизи энергии кванта 12 мэВ, которая связывается с излучательными переходами неравновесных электронов между основной подзоной размерного квантования для электронов $e1$ и основным донорным состоянием $1s$. Кроме того, в КЯ GaAs/AlGaAs шириной 20 нм энергия связи донорной примеси составила 11,6 мэВ [15], что также хорошо согласуется с нашими результатами.

Широкая полоса излучения в диапазоне энергий кванта от 1,485 до 1,510 эВ, отмеченная как M (матрица) на рис. 2, может быть связана с оптическими переходами зона $\rightarrow$ примесь в объемных слоях структуры.

Таким образом, для образца с узкими легированными КЯ, в спектрах межзонной ФЛ была обнаружена линия излучательной рекомбинации неравновесных электронов и дырок через основное донорное состояние (переход $1s \rightarrow hh1$ на рис. 2), а в спектре терагерцовой ФЛ для того же образца обнаружена полоса излучения, вызванная оптическими переходами электронов между основной подзоной размерного квантования и основным примесным состоянием (переход $e1 \rightarrow 1s$ на рис. 1).

Второй образец с КЯ не отличается от первого по уровню легирования КЯ, однако ширина его легированной КЯ больше. Увеличение указанной ширины должно приводить к снижению энергии связи донорной примеси в КЯ [19, 20], а это должно отразиться на спектрах терагерцовой ФЛ смещением в длинноволновую область пика излучения, относящегося к электронным переходам, связанным с наличием донорных примесей в КЯ.

Спектры терагерцовой ФЛ для образца с широкими легированными КЯ, измеренные при различных температурах кристаллической решетки, представлены на рис. 3. При этих измерениях использовалась вторая конфигурация оптической системы Фурье-спектрометра, описанная выше. На данном графике присутствует пик ФЛ, который соответствует энергии кванта 8 мэВ. Положение этого пика на спектре хорошо согласуется с результатами расчета энергетического спектра КЯ, учитывающего наличие примесных состояний [10]. Пик может быть связан с оптическим переходом электронов из первой подзоны размерного квантования в основное состояние донорной примеси ($e1 \rightarrow 1s$, энергия кванта – 8,7 мэВ), а также с внутрицентровым переходом $2p_{xy} \rightarrow 1s$ (6,6 мэВ). Расчетные значения энергий этих переходов показаны стрелками на рис. 3.

Полученные нами результаты также хорошо согласуются со спектрами фотопроводимости при возбуждении светом p - и s -поляризации, в структуре, аналогичной изучаемой нами, тоже с широкими легированными КЯ [10], где также наблюдали широкую линию поглощения, связанную с переходами $1s \rightarrow e1$ и $1s \rightarrow 2p_{xy}$.

Из сравнения спектров терагерцовой

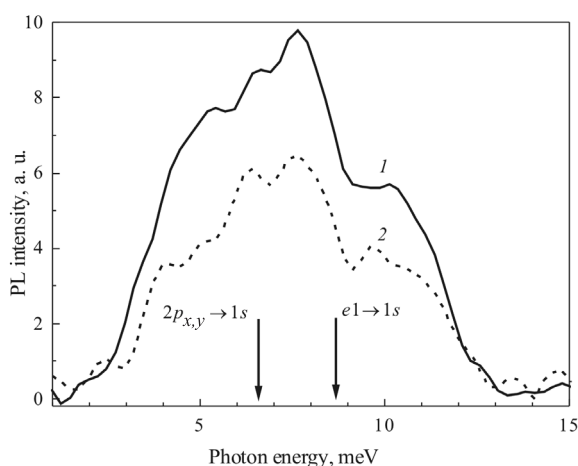


Рис. 3. Спектры терагерцовой ФЛ образца с широкими КЯ GaAs/AlGaAs, измеренные при температурах 4,4 К (кривая 1) и 10 К (2). Стрелками отмечены расчетные значения энергий для указанных электронных переходов



ФЛ, зарегистрированных для образцов с узкой и широкой ямами, видно, что полоса излучения, вызванная примесными переходами неравновесных электронов в КЯ, смещается в длинноволновую область с увеличением ширины КЯ, что и ожидалось.

Из сравнения спектров терагерцовой ФЛ, полученных для образца с широкими легированными КЯ при двух температурах (см. рис. 3), видно, что при увеличении температуры интенсивность терагерцовой ФЛ падает. Это может быть связано с соответствующим снижением вероятности захвата электрона на ионизованный донор. Такое поведение терагерцовой люминесценции с ростом температуры уже наблюдалось в объемных полупроводниках авторами работы [21].

Чтобы подтвердить предполагаемый механизм генерации терагерцового излучения (с участием примесных состояний в КЯ), был измерен спектр межзонной ФЛ (рис. 4), как и для образца с узкими КЯ. Стрелками на рис. 4 отмечены спектральные особенности, которые могут быть связаны с излучательной рекомбинацией свободных тяжелых экситонов, связанных на основной электронной и дырочной подзонах (переход $Xe1 \rightarrow hh1$ на рис. 4), а также с излучательной рекомбинацией экситонов, связанных на донорной примеси кремния (переход $Si \rightarrow X$ на рис. 4). Приведенная идентификация спектральных особенностей сделана на основе данных эксперимента и расчета энергетического спектра, сопоставления оценок глубины залегания примеси, энергии связи экситонов в КЯ. Широкая полоса излучения в диапазоне энергий кванта от 1,48 до 1,51 эВ, отмеченная как M («матрица»), может быть связана с оптическими переходами зона $\rightarrow$ примесь в объемных слоях структуры. Эта полоса также наблюдается в спектрах межзонной ФЛ для структуры с узкими легированными КЯ (см. рис. 2). Линия излучения при энергии кванта 1,528 эВ приписывается излучательной рекомбинации неравновесных электронов и дырок через основное примесное состояние (переход $1s \rightarrow hh1$ на рис. 4), поскольку отстоит от расчетного значения излучательного перехода $e1 \rightarrow hh1$

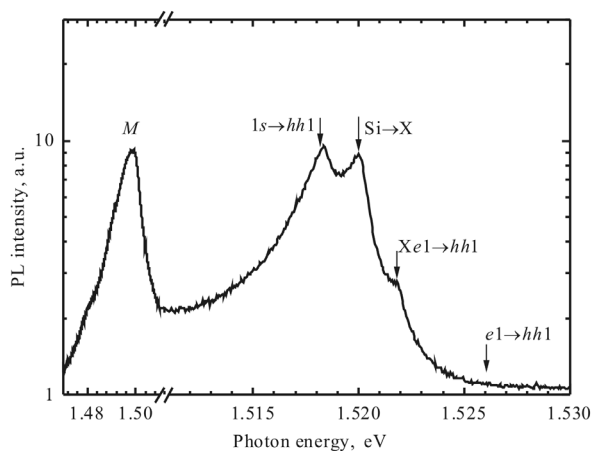


Рис. 4. Спектр ФЛ ближнего ИК диапазона, полученный для структуры с широкими КЯ GaAs/AlGaAs ($T = 4,2$ К).

Стрелки указывают на позиции предполагаемых основных переходов

на 8 мэВ. Этот результат хорошо согласуется с результатами расчета энергетического спектра электронных состояний с учетом состояний примеси [10], а также с результатами анализа спектров терагерцовой ФЛ для образца с широкими КЯ (см. рис. 3).

Заключение

В работе продемонстрирован механизм генерации терагерцового излучения при межзонном фотовозбуждении неравновесных носителей заряда в легированных донорной примесью кремния квантовых ямах GaAs/AlGaAs различной ширины, который подкреплён экспериментальными результатами исследования спектров межзонной фотолюминесценции для исследуемых образцов. Проведен подробный анализ этих спектров, их сравнение с результатами проведенного теоретического расчета, а также с литературными данными. Показана возможность перестройки длины волны терагерцового излучения в наноструктурах при изменении ширины легированных КЯ.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ № 16-32-60085, гранта Президента Российской Федерации для молодых кандидатов наук МК-6064.2016.2 и Минобрнауки России (государственное задание).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] **Humphreys K., Loughran J.P., Gradziel M., et al.** Medical applications of terahertz imaging: a review of current technology and potential applications in biomedical engineering // Conference Proceedings IEEE Engineering in Medicine and Biology Society. 2004. Vol. 1. Pp. 1302–1305.
- [2] **Duque C.A., Tiutiunnyk A., Morales A.L., et al.** Terahertz – yesterday, today, and tomorrow // Momento. 2016. No. 51E. Pp. 103–116.
- [3] **Goryachuk A.A., Khodzitsky M.K., Borovkova M.A., et al.** The optical properties and spectral features of malignant skin melanocytes in the terahertz frequency range // Journal of Physics: Conference Series. 2016. Vol. 741. P. 012072.
- [4] **Fatholouloumi S., Dupont E., Chan C.W.I., et al.** Terahertz quantum cascade lasers operating up to ~ 200 K with optimized oscillator strength and improved injection tunneling // Optics Express. 2012. Vol. 20. No. 4. Pp. 3866–3876.
- [5] **Gousev Yu.P., Altukhov I.V., Korolev K.A., et al.** Widely tunable continuous-wave THz laser // Applied Physics Letters. 1999. Vol. 75. No. 6. Pp. 757–759.
- [6] **Shalygin V.A., Vorobjev L.E., Firsov D.A., et al.** Terahertz luminescence in strained GaAsN:Be layers under strong electric fields // Applied Physics Letters. 2007. Vol. 90. No. 16. P. 161128.
- [7] **Ковалевский К.А., Жукавин Р.Х., Цыпленков В.В. и др.** Лазеры на мелких донорах в одноосно-деформированном кремнии // Физика и техника полупроводников. 2013. Т. 47. Вып. 2. С. 199–205.
- [8] **Захарьин А.О., Бобылев А.В., Андрианов А.В.** Терагерцовое излучение при межзонном фотовозбуждении слоев GaN // Физика и техника полупроводников. 2012. Т. 46. Вып. 9. С. 1158–1162.
- [9] **Андрианов А.В., Захарьин А.О., Иванов Ю.Л., Кипа М.С.** Примесная терагерцовая люминесценция при межзонном фотовозбуждении полупроводников // Письма в ЖЭТФ. 2010. Т. 91. Вып. 2. С. 102–105.
- [10] **Фирсов Д.А., Шалыгин В.А., Паневин В.Ю. и др.** Излучение и фотопроводимость в квантовых ямах в терагерцовой области спектра: роль резонансных состояний // Физика и техника полупроводников. 2010. Т. 44. Вып. 11. С. 1443–1446.
- [11] **Фирсов Д.А., Воробьев Л.Е., Паневин В.Ю. и др.** Терагерцовое излучение, связанное с примесными переходами электронов в квантовых ямах при оптической и электрической накачке // Физика и техника полупроводников. 2015. Т. 49. Вып. 1. С. 28–32.
- [12] **Wakefield B., Leigh P.A., Lyons M.H., Elliot C.R.** Characterization of semi-insulating liquid encapsulated Czochralski GaAs by cathodoluminescence // Applied Physics Letters. 1984. Vol. 45. No. 1. Pp. 66–68.
- [13] **Dingle R., Weisbuch C., Stormer H.L., et al.** Characterization of high purity GaAs grown by molecular beam epitaxy // Applied Physics Letters. 1982. Vol. 40. No. 6. Pp. 507–509.
- [14] **Helm M., Peeters F.M., DeRosa F., et al.** Far-infrared spectroscopy of minibands and confined donors in GaAs/Al_xGa_{1-x}As superlattices // Physical Review B. 1991. Vol. 43. No. 17. Pp. 13983–13991.
- [15] **Kundrotas J., Čerškus A., Valušis G., et al.** Impurity-related photoluminescence line shape asymmetry in GaAs/AlAs multiple quantum wells: Fractional-dimensional space approach // Journal of Applied Physics. 2010. Vol. 107. No. 7 P. 093109.
- [16] **Kundrotas J., Čerškus A., Nargelien V., et al.** Enhanced exciton photoluminescence in the selectively Si doped GaAs/Al_xGa_{1-x}As heterostructures // Journal of Applied Physics. 2010. Vol. 108. No. 6. P. 063522.
- [17] **Tabata A., Levine A., Ceschin A.M., et al.** Optical properties of GaAs/AlGaAs selectively doped quantum well structures // Radiation Effects and Defects in Solids: Incorporating Plasma Science and Plasma Technology. 1998. Vol. 146. No. 1–4. Pp. 207–214.
- [18] **Nam S.B., Reynolds D.C., Litton C.W., et al.** Free-exciton energy spectrum in GaAs // Physical Review B. 1976. Vol. 13. No. 2. Pp. 761–767.
- [19] **Greene R.L., Bajaj K.K.** Energy levels of hydrogenic impurity states in GaAs/Ga_{1-x}Al_xAs quantum well structures // Solid State Communications. 1983. Vol. 45. No. 9. Pp. 825–829.
- [20] **Chaudhuri S.** Hydrogenic-impurity ground state in GaAs-Ga_{1-x}Al_xAs multiple-quantum-well structures // Physical Review B. 1983. Vol. 28. No. 8. Pp. 4480–4488.
- [21] **Pavlov S.G., Hübers H.-W., Rummeli M.H.** Far-infrared stimulated emission from optically excited bismuth donors in silicon // Applied Physics Letters. 2002. Vol. 80. No. 25. Pp. 4717–4719.



СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

МАХОВ Иван Сергеевич — аспирант кафедры физики полупроводников и нанoeлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
makhoviv@gmail.com

ПАНЕВИН Вадим Юрьевич — старший преподаватель кафедры физики полупроводников и нанoeлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
pvyu@rphf.spbstu.ru

ВИННИЧЕНКО Максим Яковлевич — кандидат физико-математических наук, старший преподаватель кафедры физики полупроводников и нанoeлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
mvin@spbstu.ru

СОФРОНОВ Антон Николаевич — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физики полупроводников и нанoeлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
sofronov@rphf.spbstu.ru

ФИРСОВ Дмитрий Анатольевич — доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой физики полупроводников и нанoeлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
dmfir@rphf.spbstu.ru

ВОРОБЬЕВ Леонид Евгеньевич — доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики полупроводников и нанoeлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
lvor@rphf.spbstu.ru

Makhov I.S., Panevin V.Yu., Vinnichenko M.Ya., Sofronov A.N., Firsov D.A., Vorobjev L.E. IMPURITY ASSISTED TERAHERTZ LUMINESCENCE IN QUANTUM WELL NANOSTRUCTURES UNDER INTERBAND PHOTOEXCITATION.

The results of experimental study of the impurity-assisted photoluminescence in far- (terahertz) and near-infrared spectral ranges in *n*-GaAs/AlGaAs quantum well structures with different well widths under interband photoexcitation of electron-hole pairs have been presented. In the far-infrared photoluminescence spectra the optical electron transitions between the first electron subband and donor ground state as well as between excited and ground donor states were revealed. Observation of these optical electron transitions became possible because of the depopulation of the donor ground state in the quantum well due to the non-equilibrium charge carrier radiative transitions from the donor ground state to the first heavy hole subband. The opportunity to tune the terahertz radiation wavelength in structures with doped quantum wells by changing the quantum well width was demonstrated experimentally.

TERAHERTZ LUMINESCENCE, RADIATION, QUANTUM WELL, SPECTRUM, NANOSTRUCTURE, SEMICONDUCTOR.

REFERENCES

- [1] **K. Humphreys, J.P. Loughran, M. Gradziel, et al.**, Medical applications of terahertz imaging: a review of current technology and potential applications in biomedical engineering, Conference Proceedings IEEE Engineering in Medicine and Biology Society. 1 (2004) 1302–1305.
- [2] **C.A. Duque, A. Tiutiunnyk, A.L. Morales, et al.**, Terahertz – yesterday, today, and tomorrow, *Momento*. 51E (2016) 103–116.
- [3] **A.A. Goryachuk, M.K. Khodzitsky, M.A. Borovkova, et al.**, The optical properties and spectral features of malignant skin melanocytes in the terahertz frequency range, *Journal of Physics: Conference Series*. 741 (2016) 012072.
- [4] **S. Fatholoulumi, E. Dupont, C.W.I. Chan, et al.**, Terahertz quantum cascade lasers operating up to ~ 200 K with optimized oscillator strength and improved injection tunneling, *Optics Express*. 20(4) (2012) 3866–3876.
- [5] **Yu.P. Gousev, I.V. Altukhov, K.A. Korolev, et al.**, Widely tunable continuous-wave THz laser, *Applied Physics Letters*. 75(6) (1999) 757–759.
- [6] **V.A. Shalygin, L.E. Vorobjev, D.A. Firsov, et al.**, Terahertz luminescence in strained GaAsN:Be layers under strong electric fields, *Applied Physics Letters*. 90(16) (2007) 161128.
- [7] **K.A. Kovalevsky, R.Kh. Zhukavin, V.V. Tsyplenkov, et al.**, Shallow-donor lasers in uniaxially stressed silicon, *Semiconductors*. 47(2) (2013) 235–241.
- [8] **A.O. Zakhar'in, A.V. Bobylev, A.V. Andrianov**, Terahertz emission upon the interband excitation of GaN layers, *Semiconductors*. 46(9) (2012) 1135–1139.
- [9] **A.V. Andrianov, A.O. Zakhar'in, Y.L. Ivanov, M.S. Kipa**, Terahertz impurity luminescence under the interband photoexcitation of semiconductors, *JETP Letters*. 91(2) (2010) 96–99.
- [10] **D.A. Firsov, V.A. Shalygin, V.Yu. Panevin, et al.**, Terahertz emission and photoconductivity in *n*-type GaAs/AlGaAs quantum wells: the role of resonant impurity states, *Semiconductors*. 44(11) (2010) 1394–1397.
- [11] **D.A. Firsov, L.E. Vorobjev, V.Yu. Panevin, et al.**, Terahertz radiation associated with the impurity electron transition in quantum wells upon optical and electrical pumping, *Semiconductors*. 49(1) (2015) 28–32.
- [12] **B. Wakefield, P.A. Leigh, M.H. Lyons, C.R. Elliot**, Characterization of semi-insulating liquid encapsulated Czochralski GaAs by cathodoluminescence, *Applied Physics Letters*. 45(1) (1984) 66–68.
- [13] **R. Dingle, C. Weisbuch, H.L. Stormer, H. Morkoc, et al.**, Characterization of high purity GaAs grown by molecular beam epitaxy, *Applied Physics Letters*. 40 (6) (1982) 507–509.
- [14] **M. Helm, F.M. Peeters, F. DeRosa, et al.**, Far-infrared spectroscopy of minibands and confined donors in GaAs/Al_xGa(1–*x*)As superlattices, *Physical Review B*. 43 (17) (1991) 13983–13991.
- [15] **J. Kundrotas, A. Čerškus, G. Valušis, et al.**, Impurity-related photoluminescence line shape asymmetry in GaAs/AlAs multiple quantum wells: Fractional-dimensional space approach, *Journal of Applied Physics*. 107 (7) (2010) 093109.
- [16] **J. Kundrotas, A. Čerškus, V. Nargelien, et al.**, Enhanced exciton photoluminescence in the selectively Si doped GaAs/Al_xGa(1–*x*)As heterostructures, *Journal of Applied Physics*. 108 (6) (2010) 063522.
- [17] **A. Tabata, A. Levine, A. Marti Ceschin, et al.**, Optical properties of GaAs/AlGaAs selectively doped quantum well structures, *Radiation Effects and Defects in Solids: Incorporating Plasma Science and Plasma Technology*. 146(1–4) (1998) 207–214.
- [18] **S.B. Nam, D.C. Reynolds, C.W. Litton, et al.**, Free-exciton energy spectrum in GaAs, *Physical Review B*. 13(2) (1976) 761–767.
- [19] **R.L. Greene, K.K. Bajaj**, Energy levels of hydrogenic impurity states in GaAs/Ga_{1–*x*}Al_{*x*}As quantum well structures, *Solid State Communications*. 45(9) (1983) 825–829.
- [20] **S. Chaudhuri**, Hydrogenic-impurity ground state in GaAs-Ga_{1–*x*}Al_{*x*}As multiple-quantum-well structures, *Physical Review B*. 28(8) (1983) 4480–4488.
- [21] **S.G. Pavlov, H.-W. Hübers, M.H. Rummeli, et al.**, Far-infrared stimulated emission from optically excited bismuth donors in silicon, *Applied Physics Letters*. 80 (25) (2002) 4717–4719.

THE AUTHORS

MAKHOV Ivan S.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

makhoviv@gmail.com



PANEVIN Vadim Yu.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

pvyu@rphf.spbstu.ru

VINNICHENKO Maksim Ya.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

mvin@spbstu.ru

SOFRONOV Anton N.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

sofronov@rphf.spbstu.ru

FIRSOV Dmitriy A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

dmfir@rphf.spbstu.ru

VOROBJEV Leonid E.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

lvor@rphf.spbstu.ru

DOI: 10.5862/JPM.253.6

УДК: 535.3

*М.Я. Винниченко¹, И.С. Махов¹, А.В. Селиванов¹,
А.М. Сорокина¹, Л.Е. Воробьев¹, Д.А. Фирсов¹,
Л.М. Штеренгас², Г.Л. Беленький²*

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Российская Федерация;

² Университет штата Нью-Йорк в Стоуни Брук, США

ВЛИЯНИЕ ОЖЕ-РЕКОМБИНАЦИИ НА КОНЦЕНТРАЦИЮ НЕРАВНОВЕСНЫХ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА В КВАНТОВЫХ ЯМАХ InGaAsSb /AlGaAsSb

Экспериментально исследованы спектры межзонной фотолюминесценции структур с квантовыми ямами InGaAsSb/AlGaAsSb различной ширины. Проведен расчет зависимости концентрации носителей заряда, участвующих в излучательной рекомбинации, от интенсивности накачки. Результаты расчета удовлетворительно согласуются с экспериментальной зависимостью интенсивности фотолюминесценции в максимуме спектра от интенсивности накачки. В одном из исследуемых образцов обнаружена резонансная оже-рекомбинация с участием двух дырок и электрона, которая приводит к значительному уменьшению концентрации носителей заряда. Для повышения эффективности инжекционных полупроводниковых лазеров на длины волн около 3 мкм даны рекомендации по подавлению безызлучательной оже-рекомбинации.

ОЖЕ-РЕКОМБИНАЦИЯ, КВАНТОВАЯ ЯМА, ПОЛУПРОВОДНИК, ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ.

Введение

В данной работе рассмотрены процессы, связанные с рекомбинацией неравновесных носителей заряда в наноструктурах с квантовыми ямами InGaAsSb/AlGaAsSb. Интерес к изучению данных структур обуславливается возможностью создания на их основе полупроводниковых инжекционных лазеров диапазона длин волн 2 – 4 мкм, работающих в непрерывном режиме генерации и имеющих достаточную мощность. Лазеры среднего инфракрасного (ИК) диапазона могут широко применяться в таких областях, как спектроскопия различных веществ, передача информации по беспроводным линиям связи, в области охранных и пожарных систем, в медицине, военной промышленности и в других. Стоит отметить, что прозрачность атмосферы в этом спектральном диапазоне [1] существенно расширяет область применения таких лазеров. Несмотря на широкий круг применения ИК лазеров, создание источников на

диапазон длин волн вблизи 3 мкм остается важной, до конца не реализованной задачей.

Использование квантовокаскадных лазеров в диапазоне длин волн около 3 мкм представляется проблематичным в силу сложности конструирования полупроводниковой структуры со значительными разрывами зон между двумя полупроводниковыми материалами. К решению проблемы создания лазеров этого диапазона можно подойти с другой стороны – путем расширения в длинноволновую область спектра рабочего диапазона инжекционных лазеров на основе гетероструктур InGaAsSb/AlGaAsSb, работающих на длинах волн менее 2 мкм. Однако из экспериментов известно, что с увеличением длины волны излучения повышается пороговый ток генерации и падает излучаемая мощность инжекционных лазеров [2].

Одной из возможных причин ухудшения характеристик лазеров при высоких



уровнях инжекции в материалах с малой шириной запрещенной зоны может являться безызлучательная оже-рекомбинация, которая при определенных условиях может иметь резонансный характер, что приводит к заметному росту скорости рекомбинации [3]. Изучение механизмов рекомбинации, в частности оже-рекомбинации, о которой пойдет речь далее, играет важную роль при конструировании лазеров с улучшенными характеристиками. Такие исследования также интересны и с фундаментальной точки зрения.

Основным методом исследования в нашей работе был анализ спектров межзонной фотолюминесценции, которые дают существенную информацию о концентрации носителей заряда, участвующих в излучательной рекомбинации.

Объекты и методы исследований

Объектами исследования являлись структуры с квантовыми ямами InGaAsSb/AlGaAsSb различной ширины: 4, 5, 7 и 9 нм. Составы твердых растворов квантовых ям и барьеров подбирались таким образом, чтобы не выйти за пределы областей не-смешиваемости [4] и обеспечить отсутствие механических напряжений в относительно толстых слоях, образующих барьеры. Все структуры были выращены методом молекулярно-пучковой эпитаксии с использованием реактора Veeco GEN-930 на подложках GaSb.

Спектры межзонной фотолюминесценции измерялись с помощью вакуумного инфракрасного фурье-спектрометра Bruker Vertex 80v. Оптическое возбуждение неравновесных носителей заряда в исследуемых образцах производилось излучением импульсным лазером ($h\nu = 1,17$ эВ). Длительность импульса оптического возбуждения составляла $\Delta t = 100$ нс, частота повторения — 800 Гц, а максимальная средняя мощность — 2,4 мВт. Излучение регистрировалось с помощью фотоприемника InSb, охлаждаемого жидким азотом. Межзонная фотолюминесценция в данной работе изучалась при температурах $T = 77$ и 300 К. Образец располагался в заливаемом азотом криостате с контролем температуры на об-

разце в диапазоне от 77 до 320 К.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Одной из целей данной работы было определение вклада безызлучательной резонансной оже-рекомбинации в процессы рекомбинации носителей заряда в квантовых ямах InGaAsSb/AlGaAsSb. Резонансная оже-рекомбинация в квантовых ямах может наблюдаться, например тогда, когда разность энергий между первым уровнем размерного квантования электронов $e1$ и первым уровнем размерного квантования тяжелых дырок $hh1$ приблизительно равна расстоянию между уровнем $hh1$ и уровнем энергии $so1$ — первым уровнем подзоны, отщепленной спин-орбитальным взаимодействием [3]. Таким образом, данный процесс резонансной оже-рекомбинации проходит с участием двух дырок и электрона, а разница энергий примерно равна эффективной ширине запрещенной зоны E_g^* :

$$E(hh1) - E(so1) \cong E(e1) - E(hh1) = E_g^*. \quad (1)$$

На рис. 1, *a, b* приведены примеры такой резонансной оже-рекомбинации с выполнением равенства (1). В случае, когда это равенство не выполняется, возможно наблюдение так называемой нерезонансной оже-рекомбинации с участием двух дырок и одного электрона с различными значениями квазиимпульса $\mathbf{k}$ (рис. 1, *c*). Процессы оже-рекомбинации происходят с выполнением законов сохранения импульса и энергии участвующих частиц:

$$E_1 - E_3 = E_4 - E_2, \quad (2)$$

$$\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_3 = \mathbf{k}_4 - \mathbf{k}_2, \quad (3)$$

где $\mathbf{k}_1, \mathbf{k}_2$ и E_1, E_2 — квазиимпульсы и энергии частиц в начальных состояниях 1 и 2; $\mathbf{k}_3, \mathbf{k}_4$ и E_3, E_4 — квазиимпульсы и энергии в конечных состояниях 3 и 4 (см. рис. 1, *c*).

Как показано в статье [3], вероятность резонансной оже-рекомбинации, при которой квазиимпульсы частиц не изменяются, значительно превышает вероятность нерезонансных процессов.

Для исследования процессов рекомбинации были выбраны четыре образца с раз-

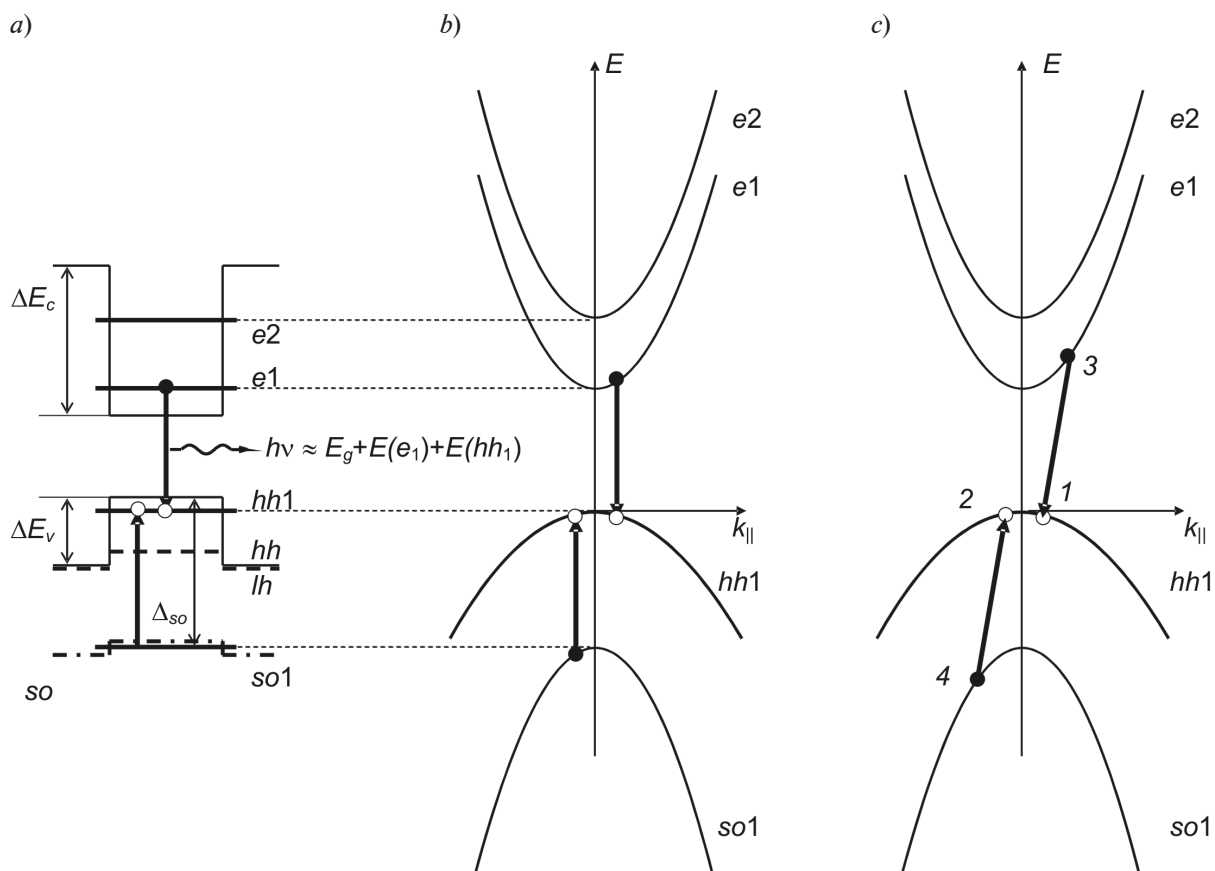


Рис. 1. Энергетическая зонная диаграмма (a) и энергетическая диаграмма переходов в квантовых ямах, где может происходить резонансная (b) и нерезонансная (c) оже-рекомбинация с участием двух дырок (пустые кружки) и одного электрона (затушеванные кружки)

личной шириной квантовых ям InGaAsSb/AlGaAsSb: 4, 5, 7 и 9 нм. В рамках модели Кейна [5], учитывающей непараболичность закона дисперсии, были рассчитаны положения энергетических уровней во всех структурах. Данное приближение необходимо использовать, поскольку энергия электронов в подзонах размерного квантования исследуемых структур составляет величину порядка ширины запрещенной зоны и более нее. Параметры свойств твердых растворов для расчета были взяты из работы [6]. Напряжение сжатия в квантовой яме уменьшает плотность состояний в подзонах тяжелых дырок [7]. Поэтому при расчетах использовалась меньшая, по сравнению с объемным материалом, эффективная масса тяжелых дырок. Для экспериментального определения положений основных уровней

размерного квантования $e1$ и $hh1$ в исследуемых наноструктурах с различной шириной квантовых ям были зарегистрированы спектры фотолюминесценции при температурах $T = 77$ и 300 К. Положения пиков фотолюминесценции хорошо согласуются с расчетными значениями эффективной ширины запрещенной зоны. Зависимости интенсивности пиков фотолюминесценции для всех четырех исследуемых структур, измеренные при температуре кристаллической решетки $T = 77$ К, при максимальной интенсивности оптической накачки, представлены на рис. 2. Очевидно, что пиковая интенсивность в спектре фотолюминесценции определяется оптическими переходами электронов между энергетическими состояниями вблизи дна электронной подзоны $e1$ и потолка подзоны тяжелых дырок $hh1$.

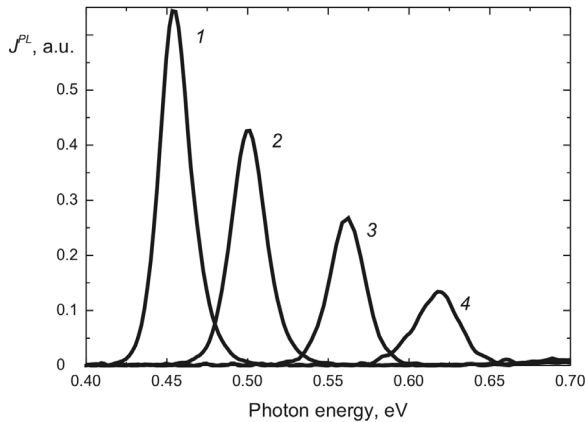


Рис. 2. Спектры фотолюминесценции структур с квантовыми ямами InGaAsSb/AlGaAsSb разной ширины, нм: 9 (кривая 1), 7 (2), 5 (3), 4 (4); интенсивность оптической накачки максимальна; температура решетки $T = 77$ К

Зависимость положения этого пика в спектре от ширины квантовых ям представлена на рис. 3 экспериментальными точками. Отметим, что поглощение возбуждающего излучения разными структурами неодинаковое, что также может приводить к различиям интенсивности фотолюминесценции для разных структур.

На рис. 3 также представлены теоретические зависимости энергии разрешенных переходов от ширины квантовых ям InGaAsSb/AlGaAsSb при температуре жидкого азота. Штрихпунктирная линия 1 соответствует рассчитанной энергии переходов между основным состоянием тяжелых дырок и первым уровнем подзоны, отщепленной спин-орбитальным взаимодействием: $E(hh1) \rightarrow E(sol)$. Сплошной линией 2 представлена рассчитанная зависимость энергии перехода между основными состояниями электронов и тяжелых дырок $E(e1) \rightarrow E(hh1)$. Штриховая линия 3 соответствует энергии переходов между первыми двумя электронными уровнями в квантовых ямах: $E(e2) \rightarrow E(e1)$. Видно, что положение пиков фотолюминесценции хорошо согласуется с теоретически рассчитанными положениями энергий переходов $E(e1) \rightarrow E(hh1)$, что говорит о достаточной точности расчетов зонной структуры.

Из рис. 3 видно, что только в квантовых ямах шириной 5 нм при $T = 77$ К выполняется равенство (1), что позволяет наблюдать резонансную оже-рекомбинацию с участием двух дырок и одного электрона. Для других структур равенство (1) не выполняется. Таким образом, как указывалось ранее, в них может иметь место только нерезонансная оже-рекомбинация. Отметим, что резонансная оже-рекомбинация с участием двух электронов и дырки в наших структурах не может наблюдаться, так как нет пересечения между кривыми 2 и 3.

Информацию о концентрации неравновесных носителей заряда, участвующих в излучательной рекомбинации, можно получить из анализа спектров фотолюминесценции при разных уровнях оптической накачки. На рис. 4 представлены измеренные зависимости интенсивности фотолюминесценции (экспериментальные точки) в спектральном максимуме (т. е. в спектральной области, приблизительно соответствующей эффективной ширине запрещенной зоны) от уровня оптической накачки для всех образцов при температуре 77 К. Видно, что в структуре с шириной ямы 5 нм, где ожи-

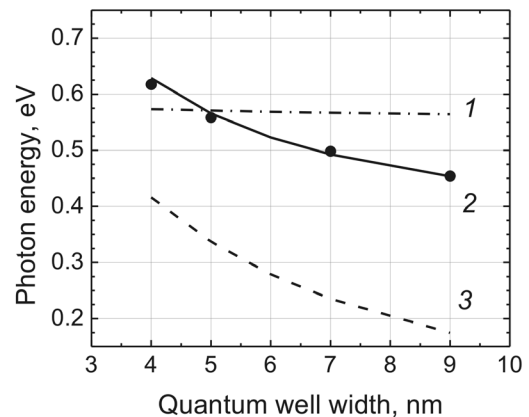


Рис. 3. Экспериментальная (точки) и расчетные (линии) зависимости энергии разрешенных переходов от ширины квантовых ям InGaAsSb/AlGaAsSb ($T = 77$ К). Экспериментально определены положения пиков фотолюминесценции для переходов $E(e1) \rightarrow E(hh1)$. Рассчитаны значения энергетических зазоров $E(hh1) \rightarrow E(sol)$ (1), $E(e1) \rightarrow E(hh1)$ (2), $E(e2) \rightarrow E(e1)$ (3)

дается возникновение резонансной оже-рекомбинации (1), зависимость является линейной, в отличие от других структур. Это, скорее всего, связано с тем, что безызлучательная оже-рекомбинация уменьшает концентрацию носителей заряда в квантовых ямах, которые участвуют в излучательной рекомбинации и дают вклад в межзонную фотолюминесценцию. Данное объяснение можно подтвердить расчетом зависимости интенсивности фотолюминесценции на выделенной длине волны от концентрации носителей заряда.

Основываясь на методике, описанной в работе [8], мы рассчитали зависимости концентрации носителей заряда от интенсивности фотолюминесценции на выделенной длине волны. Заметим, что в наших экспериментах возбуждение неравновесных носителей заряда осуществлялось непосредственно в квантовых ямах, т. е. энергия кванта излучения накачки (1,17 эВ) была меньше ширины запрещенной зоны барьера (1,72 эВ). При таком типе возбуждения электроны и дырки рождаются в квантовой яме на тех уровнях

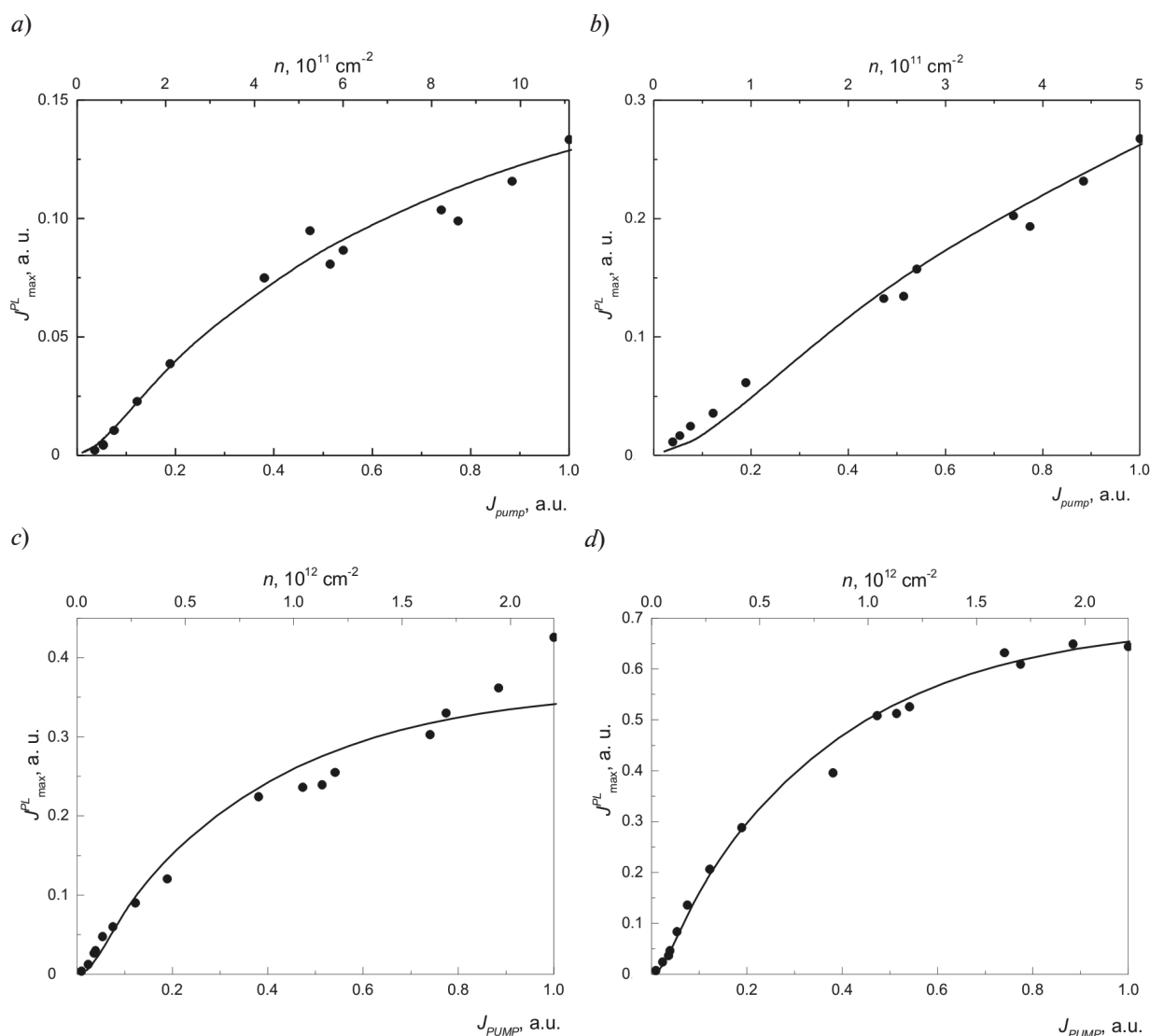


Рис. 4. Экспериментальные (точки) и расчетные (линии) зависимости интенсивности в максимуме фотолюминесценции от интенсивности оптической накачки (точки) и от концентрации носителей заряда (линии) для структур с разной шириной квантовых ям, нм: 4 (a), 5 (b), 7 (c), 9 (d)

размерного квантования, расстояние между которыми меньше величины энергии кванта излучения накачки.

Для расчета была рассмотрена система из трех уровней тяжелых дырок и двух электронных уровней (см. рис. 5, на котором показана схема оптических переходов, которые могут давать вклад в межзонную фотолюминесценцию). Следует отметить, что переходы $e2 \rightarrow hh3$ имеют наименьшую вероятность и нами не учитывались. Кроме того, в квантовой яме конечной глубины при $\mathbf{k} = 0$, согласно правилам отбора, разрешены только переходы между уровнями одинаковой четности ($e1 \rightarrow hh1$ и $e2 \rightarrow hh2$). Однако с ростом значения k данный запрет снимается, следовательно, при больших уровнях накачки вклад от запрещенных переходов может быть существенным.

Введем обозначения величин энергии

переходов следующим образом:

$$\Delta^{e1-hh1} = E_g + E(e1) + E(hh1) = E_g^*,$$

$$\Delta^{e1-hh2} = E_g + E(e1) + E(hh2) = E_g^* + \Delta_{12}^h,$$

$$\Delta^{e1-hh3} = E_g + E(e1) + E(hh3) = E_g^* + \Delta_{13}^h, \quad (4)$$

$$\Delta^{e2-hh1} = E_g + E(e2) + E(hh1) = E_g^* + \Delta_{12}^e,$$

$$\Delta^{e2-hh2} = E_g + E(e2) + E(hh2) = E_g^* + \Delta_{12}^e + \Delta_{12}^h,$$

где $\Delta_{12}^e = E(e1) - E(e2)$, $\Delta_{12}^h = E(hh1) - E(hh2)$, $\Delta_{13}^h = E(hh1) - E(hh3)$.

Известно, что концентрация носителей заряда следует выражению

$$N_{e,h}(T, E) = \int_0^\infty g_{e,h}(E) f_{e,h}(E) dE,$$

где плотность состояний $g_{e,h}$ для квантовых ям представляет собой ступенчатую функцию с шагом ступеньки

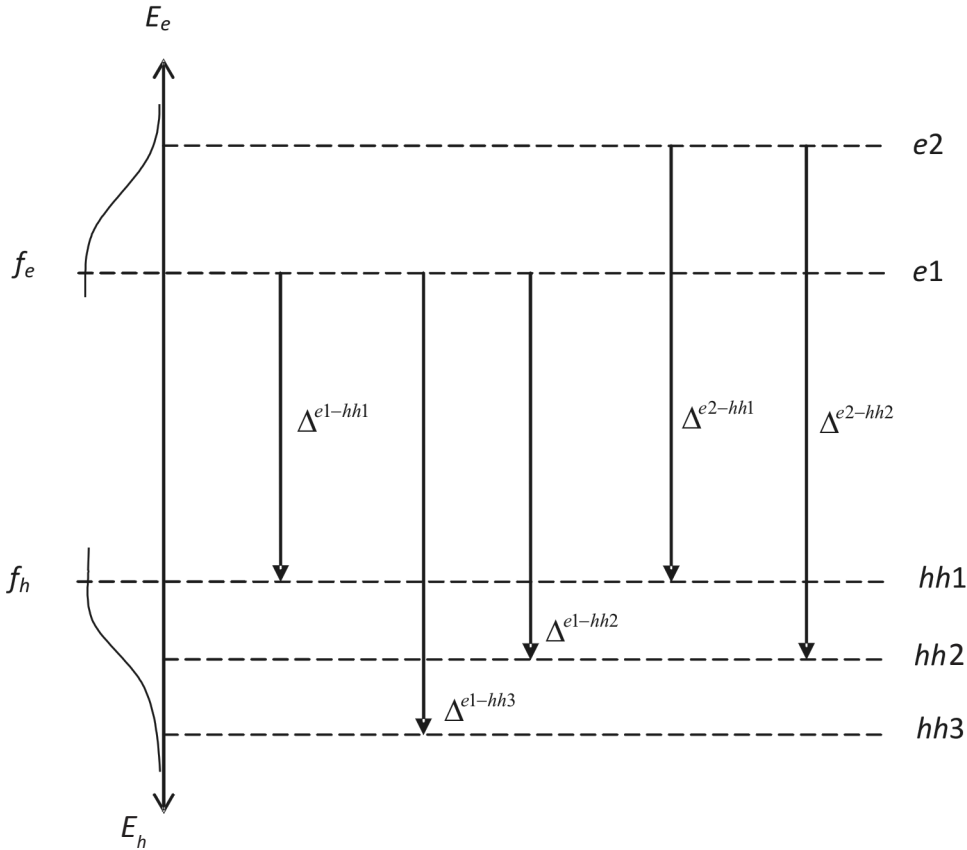


Рис. 5. Схематическая энергетическая диаграмма межзонных излучательных оптических переходов в квантовой яме с тремя дырочными и двумя электронными уровнями.

Стрелками показаны наиболее вероятные оптические переходы.

Кривые слева — функции распределения электронов и дырок

$$g_{e,h}(E) = \frac{m_{e,h}^*}{\pi \hbar^2}$$

($m_{e,h}^*$ — эффективная масса электронов и дырок), $f_{e,h}$ — функции распределения носителей заряда по энергиям,

$$f_{e,h}(E) = \frac{1}{\exp\left(\frac{E - F_{e,h}}{k_B T}\right) + 1}$$

(k_B — постоянная Больцмана, $F_{e,h}$ — положение уровней Ферми для электронов и дырок, соответственно).

Для квантовых ям интеграл для определения концентрации носителей заряда имеет аналитическое выражение, которое позволяет найти уравнения, определяющие положения уровней Ферми для электронов и для дырок:

$$(1 + e^{\frac{F_e}{k_B T}})(1 + e^{\frac{F_e - \Delta_{12}^e}{k_B T}}) = e^{\frac{N_e}{N_C}}, \quad (5)$$

$$(1 + e^{\frac{F_h}{k_B T}})(1 + e^{\frac{F_h - \Delta_{12}^h}{k_B T}})(1 + e^{\frac{F_h - \Delta_{13}^h}{k_B T}}) = e^{\frac{N_h}{N_V}}, \quad (6)$$

где N_C , N_V — эффективные плотности состояний электронов и дырок в двумерной подзоне, соответственно;

$$N_C = \frac{m_e^* k_B T}{\pi \hbar^2}, \quad N_V = \frac{m_h^* k_B T}{\pi \hbar^2}.$$

Будем считать, что при оптическом возбуждении выполняется равенство $N_e = N_h$, и найдем зависимость положения квазиуровней Ферми электронов и дырок от температуры и концентрации носителей заряда. Число квантов, испущенных в единицу объема в единицу времени в интервале частот от ν до $\nu + d\nu$ для переходов носителей заряда с электронного уровня i на уровень дырок j , можно записать следующим образом [8]:

$$dq_{sp}^{i \rightarrow j} = \frac{2}{\pi} \frac{n}{\hbar} \frac{e^2}{m_0^2} \frac{m_{eh}}{L_{QW}} (h\nu) \times \frac{P^2}{c^3} I_{i \rightarrow j}(\mathbf{k}^2) f_e f_h d(h\nu), \quad (7)$$

где L_{QW} — ширина квантовой ямы, n — показатель преломления, m_{eh} — приведенная масса, $I_{i \rightarrow j}$ — интегралы перекрытия (рас-

считаны в работе [9]), P — кейновский матричный элемент оператора импульса.

Указанный матричный элемент выражается через объемную ширину запрещенной зоны E_g и массу электрона m_0 следующим образом:

$$P^2 = \frac{m_0}{2} \left(\frac{m_0}{m_e^*} - 1 \right) \frac{E_g (E_g + \Delta_{so})}{\left(E_g + \frac{2}{3} \Delta_{so} \right)}. \quad (8)$$

Таким образом, полное число испущенных квантов света при всех возможных переходах (см. рис. 5) записывается в следующем виде:

$$Q_{sp} = \sum_{i,j} \int dq_{sp}^{i \rightarrow j}. \quad (9)$$

Подставив в формулу (9) выражение (7), с учетом зависимости функции распределения от уровня Ферми (он, в свою очередь, зависит от температуры и концентрации носителей заряда), мы определили теоретическую зависимость интенсивности люминесценции в максимуме от концентрации носителей заряда для каждой структуры при температуре 77 К (см. рис. 4). Масштабируя ось абсцисс, мы определили значения концентрации носителей заряда, соответствующие хорошему совпадению экспериментальных точек с теоретической кривой. Из рис. 4 видно, что в структуре с шириной квантовых ям 4 нм концентрация носителей заряда, участвующих в излучательной рекомбинации, ниже, поскольку, согласно расчетам зонной диаграммы, при оптической накачке носители заряда возбуждаются только на основных уровнях размерного квантования. Концентрации носителей заряда в структурах с квантовыми ямами шириной 7 и 9 нм существенно не различаются ввиду незначительного различия в зонных диаграммах.

Зависимости интенсивности фотолюминесценции от уровня накачки во всех этих трех образцах можно разбить на три участка. На начальном участке, при низком уровне оптической накачки, количество инжектированных носителей заряда невелико, следовательно, распределение электронов и дырок по энергиям описы-



вается невырожденной статистикой. Таким образом, интенсивность фотолюминесценции в максимуме спектра прямо пропорциональна произведению концентраций инжектированных электронов и дырок, т. е. зависимость квадратичная. Далее, при средних уровнях накачки (второй участок), происходит вырождение электронного газа. При этом дырки, в силу большей плотности состояний, остаются невырожденными. Таким образом, концентрация электронов в области энергий, из которой идут излучательные переходы, остается постоянной, и интенсивность фотолюминесценции при средних накачках зависит только от изменения концентрации инжектированных дырок, т. е. линейно зависит от уровня оптической накачки. При высоких уровнях накачки (третий участок) и электронный, и дырочный газы вырождены. В этом случае в излучательной рекомбинации участвуют носители заряда из областей зоны проводимости и валентной зоны, где концентрации электронов и дырок остаются постоянными. Интенсивность фотолюминесценции на выделенной длине волны в этом случае не зависит от уровня накачки и стремится к насыщению.

Из рис. 4 видно, что для структуры с шириной квантовых ям 5 нм зависимость интенсивности оптической накачки в максимуме фотолюминесценции от накачки ведет себя примерно линейно. Это соответствует средним значениям концентрации носителей заряда, участвующих в фотолюминесценции. Видно, что из всех образцов наименьшая концентрация носителей заряда существует именно в структуре с шириной квантовых ям 5 нм. Как было показано выше, в данной структуре инжектированные носители заряда участвуют в безызлучательной резонансной оже-рекомбинации, что уменьшает их вклад в излучательную рекомбинацию.

Таким образом, безызлучательная резо-

нансная оже-рекомбинация может почти на порядок уменьшить концентрацию носителей заряда, участвующих в излучательной рекомбинации. Это явление понижает квантовый выход и эффективность лазеров. Чтобы избавиться от безызлучательной оже-рекомбинации, при конструировании полупроводниковых инжекционных лазеров на длину волны излучения около 3 мкм необходимо проводить тщательный расчет зонной диаграммы и проверку, имеется ли невыполнение условия равенства эффективной ширины запрещенной зоны и энергетического интервала между основным состоянием тяжелых дырок и первым уровнем зоны, отщепленной спин-орбитальным взаимодействием.

Заключение

В данной работе исследованы зависимости интенсивности фотолюминесценции в максимуме спектра от интенсивности оптической накачки для наноструктур с различной шириной квантовых ям InGaAsSb/AlGaAsSb. В структуре с квантовыми ямами шириной 5 нм, где ожидалось наблюдение резонансной оже-рекомбинации, данная зависимость имела линейный характер. С целью анализа полученных экспериментальных результатов были рассчитаны зависимости концентрации неравновесных носителей заряда от уровня оптической накачки.

Проведенное исследование позволило сделать вывод, что концентрация носителей заряда, участвующих в излучательной рекомбинации, снижается в структуре, для которой выполнены условия безызлучательной резонансной оже-рекомбинации.

Работа выполнена при финансовой поддержке Правительства Санкт-Петербурга, Минобрнауки России (государственное задание), гранта РФФИ № 16-02-00863, гранта Президента Российской Федерации для молодых кандидатов наук МК-4616.2016.2.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Прохоров А.М. (гл. ред.). Физическая энциклопедия. Т. 2. М.: Советская энциклопедия, 1990. С. 183.
[2] Shterengas L., Belenky G., Kipshidze G.,

Hosoda T. Room temperature operated 3.1 μ m type-I GaSb-based diode lasers with 80 mW continuous-wave output power // Applied Physics Letters. 2008. Vol. 92. No. 17. P. 171111.

[3] Данилов Л.В., Зегря Г.Г. Теоретическое исследование процессов Оже-рекомбинации в глубоких квантовых ямах // Физика и техника полупроводников. 2008. Т. 42. Вып. 5. С. 566–572.

[4] Фирсов Д.А., Штеренгас Л., Кипшидзе Г. и др. Динамика фотолуминесценции и рекомбинационные процессы в Sb-содержащих лазерных наноструктурах // Физика и техника полупроводников. 2010. Т. 44. Вып. 1. С. 53–61.

[5] Kane E.O. Band structure of indium antimonide // Journal of Physics and Chemistry of Solids. 1957. Vol. 1. No. 4. Pp. 249–261.

[6] Vurgaftman I., Meyer J., Ram-Mohan L. Band parameters for III – V compound semiconductors and their alloys // Journal of Applied Physics. 2001. Vol. 89. No. 11. Pp. 5815–5875.

[7] Chen J., Donetsky D., Shterengas L., et al. Effect of quantum well compressive strain above 1% on differential gain and threshold current density in type-I GaSb-based diode lasers // IEEE J. Quant. Electron. 2008. Vol. 44. No. 12. Pp. 1204 –1210.

[8] Воробьев Л.Е., Зерова В.Л., Борщёв К.С. и др. Концентрация и температура носителей заряда в квантовых ямах лазерных гетероструктур в режимах спонтанного и стимулированного излучения // Физика и техника полупроводников. 2008. Т. 42. Вып. 6. С. 753–761.

[9] Соколова З.Н., Халфин В.Б. Расчеты вероятностей излучения переходов и времен жизни в квантоворазмерных структурах // Физика и техника полупроводников. 1989. Т. 23. Вып. 10. С. 1806–1812.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ВИННИЧЕНКО Максим Яковлевич — кандидат физико-математических наук, старший преподаватель кафедры физики полупроводников и наноэлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
mvin@spbstu.ru

МАХОВ Иван Сергеевич — аспирант кафедры физики полупроводников и наноэлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
Makhoviv@gmail.com

СЕЛИВАНОВ Анатолий Викторович — аспирант кафедры физики полупроводников и наноэлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
a_selivanov@mail.ru

СОРОКИНА Анастасия Максимовна — студентка Института физики, нанотехнологий и телекоммуникаций Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Россия, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
anastasia.sorokina.10@gmail.com

ВОРОБЬЕВ Леонид Евгеньевич — доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики полупроводников и наноэлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
LVor@rphf.spbstu.ru

ФИРСОВ Дмитрий Анатольевич — доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой физики полупроводников и наноэлектроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
dmfir@rphf.spbstu.ru

ШТЕРЕНГАС Леонид Максович — доктор физико-математических наук, профессор Университета штата Нью-Йорк в Стоуни Брук, Соединенные Штаты Америки.

США, Нью-Йорк 11794-2350
leon.shterengas@stonybrook.edu



БЕЛЕНЬКИЙ Григорий Львович — доктор физико-математических наук, почетный профессор Университета штата Нью-Йорк в Стоуни Брук, Соединенные Штаты Америки.

США, Нью-Йорк 11794-2350

gregory.belenky@stonybrook.edu

Vinnichenko M.Ya., Makhov I.S., Selivanov A.V., Sorokina A.M., Vorobjev L.E., Firsov D.A., Shterengas L.M., Belenky G.L. AUGER-RECOMBINATION EFFECT ON THE NONEQUILIBRIUM CHARGE CARRIERS CONCENTRATION IN InGaAsSb / AlGaAsSb QUANTUM WELLS.

The interband photoluminescence spectra of InGaAsSb/AlGaAsSb quantum wells with different well widths have been experimentally studied. The dependence of the concentration of the charge carriers participating in the radiative recombination on the pumping intensity level was calculated. Results of theoretical calculations appeared to be in good agreement with the experimental relationship between the photoluminescence intensity at spectral maxima and the pumping intensity. The resonant Auger recombination involved two holes and one electron and caused a significant decrease in the charge carrier concentration was detected in one of the samples. Recommendations were made to increase the operating efficiency of semiconductor injection lasers at wavelengths of about 3 μm for suppressing the parasitic nonradiative Auger recombination.

AUGER RECOMBINATION, QUANTUM WELL, SEMICONDUCTOR, PHOTOLUMINESCENCE.

REFERENCES

- [1] **A.M. Prokhorov** (Editor-in-chief), *Fizicheskaya entsiklopediya* [Encyclopaedia on Physics], Vol. 2, Moscow, Sovetskaya entsiklopediya (1990) 183.
- [2] **L. Shterengas, G. Belenky, G. Kipshidze, T. Hosoda**, Room temperature operated 3.1 μm type-I GaSb-based diode lasers with 80mW continuous-wave output power, *Applied Physics Letters*. 92(17) (2008) 171111.
- [3] **L.V. Danilov, G.G. Zegrya**, Theoretical study of Auger recombination processes in deep quantum wells, *Semiconductors*. 42(5) (2008) 550–556.
- [4] **D.A. Firsov, L. Shterengas, G. Kipshidze, et al.**, Dynamics of photoluminescence and recombination processes in Sb-containing laser nanostructures, *Semiconductors*. 44(1) (2010) 50–58.
- [5] **E.O. Kane**, Band structure of indium antimonide, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1(4) (1957) 249–261.
- [6] **I. Vurgaftman, J. Meyer, L. Ram-Mohan**, Band parameters for III–V compound semiconductors and their alloys, *Journal of Applied Physics*. 89(11) (2001) 5815–5875.
- [7] **J. Chen, D. Donetsky, L. Shterengas, et al.**, Effect of quantum well compressive strain above 1 % on differential gain and threshold current density in type-I GaSb-based diode lasers, *IEEE J. Quant. Electron.* 44(12) (2008) 1204–1210.
- [8] **L.E. Vorob'ev, V.L. Zerova, K.S. Borshchev, et al.**, Charge-carrier concentration and temperature in quantum wells of laser heterostructures under spontaneous-and stimulated-emission conditions, *Semiconductors*. 42(6) (2008) 737–745.
- [9] **Z.N. Sokolova, V.B. Khalfin**, Calculation of the probabilities of radiative transitions and lifetimes in size-quantized structures, *Semiconductors*. 23(10) (1989) 1117–1121.

THE AUTHORS

VINNICHENKO Maksim Ya.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

mvin@spbstu.ru

MAKHOV Ivan S.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

Makhoviv@gmail.com

SELIVANOV Anatoliy V.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

a_selivanov@mail.ru

SOROKINA Anastasiya M.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

anastasia.sorokina.10@gmail.com

VOROBJEV Leonid E.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

LVor@rphf.spbstu.ru

FIRSOV Dmitriy A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

dmfir@rphf.spbstu.ru

SHTERENGAS Leonid M.

State University of New York at Stony Brook

New York 11794-2350, USA

leon.shterengas@stonybrook.edu

BELENKY Grigoriy L.

State University of New York at Stony Brook

New York 11794-2350, USA

gregory.belenky@stonybrook.edu

DOI: 10.5862/JPM.253.7

УДК: 681.7.08

*С.В. Яковенко, С.С. Будрин,
С.Г. Долгих, В.А. Чупин, В.А. Швец*

Тихоокеанский океанологический институт им. В.И. Ильичева ДО РАН,
Дальневосточный федеральный университет, г. Владивосток

ГИДРОФИЗИЧЕСКИЙ ЛАЗЕРНО-ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫЙ КОМПЛЕКС

Создан новый гидрофизический измерительный комплекс, основой которого являлся разработанный ранее и прошедший экспериментальную апробацию лазерный измеритель вариаций давления гидросферы. Все характеристики нового комплекса значительно улучшены благодаря полученному ранее эксплуатационному опыту. Обеспечены принципиально новые возможности созданного оборудования, так как прибор получил новые датчики для сопутствующих измерений и контейнер, позволяющий работать автономно. Новый измерительный комплекс более прост в эксплуатации, обеспечивает более высокое качество получаемых данных и новые сферы его применения.

ЛАЗЕРНЫЙ ИЗМЕРИТЕЛЬ, ВАРИАЦИЯ ДАВЛЕНИЯ, ГИДРОСФЕРА, ИНТЕРФЕРОМЕТР, МОНИТОРИНГ ГИДРОДИНАМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ.

При исследовании различных геосферных процессов и явлений большое значение имеют технические характеристики оборудования, применяемого для решения возникающих проблем, например природы возникновения и развития вариаций деформации земной коры. С целью изучения такой природы созданы лазерные деформографы различных модификаций [1 – 3]. Применение лазерно-интерференционных методов при разработке других измерительных средств позволило создать лазерные нанобарографы [4] и лазерные измерители вариаций давления гидросферы [5], которые способны измерять вариации атмосферного и гидросферного давлений в инфразвуковом и звуковом диапазонах с высокой точностью. Одновременное использование лазерного нанобарографа и лазерного измерителя вариаций давления гидросферы позволило получить ряд принципиально новых результатов. Так, было установлено, что цуги волн давления в водной сре-

де с периодами, лежащими в диапазоне временных периодов 7 – 13 мин, вызваны подобными же цугами волн в атмосферном давлении, а не короткопериодными внутренними морскими волнами [6]. Несмотря на успешное применение лазерного измерителя вариаций давления гидросферы (ЛИВДГ) в научных исследованиях, необходимо его дальнейшее усовершенствование, так как он обладает рядом существенных недостатков:

большие габариты и вес, что приводит к неустойчивости интерференционной картины (помимо неудобства в эксплуатации);

невозможность разделить вклады, обусловленные вариациями забортной температуры, в показания прибора;

отсутствие возможности автономной работы;

отсутствие возможности подключения дополнительных датчиков.

В связи с указанными недостатками, ЛИВДГ был подвергнут значительным кон-

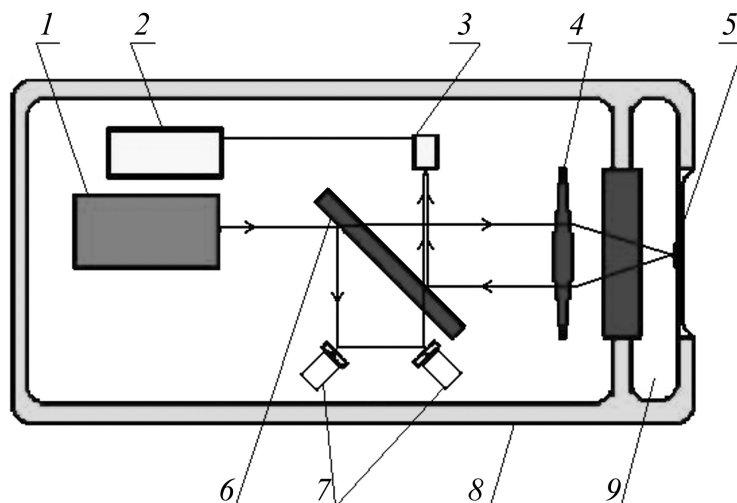


Рис. 1. Оптико-механическая схема интерферометра:

1 – источник излучения (гелий-неоновый лазер), 2 – система регистрации, 3 – фотоприемник, 4 – собирающая линза, 5 – мембрана с закрепленным на ней зеркалом, 6 – делительная плоскопараллельная пластина, 7 – пьезокерамики компенсации и пробного сигнала, 8 – герметичный корпус, 9 – камера компенсации гидростатического давления

структивным изменениям, которые позволили существенно улучшить его эксплуатационные характеристики.

Источником излучения 1 в ЛИВДГ служит гелий-неоновый частотно-стабилизированный лазер MellesGriot (рис. 1). Основная часть данного лазерного измерителя по-прежнему представляет собой интерферометр Майкельсона, построенный по модифицированной схеме неравноплечего типа, одно плечо которого является эталонным.

Луч, который распространяется по другому плечу, проходит через зеркало, установленное на мембрану в крышке прибора, контактирующую внешней стороной с водой. Этот луч является, таким образом, измерительным. Сведение обоих лучей, вернувшихся на делительную пластину, позволяет получить интерференционную картину, изменение яркости которой связано с изменением разности хода лучей. Изменение яркости регистрируется фотоприемником 3 системы регистрации 2, которая формирует сигнал на компенсацию разности хода лучей. Этот же сигнал является выходным.

В приборе применяется система ком-

пенсации гидростатического давления. Она необходима для выравнивания давления по обе стороны от мембраны для приведения ее перед измерениями в нейтральное положение. При погружении комплекса под воду, по команде открывается электромагнитный клапан, который пропускает воздух из специальной емкости в камеру. По окончании погружения до необходимой глубины клапан закрывается, что позволяет начать измерения. При подъеме прибора из водной глубины давление сравнивают.

Оптическая скамья – металлическая пластина, несущая на себе все оптические компоненты прибора, была укорочена при создании нового комплекса с прежней длины в 1144 мм до 400 мм. Это стало возможным после проведения оптимизации размеров деталей и их более рационального расположения в программе трехмерного моделирования (рис. 2).

Обновленная оптическая скамья выполнена из нержавеющей стали, что вкупе с ребрами усиления, расположенными с обеих сторон, и стальной растяжкой с верхней стороны увеличило жесткость этого элемента. Источник излучения перенесен с прежнего места под оптическую скамью,

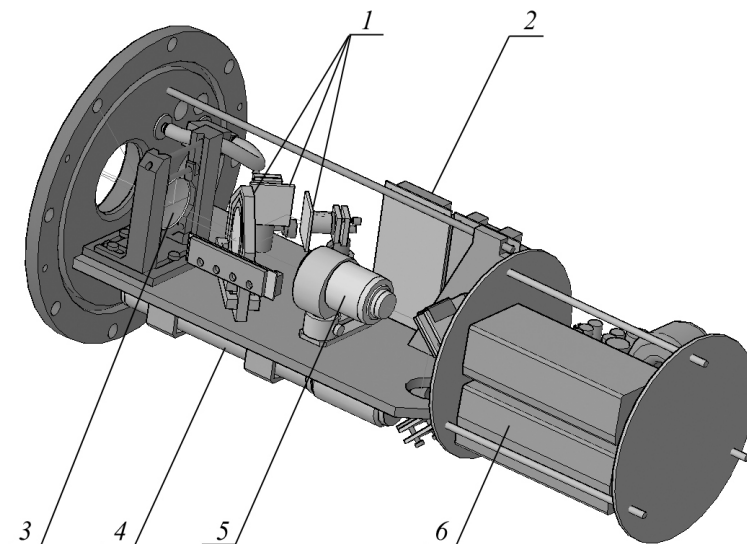


Рис. 2. Трехмерная модель расположения компонентов измерительного комплекса: 1 – зеркала и делительная пластина, 2 – печатные платы системы регистрации, 3 – линза, фокусирующая луч на мембране, 4 – лазер, 5 – коллиматор, 6 – отсек блоков питания

откуда луч стал выводиться с помощью системы зеркал на оригинальном пружинном подвесе, который компенсирует сотрясения системы. Уменьшение длины оптической скамьи позволило сократить длину герметичного корпуса на 543 мм; это значительно снизило вес прибора, а новые габариты упростили выполнение работ по установке измерителя в рабочее положение и по его подъему из глубины.

Датчики температуры на основе цифрового термометра DS18B20 были установлены по одному внутри (на оптической скамье интерферометра) и снаружи (тонкостенный щуп-стержень в районе мембраны) прибора. Необходимость измерения температуры внутри прибора связана с тем, что ее изменение вносит существенную погрешность в работу неравноплечего интерферометра. Разрешающая способность по температуре в 12-битном режиме работы применяемого датчика составила 0,0625 °C.

На крышку прибора установлен герморазъем для установки флуориметра ECO FL, предназначенного для определения биологических характеристик воды. В частности, определение количества хлорофилла a данный датчик способен проводить в диапазоне 0 – 125 мкг/л с разрешением 0,02 мкг/л.

Система регистрации интерференционного измерителя вариаций давления была значительно усовершенствована. Функционально новая система подобна ранее созданной и подробно описана в статье [7].

Максимальная точность измерения перемещений мембраны составила 0,06 нм. Давление P , которое регистрирует измеритель вариаций давления гидросферы, оборудованный описанной регистрирующей системой, можно рассчитать по следующей формуле, описывающей поведение плоской мембраны, зажатой на краях:

$$P = \frac{\Delta l \cdot 16 \cdot h^3 \cdot E}{3 \cdot (1 - \sigma^2) \cdot R^4}, \quad (1)$$

где Δl – смещение мембраны; R , h – радиус мембраны и ее толщина; E – модуль Юнга; σ – коэффициент Пуассона.

В измерителе может быть использована мембрана, изготовленная из нержавеющей стали, причем измеритель комплектуется набором мембран разной толщины, мм: 0,1, 0,5, 1,0 и 2,0. Испытания проводились с мембраной толщиной в 1 мм.

Таким образом, при значениях параметров $R = 5$ см, $h = 1$ мм, $E = 2,1 \cdot 10^{11}$ Н/м², $\sigma = 0,25$ и $\Delta l = 0,06$ нм значение разрешения по давлению составляет $P = 11,5$ мПа.

Система способна регистрировать вариации давления в диапазоне частот от нуля (условно) до 1 кГц.

Работа прибора с использованием кабельной линии усложняет эксплуатацию, а проведение измерений на дистанциях более 500 м от береговой черты и вовсе становится невозможным по многим причинам. В силу указанных обстоятельств появилась необходимость в автономизации данного измерительного средства. Сохранить все преимущества и имеющиеся возможности работы как с использованием кабельной линии, так и без нее, удалось путем разработки и создания универсального контейнера автономизации гидрофизических приборов (КАГП).

Универсальный контейнер подключается к основному герморазъему прибора и тем самым заменяет собой береговую кабель, имитируя таким образом работу прибора на кабеле. КАГП содержит в себе батареи элементов питания, блоки согласования и стабилизации параметров электрических цепей, а также микрокомпьютер с твердотельным накопителем для записи информации, поступающей из прибора. Испытания работы КАГП в течение 7 ч показали работоспособность данного устройства. Теоретически рассчитанное время автономной работы прибора составляет около 40 ч.

Зимой 2015 года проходили испытания обновленной системы в бухте Витязь залива Посыет Приморского края. Глубина бухты в месте установки измерительного комплекса составляла 9,5 м; высота измерительной мембраны и датчиков над дном — 0,5 м.

При проведении испытаний, с помощью интерферометра прибора были получены записи ветрового волнения. Высота волны по данным зафиксированного давления была получена по следующей формуле [8]:

$$P = g\rho a \frac{\operatorname{ch}[k(h+z)]}{\operatorname{ch}(kz)}, \quad (2)$$

где P — давление; g — ускорение свободного падения; a — амплитуда волны; k — волновое число; h, ρ — глубина и плотность воды; z — глубина установки датчика.

В качестве примера на рис. 3 приведена запись, где зафиксирован сигнал ветрового волнения. Период колебаний сигнала составлял 6,89 с; средняя величина вариаций давления, определенная интерферометром для этого волнения, составила 1697,97 Па, что соответствует амплитуде поверхностной волны 0,27 м (согласно формуле (2)).

Установленные в приборе цифровые датчики температуры дают возможность производить корректировку показаний интерферометра, вариации показаний кото-

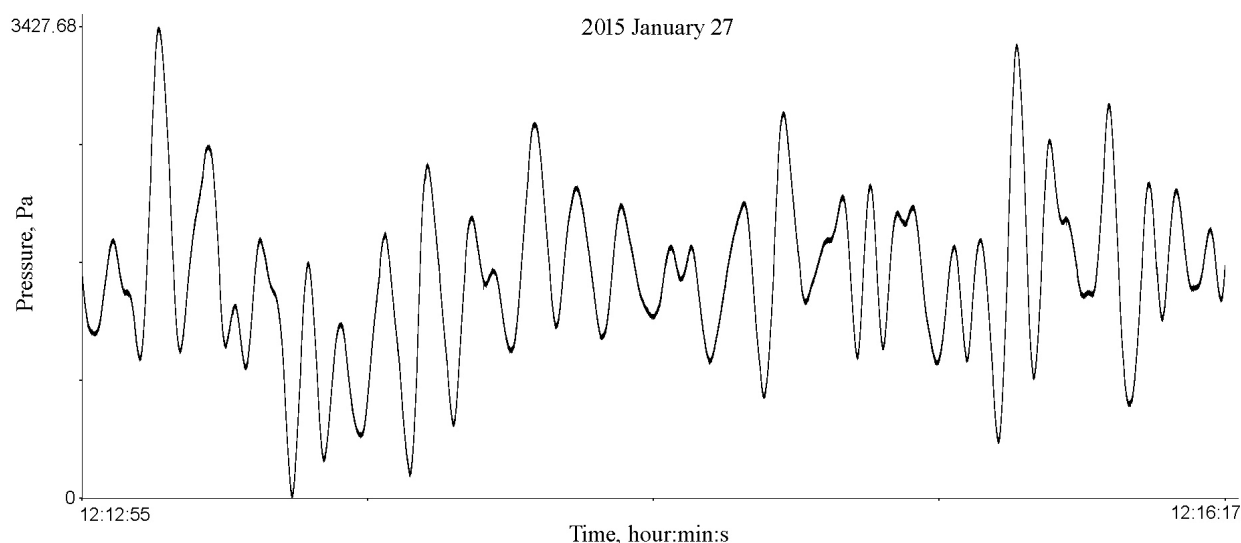


Рис. 3. Пример графика вариаций давления ветра, вызванных ветровым волнением. График получен при измерении комплексом ЛИВДГ. Найденные параметры сигнала приведены в тексте

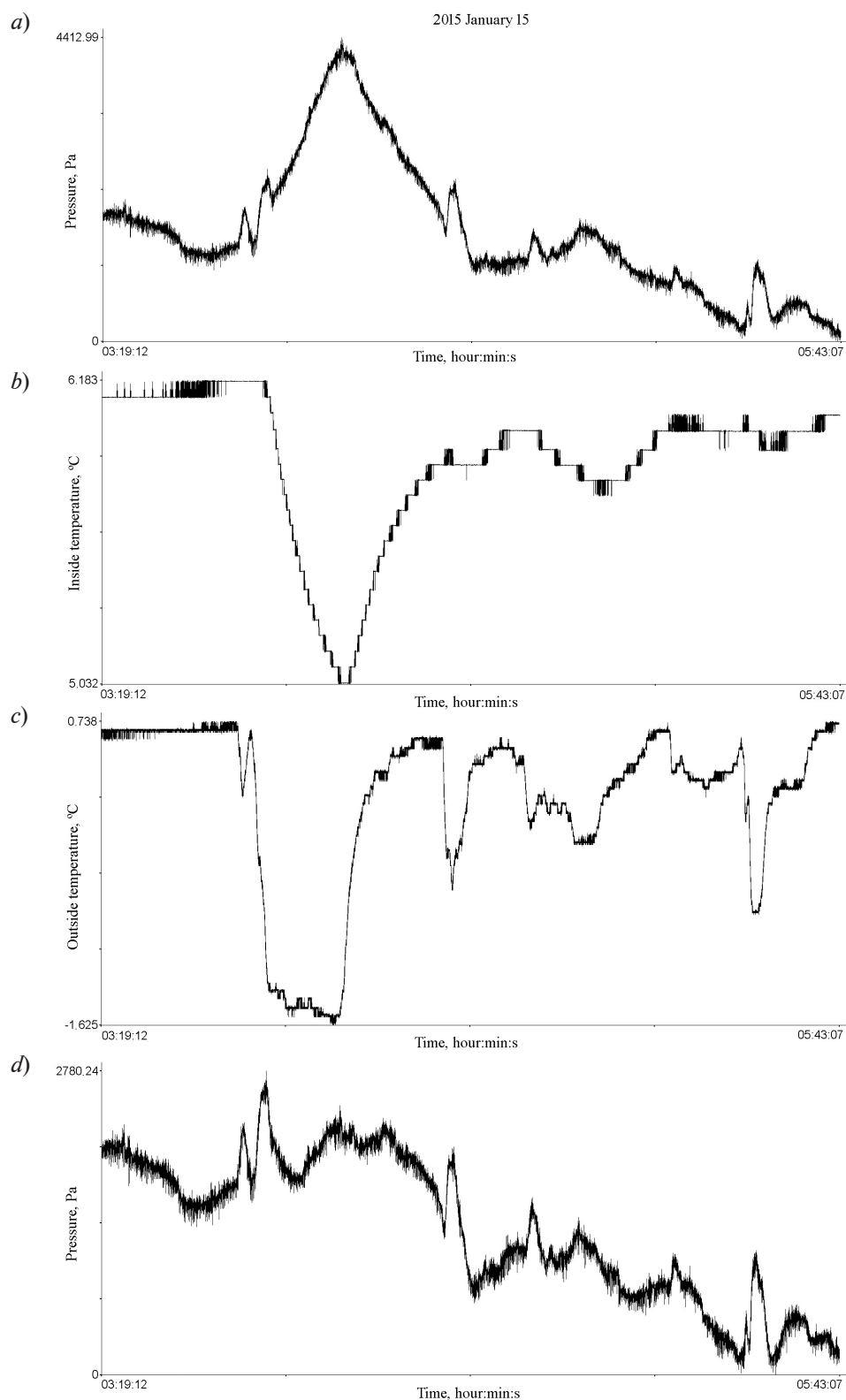


Рис. 4. Участок записи за период в 144 мин. Получены графики вариаций давления с помощью интерферометра (*a*, *d*), температуры интерферометра (*b*) и за бортом (*c*); *d* – график *a*) после коррекции

рого связаны с изменением температуры. Эта задача очень актуальна, поскольку изменение температуры внутри прибора ведет к изменению длины эталонного плеча вследствие теплового расширения деталей интерферометра. Кроме того, внешний датчик дает информацию о температуре воды, окружающей прибор. На рис. 4 приведен участок записи вариаций давления, зарегистрированных с использованием лазерного интерферометра, с одновременной регистрацией температуры за тот же период времени.

Проведенные синхронные измерения давления и температуры с помощью интерферометра и температурных датчиков позволили определить величины корректирующих коэффициентов, позволяющих минимизировать влияние температуры на измерения. Функция коррекции показаний включена в программное обеспечение для постобработки данных. График скорректированного давления приведен на рис. 4, *d*.

Итак, разработанный в Тихоокеанском

океанологическом институте им. В.И. Ильичева ДО РАН гидрофизический аппаратно-программный лазерно-интерференционный комплекс показал высокую эффективность работы своих систем. Использование данного комплекса позволяет решать задачи по изучению амплитудно-фазовых вариаций колебаний и волн гидросферы в низкочастотном диапазоне. Все характеристики нового комплекса значительно улучшены благодаря полученному ранее эксплуатационному опыту. Обеспечены принципиально новые возможности созданного оборудования, так как прибор получил новые датчики для сопутствующих измерений и контейнер, позволяющий работать автономно. Новый измерительный комплекс более прост в эксплуатации, обеспечивает более высокое качество получаемых данных и новые сферы его применения.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РНФ (соглашение № 14-50-00034, создание гидрофизического измерительного комплекса), ДВО РАН (проект № 15-I-1-043).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Долгих Г.И., Привалов В.Е. Лазеры. Лазерные системы. Владивосток: Дальнаука, 2009. 202 с.
- [2] Долгих Г.И., Валентин Д.И., Долгих С.Г., Ковалёв С.Н., Корень И.А., Овчаренко В.В., Фищенко В.К. Применение лазерных деформографов вертикальной и горизонтальной ориентаций в геофизических исследованиях переходных зон // Физика Земли. 2002. № 8. С. 69–73.
- [3] Долгих Г.И., Ковалёв С.Н., Корень И.А., Овчаренко В.В. Двухкоординатный лазерный деформограф // Физика Земли. 1998. № 11. С. 76–81.
- [4] Долгих Г.И., Долгих С.Г., Ковалев С.Н., Корень И.А., Новикова О.В., Овчаренко В.В., Окунцева О.П., Швеи В.А., Чупин В.А., Яковенко С.В. Лазерный нанобарограф и его применение при изучении баро-деформационного взаимодействия // Физика Земли. 2004. № 8. С. 82–90.
- [5] Долгих Г.И., Долгих С.Г., Ковалев С.Н., Швеи В.А., Чупин В.А., Яковенко С.В. Лазерный измеритель вариаций давления гидросферы // Приборы и техника эксперимента. 2005. № 6. С. 56–57.
- [6] Долгих Г.И., Будрин С.С., Долгих С.Г., Овчаренко В.В., Чупин В.А., Швеи В.А., Яковенко С.В. Морские внутренние волны и атмосферные депрессии // Доклады Академии наук. 2015. Т. 462. № 5. С. 601–604.
- [7] Долгих Г.И., Ковалев С.Н., Швеи В.А., Яковенко С.В. Цифровая система регистрации лазерно-интерференционных установок // Приборы и техника эксперимента. 2008. № 5. С. 158–159.
- [8] Боуден К. Физическая океанография прибрежных вод. М.: Мир, 1988. 87 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ЯКОВЕНКО Сергей Владимирович — кандидат технических наук, старший научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки (ФГБУН) «Тихоокеанский океанологический институт им. В.И. Ильичева» Дальневосточного отделения РАН (ДО РАН) и Школы естественных наук Дальневосточного федерального университета, г. Владивосток.

690041, Российская Федерация, г. Владивосток, Балтийская ул., 43

690922, Российская Федерация, г. Владивосток, ОПС Русский-2

ser_mail@poi.dvo.ru



БУДРИН Сергей Сергеевич — научный сотрудник ФГБУН «Тихоокеанский океанологический институт им. В.И. Ильичева» ДО РАН и Школы естественных наук Дальневосточного федерального университета, г. Владивосток.

690041, Российская Федерация, г. Владивосток, Балтийская ул., 43

690922, Российская Федерация, г. Владивосток, ОПС Русский-2

ss_budrin@mail.ru

ДОЛГИХ Станислав Григорьевич — кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник ФГБУН «Тихоокеанский океанологический институт им. В.И. Ильичева» ДО РАН и Школы естественных наук Дальневосточного федерального университета, г. Владивосток.

690041, Российская Федерация, г. Владивосток, Балтийская ул., 43

690922, Российская Федерация, г. Владивосток, ОПС Русский-2

sdolgikh@poi.dvo.ru

ЧУПИН Владимир Александрович — кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник ФГБУН «Тихоокеанский океанологический институт им. В.И. Ильичева» ДО РАН и Школы естественных наук Дальневосточного федерального университета, г. Владивосток.

690041, Российская Федерация, г. Владивосток, Балтийская ул., 43

690922, Российская Федерация, г. Владивосток, ОПС Русский-2

chupin@poi.dvo.ru

ШВЕЦ Вячеслав Александрович — кандидат технических наук, старший научный сотрудник ФГБУН «Тихоокеанский океанологический институт им. В.И. Ильичева» ДО РАН и Школы естественных наук Дальневосточного федерального университета, г. Владивосток.

690041, Российская Федерация, г. Владивосток, Балтийская ул., 43

690922, Российская Федерация, г. Владивосток, ОПС Русский-2

vshv@poi.dvo.ru

***Yakovenko S.V., Budrin S.S., Dolgikh S.G., Chupin V.A., Shvets V.A.* HYDROPHYSICAL LASER-INTERFERENCE COMPLEX.**

A new hydrophysical measuring complex has been developed on the basis of the laser measuring instrument of hydrosphere pressure variations. The latter was previously engineered and experimentally approbated. The use of this equipment allows solving problems on investigation of the amplitude-phase variations of hydrosphere vibrations and waves in the low-frequency range. All performance data of the complex was considerably improved by virtue of the operating experience obtained previously. Radically new opportunities of the created equipment were provided since the apparatus was rigged with new sensors for accompanying measurements and a container, which allowed working independently. The new hydrophysical measuring complex is easier to operate and maintain, ensures higher quality data obtained and new spheres of its application.

LASER MEASURER, HYDROSPHERE PRESSURE VARIATION, INTERFEROMETER, MEASUREMENT SYSTEM, HYDROSPHERE.

REFERENCES

[1] **G.I. Dolgikh, V.E. Privalov, Lazery.** Lazernyye sistemy [Lasers, Laser systems]. Vladivostok, Dalnauka, 2009.

[2] **G.I. Dolgikh, D.I. Valentin, S.G. Dolgikh, et al.,** Primeneniye lazernykh deformografov vertikalnoy i gorizontальной oriyentatsiy v geofizicheskikh issledovaniyakh perekhodnykh zon [Application of laser deformographs with vertical and horizontal orientation to geophysical studies of transitive zones], Fizika Zemli. (8) (2002) 69–73.

[3] **G.I. Dolgikh, S.N. Kovalev, I.A. Koren, et al.,** Dvukhkoordinatnyy lazernyy deformograf [Two-coordinate laser deformograph], Fizika Zemli. (11) (1998) 76–81.

[4] **G.I. Dolgikh, S.G. Dolgikh, S.N. Kovalev, et al.,** Lazernyy nanobarograf i yego primeneniye pri izuchenii baro-deformatsionnogo vzaimodeystviy [Laser barograph and its application for measurement of baro-deformation interactions], Fizika Zemli. (8) (2004) 82–90.

[5] **G.I. Dolgikh, S.G. Dolgikh, S.N. Kovalev, et al.**, Lazernyy izmeritel variatsiy davleniya gidrosfery [Lazer meter of hydrosphere pressure variation], *Pribory i tekhnika eksperimenta*. (6) (2005) 56–57.

[6] **G.I. Dolgikh, S.S. Budrin, S.G. Dolgikh, et al.**, Morskiye vnutrenniye volny i atmosferynye depressii [Sea internal waves and atmospheric depressions], *Doklady Akademii nauk*. 462 (5) (2015) 601–604.

[7] **G.I. Dolgikh, S.N. Kovalev, V.A. Shvets, et al.**, Tsifrovaya sistema registratsii lazerno-interferentsionnykh ustanovok [Digital recording system of lazer-interference setups], *Pribory i tekhnika eksperimenta*. (5) (2008) 158–159.

[8] **K. Bouden**, Fizicheskaya okeanografiya pribrezhnykh vod [Physical oceanography of coastal water], Moscow, Mir, 1988.

THE AUTHORS

YAKOVENKO Sergey V.

V.I. Il'ichev Pacific Oceanological Institute

43 Baltiyskaya St., Vladivostok, 690041, Russian Federation

Far Eastern Federal University

'Russkiy-2' Postal Service Facility, Vladivostok, 690922, Russian Federation

ser_mail@poi.dvo.ru

BUDRIN Sergey S.

V.I. Il'ichev Pacific Oceanological Institute

43 Baltiyskaya St., Vladivostok, 690041, Russian Federation

Far Eastern Federal University

'Russkiy-2' Postal Service Facility, Vladivostok, 690922, Russian Federation

ss_budrin@mail.ru

DOLGIKH Stanislav G.

V.I. Il'ichev Pacific Oceanological Institute

43 Baltiyskaya St., Vladivostok, 690041, Russian Federation

Far Eastern Federal University

'Russkiy-2' Postal Service Facility, Vladivostok, 690922, Russian Federation

sdolgikh@poi.dvo.ru

CHUPIN Vladimir A.

V.I. Il'ichev Pacific Oceanological Institute

43 Baltiyskaya St., Vladivostok, 690041, Russian Federation

Far Eastern Federal University

'Russkiy-2' Postal Service Facility, Vladivostok, 690922, Russian Federation

chupin@poi.dvo.ru

SHVETS Vyacheslav A.

V.I. Il'ichev Pacific Oceanological Institute

43 Baltiyskaya St., Vladivostok, 690041, Russian Federation

Far Eastern Federal University

'Russkiy-2' Postal Service Facility, Vladivostok, 690922, Russian Federation

vshv@poi.dvo.ru

*А.С. Шашкина¹, А.В. Кривошейкин¹,
Н.Н. Скворцов¹, М.В. Воротков²*

¹ Санкт-Петербургский государственный университет
кино и телевидения;

² Главная (Пулковская) астрономическая обсерватория РАН,
г. Санкт-Петербург

ФРАКТАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ЛАВИННОГО ПРОБОЯ СВЕТОДИОДА

В статье анализируется существующая модель процессов, протекающих в ходе частичного лавинного пробоя p – n -перехода. Установлено, что данные, полученные в результате экспериментов с обратносмещенными светодиодами, не описываются этой моделью. Обнаруженные фрактальные свойства микроплазменного шума служат основанием для проведения дальнейших исследований, которые должны объяснить характеристики пробоя реальных образцов светодиодов и откорректировать существующую модель лавинного пробоя p – n -переходов.

ЛАВИННЫЙ ПРОБОЙ, МИКРОПЛАЗМА, p – n -ПЕРЕХОД, ФРАКТАЛ, СВЕТОДИОД.

Введение

Для электронных компонентов, например стабилитронов, предназначенных для работы в режиме электрического пробоя, сам указанный режим не представляет опасности. Но и для других электронных компонентов, не предназначенных для работы в этом режиме, электрический пробой является в большинстве случаев обратимым. К таким компонентам относится светодиод, для которого при повторной подаче напряжения в прямом направлении сохраняется явление электролюминесценции.

Однако в стабилитронах может наблюдаться как туннельный, так и лавинный пробой. Необходимо определить вид пробоя и для светодиодов.

После экспериментального определения вида пробоя была проведена серия экспериментов, посвященных исследованию свойств микроплазменного шума, его

временных и спектральных характеристик. Далее в ходе экспериментов и математического моделирования были выявлены фрактальные свойства микроплазменного шума.

Сигналы, обладающие свойством фрактальности, в настоящее время применяются в радиотехнике, радиолокации, в физике конденсированного состояния, в наноструктурировании и других областях.

Вид пробоя светодиода

Электрические пробои делятся на две группы: туннельные и лавинные [1]. С ростом температуры напряжение лавинного пробоя увеличивается, а туннельного — уменьшается [2, 3]. Поэтому вид пробоя конкретного электронного компонента можно определить экспериментально по смещению вольтамперных характеристик (ВАХ) при нагреве. Для лавинного пробоя

характерно смещение кривой ВАХ в сторону высоких обратных напряжений при повышении температуры.

Характер пробоя конкретных промышленных светодиодов видимого спектра красного свечения (материалы: AlGaAs/AlGaAs (DH), GaP, AlInGaP/GaAs) был определен нами экспериментально с помощью нагрева в лабораторной печи. При анализе полученных ВАХ светодиодов было выявлено, что в них реализуется лавинный пробой [3].

Анализ существующих представлений

Как показано в книге [2], чаще всего пробой начинается вблизи дефектов кристалла — дислокаций, включений второй фазы, неоднородностей в распределении легирующих примесей. Вблизи дислокации имеются области сжатия и расширения кристаллической решетки, что влияет на ширину запрещенной зоны. Кроме того, дислокации имеют свойство окружать себя примесями. Концентрация примесей вблизи дислокации увеличивает число носителей заряда и уменьшает эффективную толщину обедненного слоя, что приводит к локальному снижению напряжения пробоя. Такие локальные области пробоя получили название микроплазм. Ток, протекающий через каждую микроплазму, носит характер коротких импульсов, появляющихся и исчезающих в случайные моменты времени [1 — 3]. Это можно объяснить случайным характером захвата и выброса носителей заряда в области дефектов кристалла (дислокаций).

Наибольший интерес представляет режим частичного лавинного пробоя, когда светодиод пробит не полностью, но небольшой (шумовой) ток в виде импульсов через p – n -переход уже течет. При дальнейшем увеличении напряжения амплитуда импульсов растет в зависимости от количества включаемых микроплазм, а близко расположенные импульсы сливаются, паузы между ними сокращаются. Это продолжается до тех пор, пока не начинает течь практически постоянный ток, т. е. пока светодиод не перейдет в режим развитого лавинного пробоя.

Поведение микроплазмы, согласно существующей модели [2], описывается четырьмя параметрами: напряжением пробоя $U_{\max}$, последовательным сопротивлением R_s и вероятностями включения и выключения микроплазмы в единицу времени — P_{01} и P_{10} . Первые два параметра определяются из ВАХ, а вероятностные параметры рассчитываются из экспериментальных данных по формулам

$$P_{01} = \frac{\nu I_0}{I_0 - \langle I_0 \rangle};$$

$$P_{10} = \frac{\nu I_0}{\langle I_0 \rangle},$$

где ν — частота микроплазменных импульсов; I_0 , $\langle I_0 \rangle$ — амплитудное и среднее значения импульсного тока соответственно [2].

При анализе экспериментальных данных было выявлено, что вероятность включения микроплазмы и вероятность ее выключения не могут быть рассчитаны точно. Невозможно измерить частоту случайных импульсов, а среднее значение импульсного тока не является в данном случае информативной величиной. Осциллограмма микроплазменного шума, полученная на сопротивлении нагрузки (1 кОм), включенном последовательно со светодиодом BL-L813URC (материал AlGaAs/AlGaAs (DH)), представлена на рис. 1, из которого видно, что интервалы времени между импульсами могут существенно отличаться друг от друга.

Длительности пауз между импульсами на данном фрагменте отличаются примерно в 20 раз. Известно, что вероятность выключения зависит от размеров микроплазмы (или нескольких микроплазм) и уменьшается с ростом приложенного напряжения [2]. Существует возможность рассчитать вероятности включения и выключения микроплазмы, однако ошибка такого расчета будет достаточно велика.

Из рис. 1 также видно, что шум от одной микроплазмы представляет собой не непрерывный, а дискретный сигнал.

Согласно модели шумов частичного и развитого лавинного пробоя, основанной

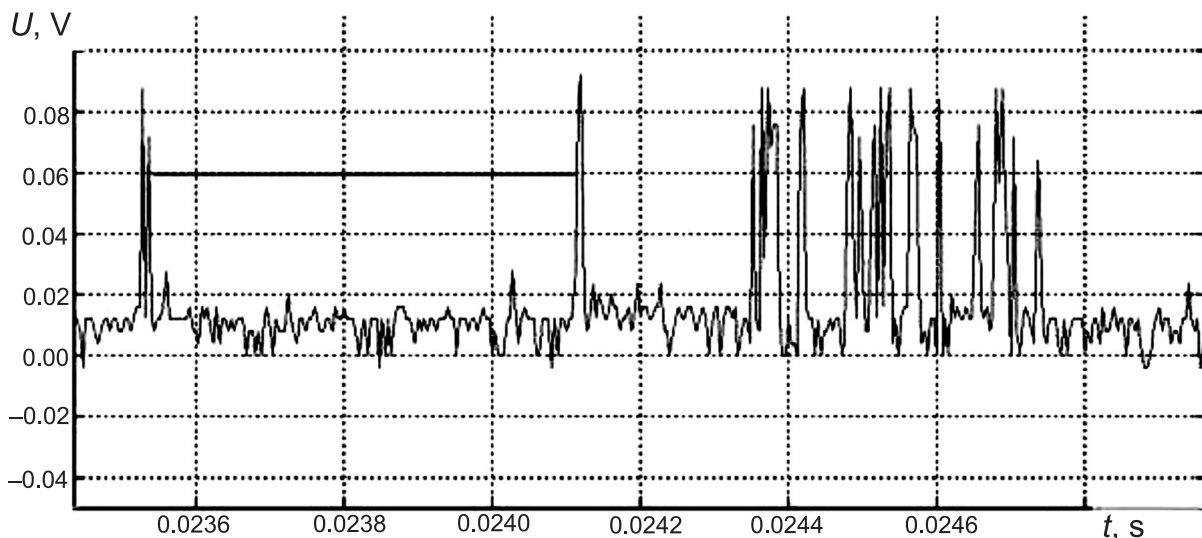


Рис. 1. Осциллограмма микроплазменного шума, полученная на сопротивлении нагрузки, включенном последовательно со светодиодом BL-L813URC. Длительности пауз между импульсами различны (выделена первая пауза)

на формуле Тагера и описанной в работах [4, 5], спектр шума лавинообразования определяется как

$$\langle i_{av}^2 \rangle_f = \frac{2q_e M^2 I}{1 + (f/f_{av})^2},$$

где q_e — заряд электрона; M — коэффициент лавинного умножения носителей; f_{av} — частота лавинообразования; I, f — мгновенные значения тока и частоты соответственно.

Выведем суть данных параметров применительно к промышленным светодиодам.

Коэффициент лавинного умножения при частичном лавинном пробое является постоянной величиной, т. е. $M = \text{const}$. Если $M \rightarrow \infty$, то происходит полный лавинный пробой образца, который может перейти в тепловой и привести к разрушению кристалла. В нашем случае речь идет о частичном пробое. Коэффициент лавинного умножения прямо связан с коэффициентом ионизации носителей заряда α , который равен числу электронно-дырочных пар, образуемых носителем заряда на единице пути в направлении электрического поля [5]:

$$M = \frac{1}{1 - \alpha L},$$

где L — длина однородного полупроводникового образца.

Для того чтобы определить величину коэффициента лавинного умножения, необходимо знать конкретные параметры p – n -перехода: площадь, концентрации примесей, профиль легирования, ширину области пространственного заряда (ОПЗ) при конкретной величине напряженности электрического поля и т. п. [1] Эти данные для промышленных электронных компонентов отсутствуют. Известны лишь аппроксимирующие выражения для коэффициентов ионизации и коэффициентов лавинного умножения, содержащие подгоночные параметры, которые близки к экспериментальным зависимостям для кремниевых и германиевых p – n -переходов [2, 4, 5]. Современные же светодиоды изготавливаются из более сложных материалов на основе гетеропереходов.

Вернемся к определению спектра шума лавинного пробоя. Частота лавинообразования определяется как

$$f_{av} = \frac{1}{2\pi(M-1)\frac{\tau}{2}}.$$

Величина $\tau/2$ определяет характерное время лавинообразования, равное полови-

не времени пролета носителей через ОПЗ p – n -перехода. Эта величина также неизвестна. Ранее было отмечено, что частоту микроплазменных импульсов измерить невозможно. Следовательно, не представляется возможным и непосредственное измерение частоты лавинообразования.

Спектры мощности

Сравним спектры мощности сигналов, которые задает модель микроплазменного пробоя p – n -перехода [2, 4, 5], и спектры, полученные в нашем эксперименте. Согласно теоретическим представлениям, длительности импульсов и пауз между импульсами случайны и подчиняются экспоненциальному распределению. Средняя частота импульсов, наблюдаемых при комнатной температуре, обычно составляет 10 – 100 кГц. Спектр такого сигнала представлен на рис. 2. Первый участок имеет форму плато и напоминает белый шум. На частотах, близких к 10^5 кГц, спектральная плотность распределяется по закону $f^{-\gamma}$ при $\gamma > 1$.

Однако спектр микроплазменного шума, полученного нами от светодиода марки АЛ1102АМ, имеет иной вид (рис. 3). Белый шум наблюдается на существенно более коротком участке до 1 кГц. Второй и третий участки соответствуют зависимостям $f^{-\gamma}$ с разными показателями: $\gamma_2 > \gamma_3$.

Отличается от теоретического и полученный нами вид эмпирических распределений плотности вероятности (гистограмм плотности вероятности) длительности интервалов между импульсами (рис. 4). В первом случае, исходя из существующих представлений [2, 4, 5], по результатам математического моделирования с использованием математического генератора случайных чисел строилась гистограмма. Во втором случае учитывалось количество временных интервалов n между импульсами микроплазменного шума, лежащих в соответствующих диапазонах по оси абсцисс: от $X(i)$ до $X(i) + dt$.

Все эти признаки указывают на то, что существующая модель процессов, протекающих в ходе частичного лавинного пробоя

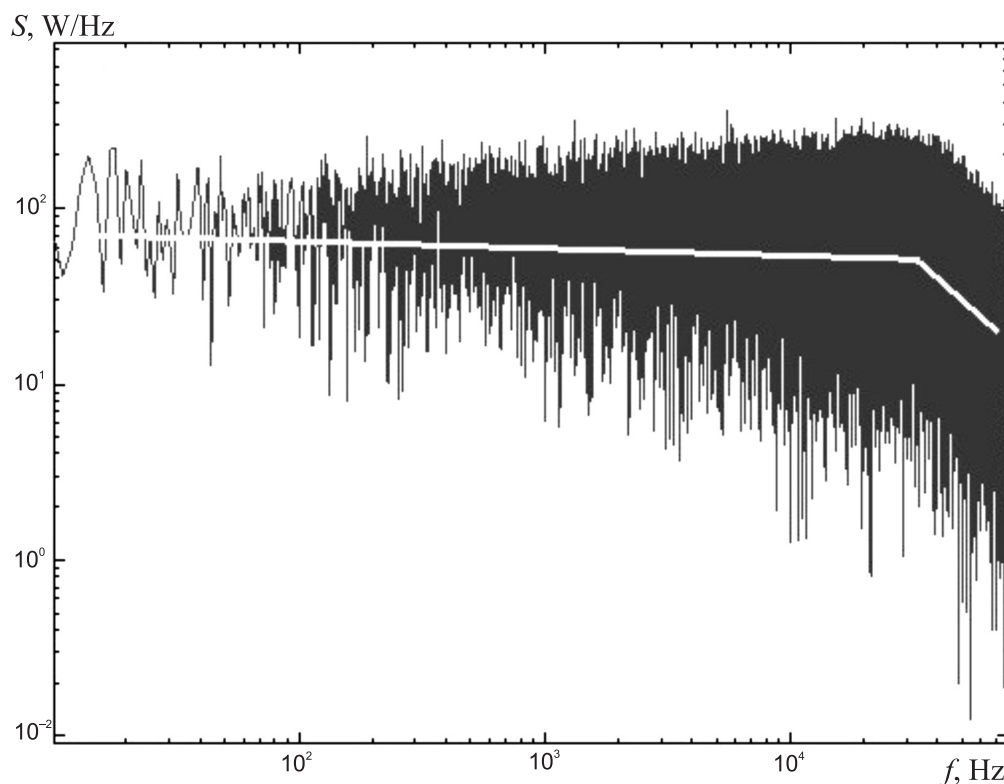


Рис. 2. Вид теоретического спектра микроплазменных импульсов

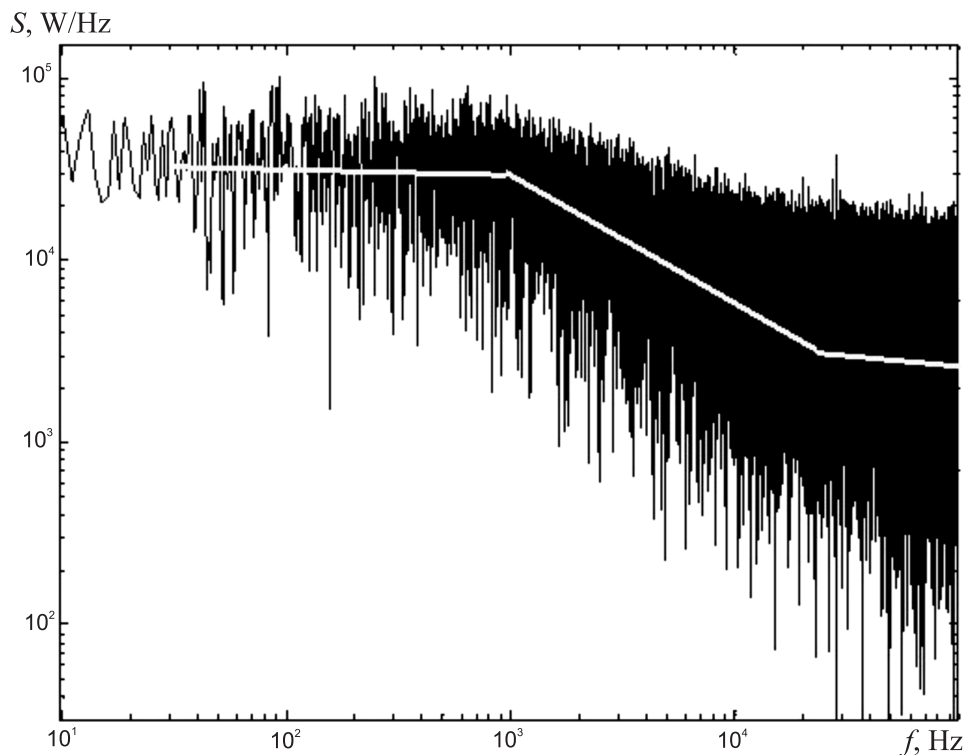


Рис. 3. Экспериментально полученный спектр микроплазменного шума промышленно выпускаемого светодиода марки АЛ1102АМ

p – n -перехода, неприменима к промышленным образцам светодиодов.

Кроме того, практически все современные светодиоды создаются на основе гетероструктур или структур с квантовыми ямами. Поведение гетероструктур в случае приложения обратного напряжения имеет особенности по сравнению с гомогенными переходами [6]:

1. Концентрация носителей в активной области двойных гетероструктур намного превышает их концентрацию в гомогенных переходах.

2. Кристаллические структуры и постоянные решеток гетеропереходов почти одинаковы, однако их параметры не согласованы.

В силу первой из приведенных особенностей активную область обычно сильно не легируют [6]. Пониженные концентрации легирующих примесей ведут к уменьшению числа дефектов. Следовательно, по сравнению с гомогенными, локальных областей пробоя в гетероструктурах должно быть меньше.

Несоответствие параметров (вторая особенность) приводит к дислокациям несоответствия или оборванным связям, т. е. к дефектам, что увеличивает вероятность локального пробоя.

Какой из двух конкурирующих факторов будет преобладать, определяется материалом, из которого изготовлен светодиод. Но нами экспериментально установлено, что светодиоды на основе гетеропереходов $\text{AlGaAs}/\text{AlGaAs}$ и $\text{AlInGaP}/\text{GaAs}$ имеют напряжение пробоя выше, чем на основе гомогенных переходов (GaP:N – фосфид галлия, легированный азотом). Таким образом, в этом случае наиболее существенна первая особенность.

С целью исследования процессов, происходящих в обратносмещенном светодиоде, была сконструирована специальная установка, и в результате проведения измерений и анализа полученных данных сделаны следующие заключения [3]:

длительность интервалов между импульсами отличается в несколько десятков раз и имеет случайный характер;

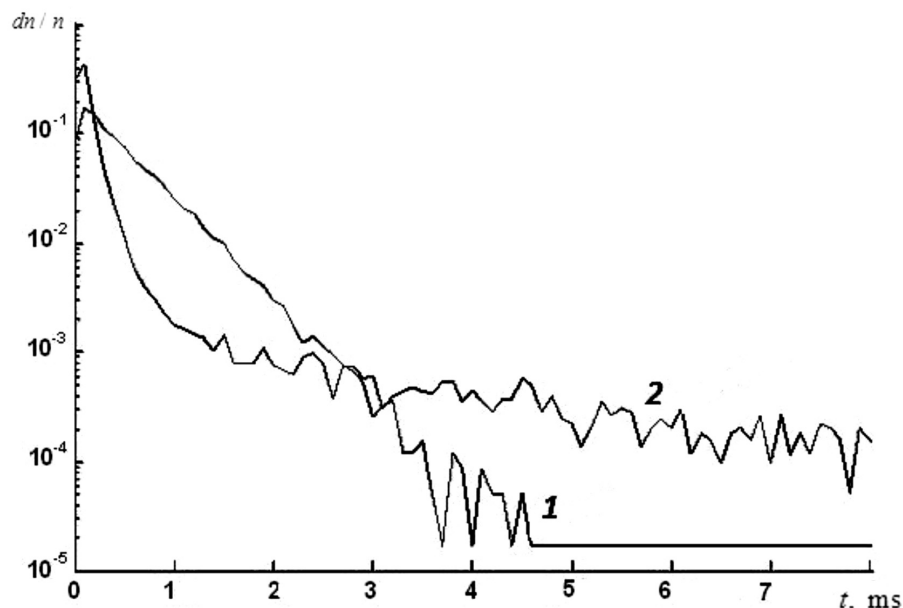


Рис. 4. Модельная (1) и экспериментально полученная (2) гистограммы плотности вероятности длительности интервалов между импульсами

ряды импульсов обладают свойством фрактальности.

Фрактальные свойства микроплазменного шума

Фракталами называют объекты, имеющие нерегулярную структуру и обладающие свойством самоподобия. Характерным проявлением самоподобия является масштабная инвариантность, т. е. неизменность структуры (формы) объекта при изменении масштаба фрагментов.

Фрактальность бывает пространственной и временной. Фрактальные временные ряды возникают, в частности, при измерениях различных естественных процессов: солнечной активности, уровней разлива рек, шумов электронных приборов, геофизической и геомагнитной активности, физиологических характеристик организма человека и т. п.

В качестве критерия оценки фрактальности исследуемого временного ряда нами было выбрано вычисление фрактальной размерности типа Хаусдорфа [7].

В среде Matlab был реализован специально разработанный алгоритм вычисления фрактальной размерности D по формуле

$$D = \lim_{dT \rightarrow 0} \frac{\ln i}{\ln \left(\frac{1}{dT} \right)},$$

где dT — длина вычлняемого отрезка исследуемого временного ряда, i — количество итераций.

По полученным значениям D построены соответствующие кривые для различных значений обратного напряжения (рис. 5). В таблице указаны значения обратного напряжения и соответствующие величины рассчитанной фрактальной размерности, соответствующие кривым на рис. 5.

На фрактальные свойства микроплазменного шума указывал и характер спектра, представленного на рис. 3. Фрактальная размерность D связана с показателем γ через скейлинговый параметр или постоянную Херста [8, 9]. На первом участке спектра на рис. 3 частота следования импульсов меньше, чем на остальных, $D \rightarrow 0$. На третьем участке частота велика, частичный пробой вырождается в полный лавинный пробой, $D \rightarrow 1$. На втором участке спектра величина $0 < D < 1$ и является пригодной для использования в приложениях.

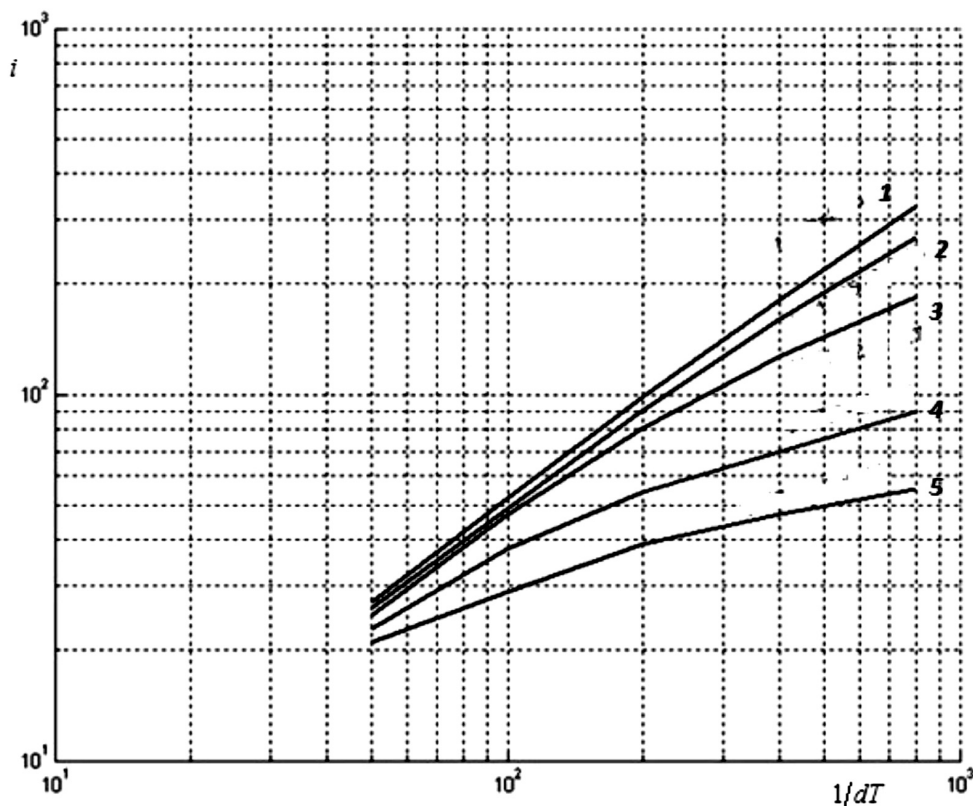


Рис. 5. Кривые фрактальной размерности для различных значений обратного напряжения (соответствующие параметры приведены в таблице)

Таблица
Результаты оценки фрактальности микроплазменного шума (см. рис. 5)

Номер кривой на рис. 5	V_{res} , В	D
1	17,40	0,85
2	17,35	0,78
3	17,32	0,72
4	17,30	0,54
5	17,25	0,44

Обозначения: V_{res} — обратное напряжение, D — фрактальная размерность

Таким образом, установлено, что микроплазменный шум обладает фрактальными свойствами, степень выраженности которых зависит от обратного напряжения [3].

Выводы

В настоящей работе проведен анализ существующей модели процессов, про-

текающих в ходе частичного лавинного пробоя $p-n$ -перехода в кремнии. Установлено, что данные, полученные в результате наших экспериментов, не описываются этой моделью. Обнаруженные фрактальные свойства микроплазменного шума позволят объяснить характеристики пробоя реальных образцов светодиодов и откорректировать существующую модель лавинного пробоя $p-n$ -переходов. Полученные результаты служат основанием для проведения дальнейших исследований.

В настоящее время фрактальные сигналы уже применяются в различных областях науки и техники, например в радиоизмерительной аппаратуре и в радиосистемах различного назначения. Предполагаемая область применения фрактального сигнала, полученного с помощью обратносмещенного светодиода, — это системы связи, в которых этот сигнал можно использовать для помехозащищенной конфиденциальной передачи сигналов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Лебедев А.И. Физика полупроводниковых приборов. М.: Физмалит, 2008. 488 с.
- [2] Грехов И.В., Сережкин Ю.Н. Лавинный пробой p – n -перехода в полупроводниках. Л.: Энергия, 1980. 152 с.
- [3] Воротков М.В., Скворцов Н.Н., Шашкина А.С. Фрактальные свойства микроплазменного шума // Инновационные технологии в медиа-образовании. Материалы III Всерос. научно-практ. конф. 27–28 марта 2015. Вып. 3. СПб.: СПбГИКиТ, 2015. С. 65–71.
- [4] Тагер А.С. Лавинно-пролетный диод и его применение в технике СВЧ // Успехи физических наук. 1966. Т. 90. Вып. 12. С. 631–666.
- [5] Якимов А.В. Физика шумов и флуктуаций параметров. Эл. уч. пос. Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2013. 85 с.
- [6] Шуберт Ф. Светодиоды. 2-е изд. М.: Физмалит, 2008. 496 с.
- [7] Федер Е. Фракталы. М.: Мир, 1991. 254 с.
- [8] Короленко П.В., Маганова М.С., Меснянкин А.В. Новационные методы анализа стохастических процессов и структур в оптике. Фрактальные и мультифрактальные методы, вейвлет-преобразования. Уч. пос. М.: Изд-во Моск. ун-та, Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына, 2004. 82 с.
- [9] Хандурин А.В. Сигналы с аддитивной фрактальной структурой. Дис. ... канд. техн. наук. М.: МЭИ, 2011. 216 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ШАШКИНА Антонина Сергеевна — аспирантка кафедры радиотехники и информационных технологий Санкт-Петербургского государственного университета кино и телевидения.

191119, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, ул. Правды, 13.
shashkinaas@ya.ru

КРИВОШЕЙКИН Анатолий Валентинович — доктор технических наук, профессор кафедры радиотехники и информационных технологий Санкт-Петербургского государственного университета кино и телевидения.

191119, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, ул. Правды, 13.
krivav@ya.ru

СКВОРЦОВ Николай Николаевич — кандидат технических наук, доцент кафедры математики и физики Санкт-Петербургского государственного университета кино и телевидения.

191119, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, ул. Правды, 13.
nnskvo@gmail.com

ВОРОТКОВ Михаил Владимирович — ведущий инженер лаборатории геодинамики Главной (Пулковская) астрономической обсерватории РАН.

196140, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Пулковское шоссе, 65
biser_gao@mail.ru

Shashkina A.S., Krivosheikin A.V., Skvortsov N.N., Vorotkov M.V. FRACTAL PROPERTIES OF THE LED AVALANCHE BREAKDOWN.

The conventional model of processes occurring in the course of p – n -junction's partial avalanche breakdown has been analyzed in this paper. Microplasma noise spectra of industrially produced LEDs were compared with those predicted by the model. The data obtained experimentally on the reverse-biased LEDs were established not to be described in terms of this model. The degree of pronouncedness of fractal properties was shown to be variable by changing the reverse voltage. Discovered fractal properties of microplasma noise can serve as the basis for further studies which are bound to explain the breakdown characteristics of real LEDs and to correct the conventional model of p – n -junction's avalanche breakdown.

AVALANCHE BREAKDOWN, MICROPLASMA; p – n -JUNCTION; FRACTAL, LED.



REFERENCES

- [1] **A.I. Lebedev**, Fizika poluprovodnikovyykh priborov [Physics of semiconductor devices], Fizmalit, Moscow, 2008.
- [2] **I.V. Grekhov, Yu.N. Serezhkin**, Lavinnyy proboy p - n -perekhoda v poluprovodnikakh [p - n -junction avalanche breakdown in semiconductors], Leningrad, Energiya, 1980.
- [3] **M.V. Vorotkov, N.N. Skvortsov, A.S. Shashkina**, Fraktalnyye svoystva mikroplazmennogo shuma [Fractal properties of microplasma noise], Innovatsionnyye tekhnologii v mediaobrazovanii, Materialy III Vserossiyskoy nauchno-prakticheskoy konferentsii, 2015, March, 27-28, Iss. 3, St. Petersburg, SPbGKIIT, 2015.
- [4] **A.S. Tager**, Lavinno-proletnyy diod i yego primeneniye v tekhnike SVCh [Avalanche transit time diode and its application in microwave technology], Uspekhi fizicheskikh nauk. 90(12) (1966) 631–666.
- [5] **A.V. Yakimov**, Fizika шумов i fluktuatsiy parametrov [Physics of noises and parameter fluctuations]: Elektronnoye uchebnoye posobiye. Nizhniy Novgorod, Nizhegorodskiy gosuniversitet, 2013.
- [6] **F. Schubert**, Light-emitting diodes, 2nd ed., Cambridge University Press, 2006.
- [7] **J. Feder**, Fraktals, Plenum Press, New York&London, 1988.
- [8] **P.V. Korolenko, M.S. Maganova, A.V. Mesnyankin**, Novatsionnyye metody analiza stokhasticheskikh protsessov i struktur v optike. Fraktalnyye i multifraktalnyye metody, veyvlet-preobrazovaniya [Novation methods of analyzing the stochastic processes and structures in optics. Fractal and multi-fractal methods, wavelet transformations], Uchebnoye posobiye, Moscow, Izd-vo Mosk. un-ta, Nauchno-issledovatel'skiy institut yadernoy fiziki im. D.V. Skobel'syna, 2004.
- [9] **A.V. Khandurin**, Signaly s additivnoy fraktalnoy strukturoy [Signals with additive fractal structure], Diss. ... kand. tekhn. nauk, Moscow, MEI, 2011.

THE AUTHORS

SHASHKINA Antonina S.

St. Petersburg State University of Film and Television
13 Pravdy St., St. Petersburg, 191119, Russian Federation
shashkinaas@ya.ru

KRIVOSHEIKIN Anatoliy V.

St. Petersburg State University of Film and Television
13 Pravdy St., St. Petersburg, 191119, Russian Federation
krivav@ya.ru

SKVORTSOV Nicolay N.

St. Petersburg State University of Film and Television
13 Pravdy St., St. Petersburg, 191119, Russian Federation
nnskvo@gmail.com

VOROTKOV Mikhail V.

*The Central Astronomical Observatory
of the Russian Academy of Sciences at Pulkovo*
65 Pulkovskoye HWY, St. Petersburg, 196140, Russian Federation
biser_gao@mail.ru

DOI: 10.5862/JPM.253.9

UDC: 53.07

*V.B. Bondarenko, S.N. Davydov, P.G. Gabdullin
N.M. Gnuchev, A.V. Maslevtsov, A.A. Arkhipov*

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ELECTRON SPECTROMETER FOR STUDYING FIELD-INDUCED EMISSION FROM NANOSTRUCTURED OBJECTS

A novel electron spectrometer has been designed to study low-voltage field-induced emission of nanostructures such as nanoporous carbon, nanotubes, nanodiamond and other carbon structures. The estimated high resolving power of the device is mainly achieved by using an original energy analyser of high energy dispersion and by retarding the electron beam by the factor of tens and hundreds in terms of energy. The analyser pass energy governs the absolute energy resolution ΔE of the spectrometer; ΔE value varies approximately in the range of $10 \text{ meV} < \Delta E < 300 \text{ meV}$. There are three different working modes adapted for emission of widely variable current. The minimal emission current at which energy analysis is still possible is approximately 0.1 nA . The spectrometer working modes were tested experimentally using a thermoemitter as the test object. The study then proved that the recorded spectra reflected physical phenomena taking place on the emitter surface.

LOW-VOLTAGE FIELD EMISSION, NANOSTRUCTURE, HIGH RESOLUTION, ELECTRON SPECTROMETER.

Introduction

Nowadays, a lot of materials are known which are formed from structural elements measured in nanometers and tens of nanometers. These are so-called nanoporous carbons [1, 2], carbon nanotubes [3], nanodiamond and nanocarbon films [4], nanodiamond composites [5], graphene films [6].

A distinctive property of these nanostructured materials is their capability to emit electrons at rather low strength of the electrostatic field (around 1 kV/mm) which is $10^3 - 10^4$ times less than the values typical for cold field emission of metals. Even though this phenomenon has been investigated for many years, the question of its physical nature has not yet been fully answered.

The analysis of the energy spectra of emitted electrons could have been one of the natural methods for studying this low-voltage field-induced emission. The idea of separating a flow of charged particles into monokinetic components is not in itself original, but for the field emission, even in the case of low-voltage one, such separation meets some specific troubles.

This work presents a description and experimental test results for a novel spectrometer, which has been elaborated and made especially to record electron field emission spectra.

The ways to increase the spectrometer resolving power

The spectrometer consists of an electrostatic analyzer 1, receiving zoom lens 2 and electron collector 3 (Fig. 1, a). The lens input diaphragm 'looks' at the surface of the sample 4 under study. The initial part of the electron way from the sample (emitter) to the collector lies inside the lens. The resolving power of the analyzer proper is

$$R_a = \frac{E_p}{\Delta E} = D \frac{X}{\Delta x_1 + \Delta x_2 + \xi}, \quad (1)$$

where E_p is the analyzer pass energy (the energy of the electron entering the analyzer input diaphragm); ΔE is the absolute energy resolution (in eV); X is the representative size of the device (here it is the distance between the input and output diaphragm centers: $X = x_2 - x_1$); D is the analyzer energy dispersion expressed in the units of X (reduced dispersion):

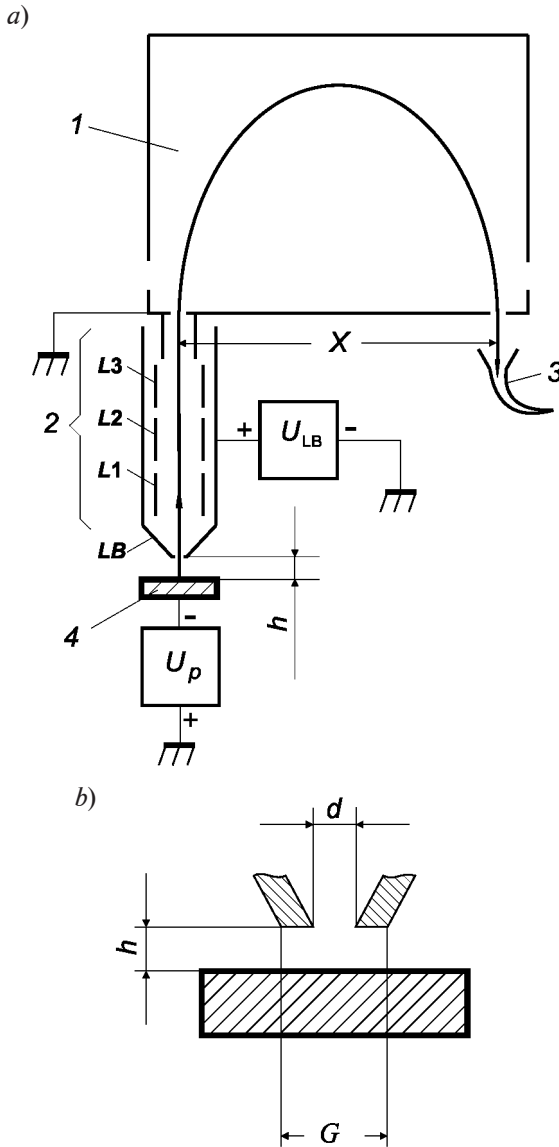


Fig. 1. The scheme of the spectrometer (a) and magnified positions 4, 2 (in part) with geometric parameters (b):

1 – energy analyser; 2 – retarding lens; 3 – electron collector; 4 – sample (emitter); LB – lens body; L_i – focusing electrodes; U_p , U_{LB} – power supply of potentials

$$D = \frac{E_p}{X} \cdot \frac{dx}{dE};$$

Δx_1 and Δx_2 are the input and output diaphragm widths respectively; ξ is the measure of the aberration blurring of the input diaphragm image in the vicinity of the output diaphragm.

Let both diaphragms be at zero potential

(see Fig. 1, a), and the emitter under investigation be at the potential $U_p = -|E_p / e|$, where e is the electron charge.

Then, in the vicinity of the sample surface, the strength of the electric field “pulling” electrons out is

$$F = \frac{U_{LB} - U_p}{h},$$

Where h is the vacuum gap between the lens entrance aperture and the emitter surface (see also Fig. 1, b); U_{LB} is the positive potential applied to the lens electrode with the entrance aperture. Electrons entering this aperture possess kinetic energy

$$|(U_{LB} - U_p) \cdot e|.$$

For some reasons (for instance, because of the emitter roughness or the entrance aperture finiteness), the value h cannot be made too small, and on average $h \approx 0.5 - 1.0$ mm. As a result, the emission threshold potential

$$U_{LB} - U_p \approx 500 - 1000 \text{ V}.$$

Consequently, the minimal energy of electrons at the entrance aperture of the lens (and, actually, of the whole spectrometer) should be approximately equal to 500 eV. On the other hand, the resolution needed in the experiment is about $kT = 25$ meV, that is the electron thermal energy spread at room temperature (here k is the Boltzmann constant, T is the emitter temperature). So, the minimal value of the resolving power of the spectrometer should be rather high:

$$R_{sp \min} \approx 500 \cdot 10^3 \text{ mV} / 25 \text{ mV} = 2 \cdot 10^4.$$

R_{sp} can be enlarged by several methods, though each of them has some weaknesses:

(i) The analyzer size X can be increased (see Eq. (1)). Increasing X makes the spectrometer more expensive. Moreover, it demands stronger vacuum pumping and more careful protection of the spectrometer from any stray fields including the Earth's magnetic field.

(ii) The analyzer diaphragm sizes Δx_1 and Δx_2 can be decreased. This will inevitably cause reduction of the recorded signal intensity, apart from the fact that it will be impossible to produce the spectrometer in case of excessive diaphragm decrease.

(iii) It is possible to try to diminish beam divergence at the analyzer entrance $2\Delta\alpha$. This will bring ξ closer to zero but, of course, the signal intensity will be decreased.

(iv) Since, according to Eq. (1), ΔE is proportional to E_p , the beam deceleration in the lens makes R_{sp} bigger. The electron energy

$$E = |(U_{LB} - U_p) e|$$

at the lens entrance and the corresponding F value can be kept invariable by increasing U_{LB} . Unfortunately, if the lens magnification factor is equal to unity, then, according to the Helmholtz – Lagrange law, the beam divergence at the analyzer entrance is increased by a factor of $\sqrt{E / E_p}$.

All of these methods were used somehow when the spectrometer was being designed. There could have been one extra way to increase R_{sp} : it is increasing the reduced dispersion D of the analyzer. But this parameter is an inherent characteristic of the electrostatic field which separates monokinetic components of the beam. It is well known [7] that the D value varies in a very narrow range ($0.8 < D < 1.2$) under the focusing conditions in the fields of simple geometry (plane, spherical, cylindrical).

Energy analyzer of increased dispersion

In Refs. [8–12], a construction, principle of operation and experimental tests of a non-traditional energy analyzer were described. The device is based on a two-dimensional electrostatic field with the plane of symmetry (yz):

$$U(x, y) = \frac{\text{sh}^2 2\pi y - \sin^2 2\pi x}{(\text{ch} 2\pi y + \cos 2\pi x)^2}. \quad (2)$$

Expression (2) is written in a specific system of units where the energy unit is the analyzer pass energy E_p , the potential unit is $|E_p / e|$ and the length one is the distance X between the point source and its point image. The solution of Eq. (2) with respect to y gives us the following equipotentials:

$$y = \text{arcch}[U \cos 2\pi x + [1 + (1 - 2U) \sin^2 2\pi x]^{1/2} \cdot (1 - U)^{-1}].$$

The (xy)-plane cross-sections of some of these equipotentials are shown in Fig. 2, *a*.

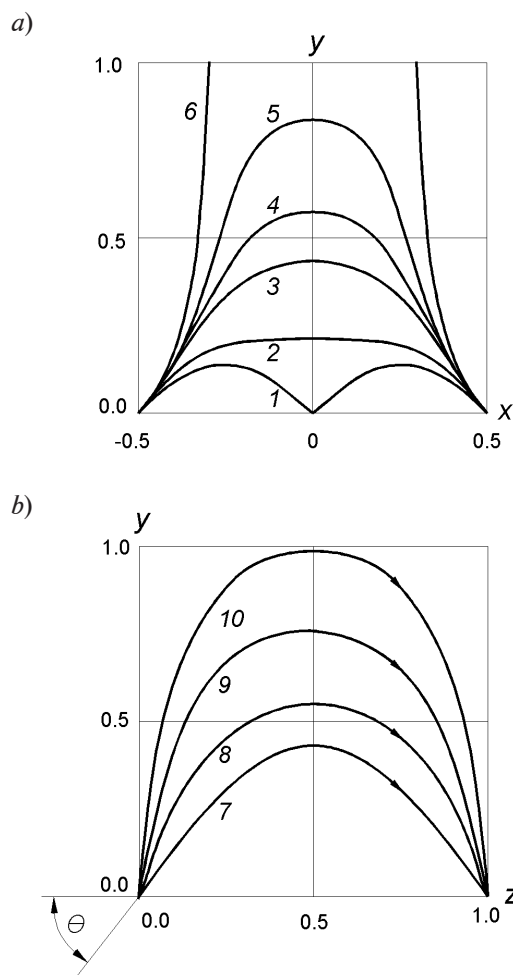


Fig. 2. (xy)-Cross-section of some equipotentials of electrostatic field with (yz)-plane of symmetry (*a*) and trajectories of the electrons entering the field in the (yz)-plane at different polar angles θ (*b*). *a* – potential U , a.u.: 0 (1), 0.300 (2), 0.700 (3), 0.900 (4), 0.975 (5), 1.000 (6); *b* – angle θ , degrees: 57 (7), 70 (8), 80 (9), 85 (10). Focusing in (yz)-plane is perfect

In the plane of symmetry, the field possesses ideal focusing: an electron, moving in the plane (yz) and starting its flight from the origin with the unit initial energy E_p at any polar angle with respect to the z axis, will definitely come to the point ($x = 1, y = 0, z = 0$). Some trajectories of this kind are shown in Fig. 2, *b*.

In the same plane, the reduced dispersion

$$D = \frac{1}{2 \cos^2 \theta}. \quad (3)$$

It is seen from Eq. (3) that D grows with θ , and when θ approaches $\pi/2$, D tends to infinity.



From this point of view, it is reasonable to design the analyzer with the maximal value of the entrance polar angle θ . But the height of the trajectory increases with θ (see Fig. 2, *b*), and this fact implies the increase in the size of the device. Moreover, the electron kinetic energy at the top part of the trajectory decreases with θ growth, and this circumstance again demands more careful protection of the spectrometer from any stray fields including the Earth's magnetic field. Furthermore, to enhance the optical efficiency of the analyzer, the working mode for the device should be chosen so that focusing exists not only in the (yz) -plane but in the x -direction as well, in other words, the spatial focusing exists. Calculations have shown [13] that from this point of view, the $\theta \approx 80^\circ$ regime is optimal at which little focusing appears in the x -direction, the source image becomes most compact, and $D \approx 16.6$, which is more than ten times more than the typical dispersion of any simple field structures.

In reality, though, the electrode shapes are slightly different from the ideal ones because the last are difficult to be produced. As a consequence, the reduced dispersion, which actually depends on the working mode, is a bit smaller: $D \approx 12 - 13$. The device has been made from copper, its base dimension $X = 50$ mm, it measures $65 \times 70 \times 80$ mm. It is provided with changeable diaphragms from 0.2 to 0.6 mm in width.

Retarding system

After choosing the field structure of the high-dispersion analyzer, the next step towards enhancing the spectrometer resolving power is creating a lens (retarding system) which will decelerate the electron beam, before it enters the volume of the analyzer, from the extraction energy E (as it was mentioned, $E \approx 1$ keV or higher) to E_p .

A five-electrode axisymmetric lens 2 (see Fig. 1, *a*) was designed and made. The inner diameter of the focusing electrodes is 8 mm, the whole length of the system is 36 mm. To extract electrons from the emitter 4, the lens body is fed with positive voltage U_{LB} . Then, along their trajectories, electrons are consequently influenced by the focusing electrode potentials $L1$, $L2$, and $L3$. The last, fifth, electrode is me-

chanically and electrically joined to the lower electrode of the analyzer, their common potential being zero. Taking into consideration the feed circuit described, the lens electron energy retarding coefficient is

$$K_{dec} = \frac{|U_{LB}| + |U_p|}{|U_p|} = \frac{U_{LB} - U_p}{|U_p|}. \quad (4)$$

Transportation and focusing electrons are deeply influenced by the potential pattern near the emitter surface. In Fig. 3, it is shown how the potential picture of the electron trajectories alters with the distance h (see also Fig. 1, *b*) between the sample surface and the lens end. The calculations were done using 'Simion 7' software. The lens entrance diaphragm diameter d was taken to be equal to 0.4 mm, the outer diameter of the lens body end $G = 1.0$ mm. Fig. 3 also shows the trajectories of the electrons starting their flights from the emitter surface at right angle to it.

Electrons start their movement from the emitter surface along the normal with the initial energy of 20 meV. The potential relief between the surface and lens butt is shown as an equidistant equipotential series. The equipotentials are practically horizontal near the emitter surface (on the bottom) and are essentially curved in the vicinity of the butt. In all the three patterns, the first particle moves along the axis of symmetry, while the subsequent electrons start their flights with the step $\Delta r = 30 \mu\text{m}$ along the radial coordinate. Thus, the radial coordinate for the starting point of the k -th electron is $\Delta r(k - 1)$. In terms of increasing emission current at constant value of $|U_{LB}|$, it seems reasonable to diminish the gap h , because the less h is, the stronger, on the average, the field is between the emitter and lens end. It can be seen in Fig. 3, *a* that even if h is essentially less than d , the equipotentials near the emitter surface bend and the field starts influencing the electrons, which are relatively low in the vicinity of the surface, like a divergent lens. If $h > 1.2d - 1.4d$ (see Fig. 3, *c*), the equipotentials bend in the opposite direction, and the field acts like a convergent lens. At $h \approx d$, the field at the surface is practically plane: it can be seen from Fig. 3, *b* that several equipotentials nearest to the emitter remain plane.

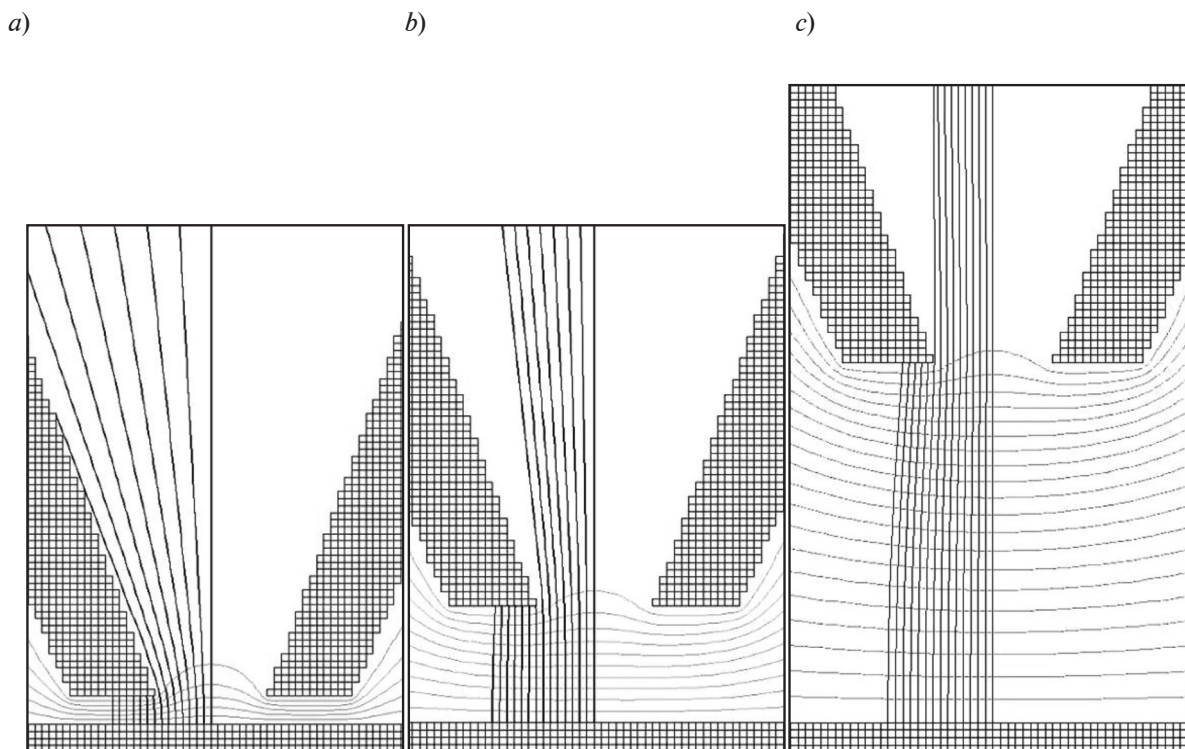


Fig. 3. Changing the pattern of the electron trajectories with the distance h , mm: 0.1 (a), 0.4(b), 1.2 (c); the lens entrance diameter $d = 0.4$ mm (see Fig. 1, b)

So, two modes can be used to study emission spectra, with the choice between these modes governed by the sample characteristics. Let us suppose that the emission centers are placed ‘densely’ on the surface: there are a lot of them in the area $S = \pi d^2 / 4$ which equals the area of the lens entrance diaphragm. Then the distance $h \approx d$ should be chosen as the minimal one at which the beam is not unfocused yet near the surface. In this situation, electrons fly in the plane field approximately half of their way towards the lens.

On the other hand, if the emission centers are placed rarely, the risk is that there are no centers opposite the diaphragm. In this case, the sample should be moved back from the diaphragm to the distance $h > 1.2d - 1.4d$, and thus the area should be enlarged of the surface useful in terms of obtaining emitted electrons. Of course, enlarging the area will be done at the sacrifice of the field strength F at the surface. The potential U_{LB} and the retarding coefficient have to be increased. It is seen in Fig. 3 that at $h = d = 0.4$ mm, eight trajectories pass through

the entrance diaphragm. This corresponds to the ‘useful’ emission area of

$$S^* = \pi[\Delta r(8 - 1)]^2 \approx 1.4 \cdot 10^5 (\mu\text{m})^2.$$

The corresponding number of trajectories is ten at $h = 3d = 1.2$ mm, and the ‘useful’ area increases:

$$S^* = \pi[\Delta r(10 - 1)]^2 \approx 2.3 \cdot 10^5 (\mu\text{m})^2.$$

After choosing relative position of the emitter and lens end, calculations were done of how to transport and focus the beam by the lens. It was again implemented with the use of the program ‘Simion7’. The following values were taken as the initial calculation parameters: three potentials of focusing electrodes U_{L1} , U_{L2} and U_{L3} , and the retarding coefficient K_{dec} , the last being defined actually by the ratio of U_{LB} to U_p . It was accepted in the calculations that $U_p = -10$ V, and that the electrons leave the emitter surface normally to it with the initial energy $E_e = 20$ meV.

Before describing the calculation results, we note that the signal was detected at the analyzer



exit by the method of single electron recording with the use of a VEU-6 secondary-electron multiplier (SEM). In the multiplier, each incoming electron produces at the exit an electron avalanche which is recorded as an electric pulse. This means that each particular electron is recorded rather than an integral electric current. The unit of signal level is 'electrons per second' (el/s). Using the SEM allows, on the one hand, not to worry too much about the signal intensity because an emission peak can easily be recorded even if the top intensity does not exceed 300 – 500 el/s. But on the other hand, the SEM of the model mentioned above cannot work stably if the intensity exceeds 10^5 el/s. That is why, while choosing the best focusing modes, the emphasis was made not only on the output intensity but more on minimizing the beam divergence angle at the analyzer entrance (that is at the lens exit) equal to $2\Delta\alpha$. It was accepted that $\Delta\alpha$ should not exceed two degrees. Evaluations showed that in this case the aberration blurring in the analyzer

could be neglected as the ξ value in Eq. (1) was negligible.

Fig. 4 demonstrates typical deformations of the beam axial section inside the lens and near its exit when the potentials U_{L1} , U_{L2} and U_{L3} vary. Because of the beam axial symmetry, calculations were only made for a half of its section. The source data for the results presented in the figure are as follows: $U_{LB} = +300$ V, which means, in accordance with Eq. (4), that $K_{dec} = 31$; $d = h = 0.4$ mm; the diameter of the round output lens diaphragm, which at the same time is the analyzer input one, is $d_a = 0.6$ mm. The initial electron radial coordinates are $r_i = 2(i - 1) \mu\text{m}$, where i is the 'number' of an electron ($i = 1, 2, \dots, N$). So, the starting point coordinate step $\Delta r = 2 \mu\text{m}$, and opposite the upper half of the lens input diaphragm

$$N = d / (2\Delta r) + 1 = 101 \text{ particles}$$

start their flights, the first one moving along the axis.

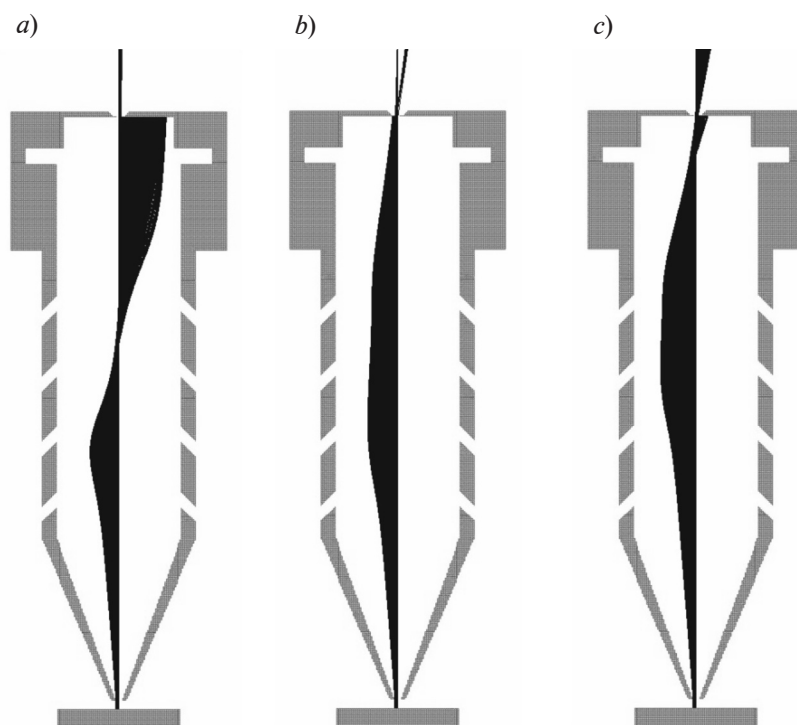


Fig. 4. Some calculated variants of the electron-beam focusing that depend on the given electrode potentials:

$U_{L1} = U_{L2} = -10$ V, $U_{L3} = 300$ V (a); $U_{L1} = U_{L2} = U_{L3} = 25$ V (b); $U_{L1} = 300$ V, $U_{L2} = U_{L3} = 30$ V (c). The rest parameters are taken constant being as follows: $U_p = 10$ V, $U_{LB} = 300$ V, $d = 0.4$ mm, $h = 0.5$ mm (see Fig. 1, b)

Fig. 4, *c* shows ‘strong’ focusing when about 50 % of the electrons whose starting points are opposite the entrance diaphragm (it means all the particles with $0 < r_i < d/2$) pass through the exit diaphragm. These focusing conditions, nevertheless, are not appropriate, and this does not occur because the intensity can be too much for the SEM. The problem is that the divergence angle $2\Delta\alpha$ at the exit exceeds 4° , and this will cause the blurring ξ comparable with the analyzer exit slit dimension Δx_2 .

Fig. 4, *b* shows one more variant of focusing which is inappropriate for carrying out the experiment. Now, the fact of the matter is that, after passing through the diaphragm, the beam appears to be split into two weaker beams, and the angle between them lies in the range of $10 - 15$ degrees. In such a case, instead of one single emission peak, two peaks or one double peak will be recorded.

In Fig. 4, *a*, the divergence angle of the beam after passing the exit diaphragm is very small, and anyway $2\Delta\alpha < 4^\circ$. The intensity of

the recorded beam I_{rec} makes approximately 4 % of the full emission current I_{full} of the electrons passing the entrance diaphragm of the lens. I_{full} was calculated as some part of the electrons passing through the lens. It is supposed meanwhile that the whole emissive area is equal to that of the entrance diaphragm. This would not be correct in the case of geometry in Figs. 3, *a* or *c*. But as d is approximately equal to h , which geometry corresponds to Fig. 3, *b*, the emitted electrons are accelerated at the early stage of their way by strong and practically plane field. This means that almost all the electrons emitted opposite the entrance diaphragm will pass it, and that almost no electrons emitted from out of this area will pass the entrance diaphragm. Thus, the relative intensity of the recorded electron flow can be evaluated as $I_{rec} / I_{full} = 4S_{em} / \pi d^2$.

Thin vertical lines in Fig. 5 show the calculated ranges of focusing corresponding to three accepted restrictions: $2\Delta\alpha < 4^\circ$; the beam at the exit is not split; $I_{rec} / I_{full} \geq 0.375$. Calculations

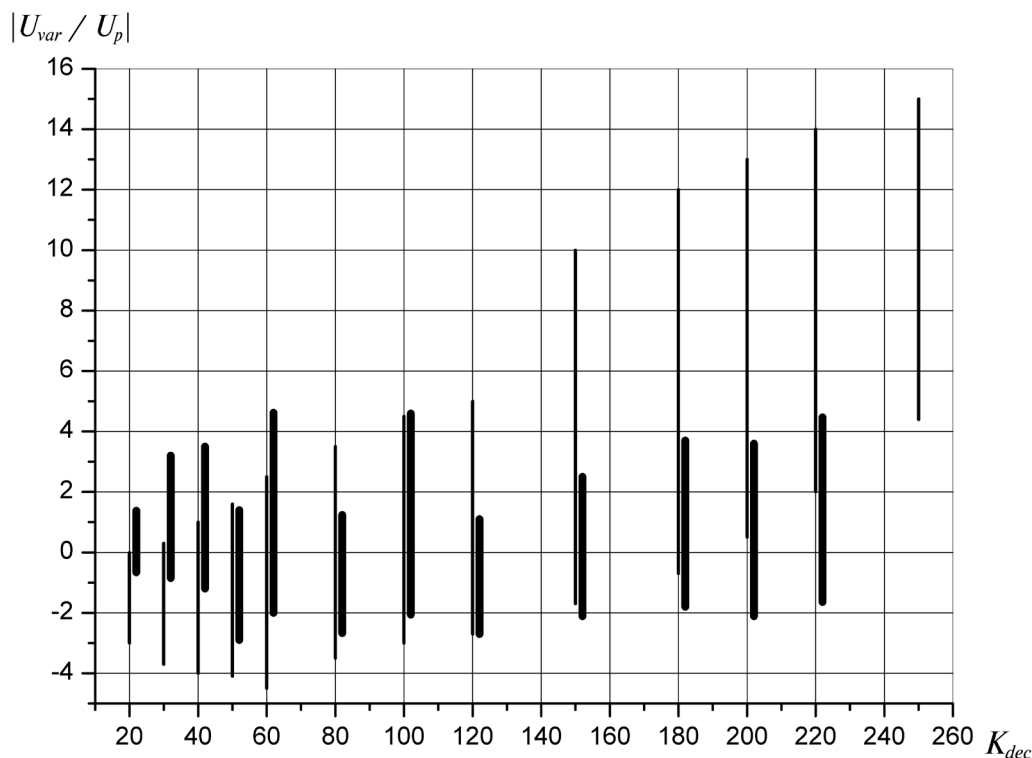


Fig. 5. The plots of the common variable potential U_{var} of the first and the second focusing electrodes ($U_{L1} = U_{L2} = U_{var}$, in terms of U_p) versus the retarding coefficient K_{dec} . The calculated (thin lines) and experimental (thick ones) ranges of focusing are presented. $2\Delta\alpha < 4^\circ$; $h = 0.7$ mm



were done under the following conditions:

the potential of the third focusing electrode was made equal to the lens body potential ($U_{L3} = U_{LB}$);

the first and the second focusing electrodes had common potential U_{var} which was varied with the idea to get the appropriate focusing of the lens. The abscissa is the retarding coefficient of the whole lens while the ordinate represents U_{var} in the units of $|U_p|$.

Under the described conditions, the bottom end of each interval of line corresponds to the beginning of the beam splitting (see Fig. 4, b). Above the top ends, $I_{rec} < 0.0375 I_{full}$. On average, for the whole range of K_{dec} , I_{rec} is more in the lower part of each interval, and the maximum of I_{rec} is as well shifted towards the lower values of $U_{var} = U_{L2} = U_{L3}$.

The focusing mode (see Fig. 5) provides a relatively high exit intensity I_{rec} . The 'saturation' of the SEM at signal levels exceeding 10^5 el/s makes it necessary (and this fact has been proved experimentally) to deliberately form relatively weak electron flows at the lens exit. One of the possible regimes of this sort has also been calculated. In this version, the first focusing electrode is electrically connected with the lens body ($U_{L1} = U_{LB}$) while the common variable potential is applied to the second and the third electrodes ($U_{var} = U_{L2} = U_{L3}$). In comparison with the previous regime, the output beam intensity is approximately 10 times less.

Even less exit intensity is achieved in the case of $U_{L1} = U_{L2} = U_{LB}$, $U_{L3} = U_{var}$. There exists, on the other hand, one more working mode possessing a bit wider intensity range. In this mode, the common ruling potential is applied to all the three focusing electrodes at once: $U_{var} = U_{L1} = U_{L2} = U_{L3}$.

Experimental test of the calculations

The tests of the calculations were carried out directly in the spectrometer vacuum chamber which had been made from 12X18H10T stainless steel, the residual gases pressure being held at the level from $7 \cdot 10^{-6}$ to $4 \cdot 10^{-5}$ Pa. To minimize the harmful influence from any strain magnetic fields including that of the Earth on the experiment, the spectrometer was placed inside Helmholtz coils. The measure-

ments, which were carried out while the proper Helmholtz coil currents were being chosen, proved that the residual magnetic induction B did not exceed $40 \mu\text{T}$ in the spectrometer volume, while B did not exceed $20 \mu\text{T}$ in the area of the top part of the electron trajectory inside the analyzer. The last fact is particularly important because the electron kinetic energy is minimal just in the mentioned area. Thus, the Earth's magnetic field, which is around $50 \mu\text{T}$ in Saint Petersburg, was reduced by a factor of 125 – 250.

A flat indirectly heated thermoemitter of reduced work function was used as a test unit. In case it was necessary to increase the emission level, an activation procedure was provided by means of heating the sample at approximately 800°C and simultaneously taking the emission current. Out of the activation process, the working emitter temperature was held at the level of $600 \leq T_e \leq 800^\circ\text{C}$.

The experiment was carried out at the following geometric parameters (see Fig. 1, b): $h \approx 0.6 - 0.8$ mm; $d = 0.4$ mm; $G = 1.0$ mm. It was difficult to determine accurately the value h for two reasons:

- (i) it was undesirable to touch emitting surface with a feeler;
- (ii) the cathode could have been deformed a little during its heating.

The input analyzer diaphragm was round of the diameter $d_a = 0.6$ mm, so Δx_1 in formulae (1) can be taken as 0.6 mm. The width of the rectangular slit in the analyzer output $\Delta x_2 = 0.2$ mm.

Thus, the resolving power R_{sp} of the whole spectrometer can easily be calculated. If E_{sp} is the electron energy at the lens entrance diaphragm

$$(E_{sp} = |(U_{LB} - U_p)e|),$$

then, in the case that the aberrational blurring ξ of the analyzer is negligible,

$$\begin{aligned} R_{sp} &= \frac{E_{sp}}{\Delta E} = \frac{|(U_{LB} - U_p)e|}{\Delta E} = \\ &= \frac{K_{dec} \cdot E_p}{\Delta E} = K_{dec} \cdot D \cdot \frac{X}{\Delta x_1 + \Delta x_2}. \end{aligned} \quad (5)$$

If, for example, $K_{dec} = 120$, then, in accordance with Eq. (5), $R_{sp} = 9 \cdot 10^4$ which means

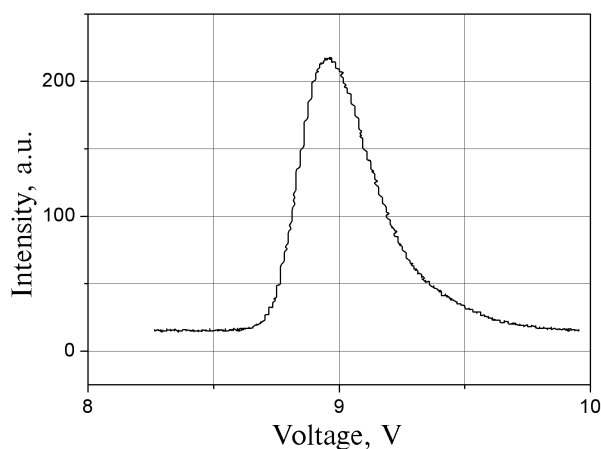


Fig. 6. A typical thermoemission spectrum which was taken from the initially cleaned emitter

that the calculated base resolving power exceeds the minimal required value by the factor of 4.5. Actually, if the geometric factors Δx_1 and Δx_2 are fixed, then ΔE only depends on E_p , and the K_{dec} value only specifies the voltage that should be applied to the lens entrance to elicit electrons from the emitter. For instance, at $E_p = 10$ eV, the absolute resolution ΔE of the spectrometer should be equal to 13.3 meV, no matter the value of U_{LB} .

Fig. 6 demonstrates a typical thermoemission spectrum measured from the sample under study (it had initially been well-cleaned by heating). Here, the abscissa V is the energy of the recorded electrons divided by the electron charge. The peak was recorded at $E_p = 9$ eV and $K_{dec} = 120$. It is asymmetric, the shape being determined by the Maxwell – Boltzmann distribution at the particular emitter temperature (approximately 700 K). Its FWHM is 335 meV, its left edge corresponds to the lowest emitted electrons while the right-hand part arises from the ‘tail’ of the distribution. The width of the left front is $\Delta E_{ff} \approx 130 - 150$ meV, which corresponds to the spatial distribution of the electrons at the surface at $T = 700$ K. The maximal peak intensity at the top is 22,000 el/s.

Recording peaks similar to the one described above gave rise to the general picture of typical operating parameters of the spectrometer that were acceptable for studying the emission spectra. As a comparison with the calculated parameters, thick lines in Fig. 5 show

the experimentally obtained focusing ranges. At any particular K_{dec} , the main criteria of whether a value $U_{var} = U_{L1} = U_{L2}$ was acceptable for spectra recording was the intensity of the peak, its shape staying unvaried. At the boundaries of each range, the intensity is half of its maximum. Because of the relatively high FWHM, peak splitting was not always observed but if it was, the corresponding part of the range was cut off. It can be seen in Fig. 5 that experimental data only partly overlap the theoretical one. One of the reasons for this is the difference in the corresponding criteria. Besides, stray fields, including the magnetic one produced by the heater, and stray electrostatic fields arising from the inhomogeneity of the analyzer and lens surfaces, could add their contributions as well. Nevertheless, the conclusion can be made up that it is possible to record the spectra of field-induced emission under the conditions which satisfy both experimentally and theoretically deduced criteria. Under these conditions, a narrow peak of field emission (it is expected to be narrow in comparison with the thermoemission peak) should not appear double, and at the same time it is supposed to be rather intensive. For instance, in the mode of Fig. 5, if $K_{dec} = 120$, then the common potential of the first and second lens electrodes can be varied from approximately $-2.5|U_p|$ to some $+0.5|U_p|$. If $K_{dec} = 220$, then the experimental and theoretical results overlap in the region

$$2|U_p| < U_{var} = U_{L1} = U_{L2} < 4.5|U_p|.$$

If, before spectra recording, the emitter had not been properly heated and as a result it had not been carefully cleaned from adsorbed impurities, the emission spectra were observed whose shapes were either a peak with a ‘shoulder’ or a double and even a triple peak. The fact that the peak splitting did not come from electron-optical conditions could easily be verified by just changing these conditions. Fig. 7 demonstrates how the shape of a spectrum changed with U_{LB} increasing. Increasing U_{LB} means, first of all, the growth of the field strength F on the emitter surface. At a relatively small F value, a single ‘shouldered’ peak was recorded, the shoulder being placed at the high-energy side, with the whole FWHM of approximately 1 eV (Fig. 7, curve 1 where

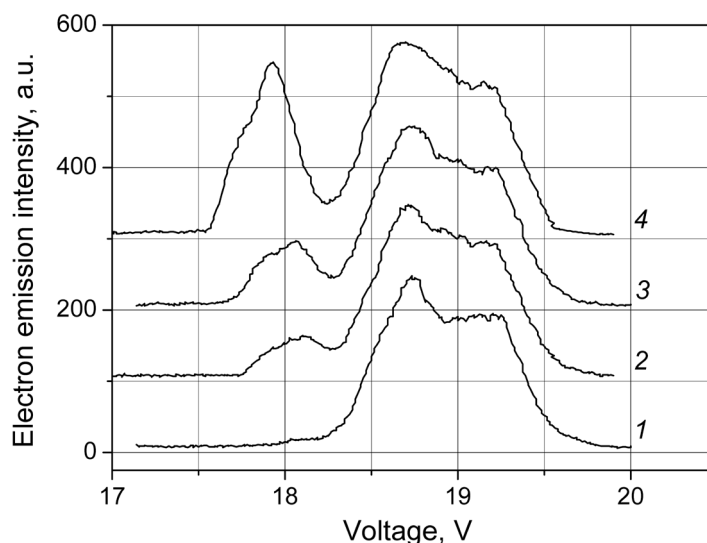


Fig. 7. Emission spectra changing with an increase in the field strength F , V/mm: ≈ 1170 (1), ≈ 1740 (2), ≈ 2300 (3), ≈ 2600 (4); the field strength was estimated near the emitter surface

$F \approx 1170$ V/mm). There can only be noticed a miniscule shoulder at the low-energy side. As the field strength grew (curve 2 where $F \approx 1740$ V/mm and 3 with $F \approx 2300$ V/mm in Fig. 7), the weak shoulder transformed to a noticeable peak, the FWHM of the rest of the spectrum staying practically unchanged. Finally, this low-energy peak became almost equal in intensity to the main shouldered peak (curve 4 where $F \approx 2600$ V/mm in Fig. 7). The whole energy range of the spectrum became equal to 2 eV with the distance between the two tops of approximately 700 meV.

The aim of this work was not to study thoroughly thermo- or field-emission of a multicomponent sample. That is why careful analysis of the reasons for spectra changing with F was not done. It should be noticed that the shape of the spectra changed rather significantly not only with F but when the sample temperature was varied, too. The spectrometric results shown here are only to demonstrate that the spectra recorded with the use of the novel spectrometer can reflect the dynamical processes taking place on the surface of a plane emitter.

Summary

A novel electron spectrometer has been made to study the low-voltage field emission

from the surfaces of nanostructured objects such as nanoporous carbon, carbon nanotubes, nanocarbon films and other carbon structures. Calculations showed that the resolving power of the apparatus could easily achieve the values of the order of 10^5 , the absolute energy resolution being of the order of 10 meV. This data was obtained through using a non-traditional high-dispersion energy analyzer with the enhanced dispersion $D \approx 12-13$, and a retarding lens system with the retarding coefficient variable in the wide range, up to 250 and more.

The working modes of the spectrometer were tested experimentally with the use of a thermoemitter as a sample. All the abilities of the new spectrometer cannot, of course, be proved while recording thermoemission spectra, because the last do not possess sharp singularities of about 10 meV in width. Nevertheless, emission peaks were recorded just in the calculated modes, and the physical phenomena taking place on the emitter surface were demonstrated to be reflected in the form of the recorded spectra.

Three working modes of the spectrometer have been revealed which are meant for strongly different levels of recorded signals. The minimal emission current at which spectra recording is possible is evaluated to be about 0.1 nA.

REFERENCES

- [1] V.B. Bondarenko, P.G. Gabdullin, N.M. Gnuchev, et al., Emissivity of powders prepared from nanoporous carbon, *Technical Physics*. 49 (10) (2004) 1360–1363.
- [2] A.A. Arkhipov, S.N. Davydov, P.G. Gabdullin, et al., Field-induced electron emission from nanoporous carbons, *Journal of Nanomaterials*. 2014 (2014) ID 190232, 9 p.
- [3] A.V. Eletskii, Carbon nanotube-based electron field emitters, *Phys. Usp.* 53(9) (2010) 863–892.
- [4] D.J. Jarvis, H.L. Andrews, C.L. Ivanov, et al., Resonant tunneling and extreme brightness from diamond field emitters and carbon nanotubes, *J. Appl. Phys.* 108(9) (2010) 094322.
- [5] S.Yu. Suzdal'tsev, V.Ya. Shanygin, R.K. Yafarov, Field-emission diode with tangential current take off from thin-film nanodiamond/graphite emitter, *Technical Physics Letters*. 37(6) (2011) 534–537.
- [6] S. Pandey, P. Rai, S. Patole, et al., Improved electron field emission from morphologically disordered monolayer graphene, *Appl. Phys. Lett.* 100 (4) (2012) 043104.
- [7] I.G. Kozlov, *Sovremennyye problemy elektronnoy spektroskopii* [Present-day problems of spectroscopy], Moscow, Atomizdat, 1978.
- [8] Yu.K. Golikov, S.N. Davydov, V.V. Korablev, *Elektronnyy spektrometr s monokhromatizatsiyey zondiruyushchego potoka i uvelichennoy ploshchady skanirovaniya obraztsa* [Electronic spectrometer with monochromatization of sounding flow and magnified area of sample scanning], *Pribory i tehnika eksperimenta*. No. 4 (1991) 143–148.
- [9] Yu.A. Kudinov, S.I. Fedoseenko, S.N. Davydov, et al., Measuring the energy distribution of slow photoelectrons with a high-dispersion analyzer, *Institution of Engineering and Technology*. 36 (4) (1993) 608–610.
- [10] S.N. Davydov, Yu.A. Kudinov, Yu.K. Golikov, et al., High-resolution electron energy analyser for angle-resolved spectroscopy, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* 72 (1995) 317–321.
- [11] Yu.K. Golikov, V.V. Korablev, S.N. Davydov, et al., Non-traditional systems of charged particle optics for electron spectroscopy and mass spectrometry, *Proc. of SPIE*. 4064 (2000) 58–79.
- [12] S.N. Davydov, P.G. Gabdullin, M.A. Ryumin, Apparatus for investigating physical nature of nanoporous carbon structure field emission, *Book of abstracts, 9-th Biennial International workshop "Fullerenes and Atomic Clusters"*. July 6–10 (2009) SPb, Russia, P.165.
- [13] S.N. Davydov, *Electrostatic systems of monochromatization and energy analysis of electron flows*, Ph. D. thesis, Leningrad Polytechnic Institute, 1989.

THE AUTHORS

BONDARENKO Vyacheslav B.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
phys-el@spbstu.ru

DAVYDOV Sergey N.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
Wearehappy2008@yandex.ru

GABDULLIN Pavel G.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
pavel-gabdullin@yandex.ru

GNUCHEV Nikolay M.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
gnuchev.nm@spbstu.ru

MASLEVTSOV Andrey V.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
phys-el@spbstu.ru



ARKHIPOV Anton A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

zuarhipanton@mail.ru

Бондаренко В.Б., Давыдов С.Н., Габдуллин П.Г., Гнучев Н.М., Маслевцов А.В., Архипов А.А. ЭЛЕКТРОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛЕВОЙ ЭМИССИИ НАНОСТРУКТУР.

Создан новый электронный спектрометр для исследования низкополевой эмиссии наноструктурированных объектов, в частности нанопористого углерода, нанотрубок и других углеродных структур. Высокая расчетная разрешающая способность прибора получена, в основном, за счет применения оригинального энергоанализатора с высокой дисперсией и замедления анализируемого потока электронов в десятки и сотни раз по энергии. Режимы работы спектрометра опробованы на эксперименте с использованием термоэмиттера в качестве тестового образца. В работе продемонстрировано также, что физические явления, происходящие на поверхности эмиттера, отражаются на виде регистрируемого спектра. Выявлено три режима работы прибора, рассчитанных на уровни эмиссии, отличающиеся друг от друга приблизительно на порядок. Минимальный ток эмиссии, при котором возможна регистрация спектра, составляет примерно 0,1 нА.

НИЗКОВОЛЬТНАЯ ПОЛЕВАЯ ЭМИССИЯ, АВТОЭМИССИЯ, ПОЛЕВАЯ ЭМИССИЯ НАНОСТРУКТУР, ВЫСОКАЯ РАЗРЕШАЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Бондаренко В.Б., Габдуллин П.Г., Гнучев Н.М. и др. Эмиссионные характеристики порошков из нанопористого углерода // ЖТФ. 2004. Т. 74. Вып. 10. С. 113–116.
- [2] Arkhipov A., Davydov S.N., Gabdullin P.G., et al. Field-induced electron emission from nanoporous carbons // Journal of Nanomaterials. 2014. Vol. 2014. Article ID 190232. 9 p.
- [3] Елецкий А.В. Холодные полевые эмиттеры на основе углеродных нанотрубок // УФН. 2010. Т. 180. Вып. 9. С. 897–930.
- [4] Jarvis D.J., Andrews H.L., Ivanov, C.L. et al. Resonant tunneling and extreme brightness from diamond field emitters and carbon nanotubes // J. Appl. Phys. 2010. Vol. 108. No. 9. P. 094322.
- [5] Суздальцев С.Ю., Шаныгин В.Я., Яфarov P.K. Исследование автоэмиссионного диода с тангенциальным токоотбором из тонкопленочного наноалмазграфитового эмиттера // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. Вып. 11. С. 91–98.
- [6] Pandey S., Rai P., Patole S., et al. Improved electron field emission from morphologically disordered monolayer grapheme // Appl. Phys. Lett. 2012. Vol. 100. No. 4. P. 043104.
- [7] Козлов И.Г. Современные проблемы электронной спектроскопии. М.: Атомиздат, 1978, 248 с.
- [8] Голиков Ю.А., Давыдов С.Н., Кораблев В.В. Электронный спектрометр с монохроматизацией зондирующего потока и увеличенной площадью сканирования образца // Приборы и техника эксперимента. 1991. № 4. С. 143–148.
- [9] Kudinov Yu.A., Fedoseenko S.I., Davydov S.N., et al. Measuring the energy distribution of slow photoelectrons with a high-dispersion analyzer // Institution of Engineering and Technology. 1993. Vol. 36. No. 4. Pp. 608–610.
- [10] Davydov S.N., Kudinov Yu.A., Golikov Yu.K., et al. High-resolution electron energy analyser for angle-resolved spectroscopy // J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 1995. Vol. 72. Pp. 317–321.
- [11] Golikov Yu.K., Korablev V.V., Davydov S.N., et al. Non-traditional systems of charged particle optics for electron spectroscopy and mass spectrometry // Proceedings of SPIE. 2000. Vol. 4064. Pp. 58–79.
- [12] Davydov S.N., Gabdullin P.G., Ryumin M.A. Apparatus for investigating physical nature of nanoporous carbon structure field emission // Book of abstracts. 9-th Biennial International workshop “Fullerenes and Atomic Clusters”. July 6–10, 2009. SPb, Russia. P. 165.
- [13] Давыдов С.Н. Электростатические системы монохроматизации и анализ энергии электронных потоков. Дис. канд. физ.-мат. наук. Ленинград: ЛПИ им. М.И. Калинина, 1989.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

БОНДАРЕНКО Вячеслав Борисович — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физической электроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
phys-el@spbstu.ru

ДАВЫДОВ Сергей Николаевич — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физической электроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
Wearehappy2008@yandex.ru

ГАБДУЛЛИН Павел Гарифович — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физической электроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
pavel-gabdullin@yandex.ru

ГНУЧЕВ Николай Михайлович — доктор физико-математических наук, профессор кафедры физической электроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
gnuchev.nm@spbstu.ru

МАСЛЕВЦОВ Андрей Вадимович — заведующий лабораторией кафедры физической электроники Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
phys-el@spbstu.ru

АРХИПОВ Антон Андреевич — студент Института прикладной математики и механики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
zuarhipanton@mail.ru

DOI: 10.5862/JPM.253.10

УДК 61:577.3; 004.415.2.031.43

А.А. Иванов, А.В. Кутузов, Л.А. Криворучко

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

РАЗМЕРНОСТИ АТТРАКТОРОВ ДЕТЕРМИНИРОВАННЫХ СЛАГАЕМЫХ АДДИТИВНОЙ МОДЕЛИ СИГНАЛОВ, РЕГИСТРИРУЕМЫХ В ТРАНСКРАНИАЛЬНОЙ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ДОПЛЕРОГРАФИИ

Разработаны алгоритм и математическое обеспечение для исследования аттракторов гармоник, формирующих пульсовую волну в сигналах, которые регистрируются в ходе доплерографического обследования внутримозгового кровообращения в организме человека. Приведены оценки корреляционной размерности этих аттракторов. Оценки получены в результате анализа реальных клинических данных для двух различных состояний обследуемых: полного покоя и в процессе тестирования на гипоксию.

МОДЕЛЬ ДИНАМИЧЕСКОГО ХАОСА, КОРРЕЛЯЦИОННАЯ РАЗМЕРНОСТЬ АТТРАКТОРА, ЦЕРЕБРАЛЬНАЯ ГЕМОДИНАМИКА, АЛГОРИТМ.

Введение

Транскраниальная ультразвуковая доплерография — это неинвазивная методика, с помощью которой изучают состояние систем регуляции внутримозгового кровообращения в организме человека. Суть ее состоит в том, что с помощью импульсных ультразвуковых сигналов исследователь имеет возможность регистрировать линейную скорость кровотока (ЛСК) в магистральных артериях мозга. Как правило, ЛСК регистрируют одновременно с динамикой системного артериального давления (АД). Затем эти данные используют для того, чтобы оценить состояние системы регуляции внутримозгового кровообращения.

Первым шагом при регистрации какого-либо физиологического показателя является попытка найти набор информативных признаков — вектор, элементы которого определяют положение системы в ее фазовом пространстве. Такое описание физиологического состояния организма позволяет впоследствии сделать следующий шаг

на пути от категориальных оценок к количественным — построить математические модели, более сложные по своей структуре. Однако они более содержательны и легко интерпретируемы специалистами предметной области. Например, физиологи и кардиологи, изучая механизм иннервации сердечной мышцы, перешли, наконец, от методов последовательной бинарной классификации электрокардиограммы (ЭКГ) на основе ряда характерных паттернов (например, зубцов P , Q) или их сочетаний (PQS) к анализу ЭКГ методами теории динамических систем и стохастическими методами теории случайных функций [1].

Подобным образом дело обстоит и с изучением системы кровообращения методами доплерографии. В тех случаях, когда обследуются пациенты с серьезными патологиями, опытные специалисты способны уже при регистрации сигналов поставить по их виду предварительный диагноз. Более тщательное обследование требует и более тонких подходов, а значит, и более сложных математических моделей исследу-

емых систем. В современной кардиологии размерности аттракторов, оценки которых получают в ходе анализа ЭКГ, уже давно пытаются интерпретировать как скалярную характеристику состояния системы иннервации миокарда. Ряд функциональных и органических патологий мозга удалось диагностировать только на основе оценок корреляционных интегралов и корреляционной размерности аттракторов, построенных в ходе анализа электроэнцефалограмм.

В связи с изложенным выше, нам хотелось бы подчеркнуть, что в настоящей работе мы не предлагаем конкретной методики, которую можно было бы непосредственно предложить практикующим клиницистам. В данном случае мы касаемся скорее вопросов методологии.

Дело в том, что в ходе исследований квазипериодических сигналов вопросы выбора адекватного метода их анализа тесно связаны с выбором априорной модели для самого сигнала (либо процесса). Если ограничиться наиболее популярными и (как полагают применяющие их исследователи) универсальными решениями, то, прежде всего, это методы спектрального анализа. Оценки спектра получают, анализируя как стационарные, так и нестационарные случайные процессы; к ним прибегают и в ходе изучения динамических систем. Однако такие оценки не позволяют найти ответ на один из самых существенных вопросов: имеют ли эти квазипериодические сигналы случайный характер или здесь наблюдается хаотическая динамика системы со сравнительно небольшим числом степеней свободы.

В своем исследовании мы попытались отыскать ответы именно на такие вопросы и руководствовались соображениями, что именно сердечные сокращения определяют, в конечном счете, основные изменения квазипериодических составляющих ЛСК в сосудах, а значит и в артериях, которые снабжают мозг кровью. Следовательно, изучение тех периодических составляющих, гармоник в спектре регистрируемой ЛСК, частоты которых ν_d соизмеримы с частотой сердечных сокращений или кратны ей, представляет интерес для широкого

круга специалистов. Еще раз заметим, что эти гармоники вносят наибольший вклад в мощность регистрируемых сигналов и наиболее существенные изменения в регистрируемую ЛСК.

Следующее предположение, на котором построен наш алгоритм анализа ЛСК, состоит в том, что вышеупомянутые периодические составляющие с частотами ν_d — это проекции траекторий динамической системы и указанные траектории демонстрируют свойства детерминированного хаоса. Условия проведения доплерографического обследования таковы, что обследуемый организм находится в состоянии практически полного покоя. Частота его сердечных сокращений изменяется незначительно, по крайней мере, в течение нескольких десятков секунд. В то же время иерархически организованная система регуляции кровообращения не может не проявлять себя на частотах ν_d . Эту гипотезу мы также попытались проверить в ходе нашего исследования.

В настоящее время одной из востребованных методик анализа сигналов, регистрируемых в ходе исследований медико-биологических систем, является построение оценки корреляционной размерности D_2 аттракторов этих систем в их фазовых пространствах [2]. Указанная скалярная характеристика уже сама по себе может служить критерием в решающих правилах, построенных для идентификации различных физиологических состояний исследуемой системы. По этой причине в настоящей работе мы сделали акцент на алгоритме и математическом обеспечении для оценки корреляционной размерности аттракторов гармоник (их спектральной мощности), которые вносят наибольший вклад в мощность регистрируемых сигналов.

Основное внимание уделено анализу оценок плотности спектральной мощности сигналов, а не самих траекторий сигналов по двум причинам.

Во-первых, аналоговый сигнал, поступающий на вход аналого-цифрового преобразователя (АЦП), не обеспечивает достаточно широкого динамического диапазона ординат на выходе АЦП. Это свойство не



самого аналогового сигнала, а скорее процедуры калибровки аппаратного обеспечения непосредственно перед началом сеанса. Аппаратура калибруется таким образом, чтобы предвосхитить нестационарные эффекты, обнаруживающие себя в ходе регистрации сигнала. Другими словами, перед началом сеанса прибор калибруется так, чтобы будущие (в ходе сеанса) существен-

ные изменения среднего уровня сигнала не приводили бы к выходу сигнала за пределы заданного диапазона напряжений. Как следствие, в ходе обработки исходного сигнала мы получали многочисленные артефакты; для большинства значений параметров алгоритма не удавалось получить оценки корреляционной размерности.

Во-вторых, обработка сигнала в частот-

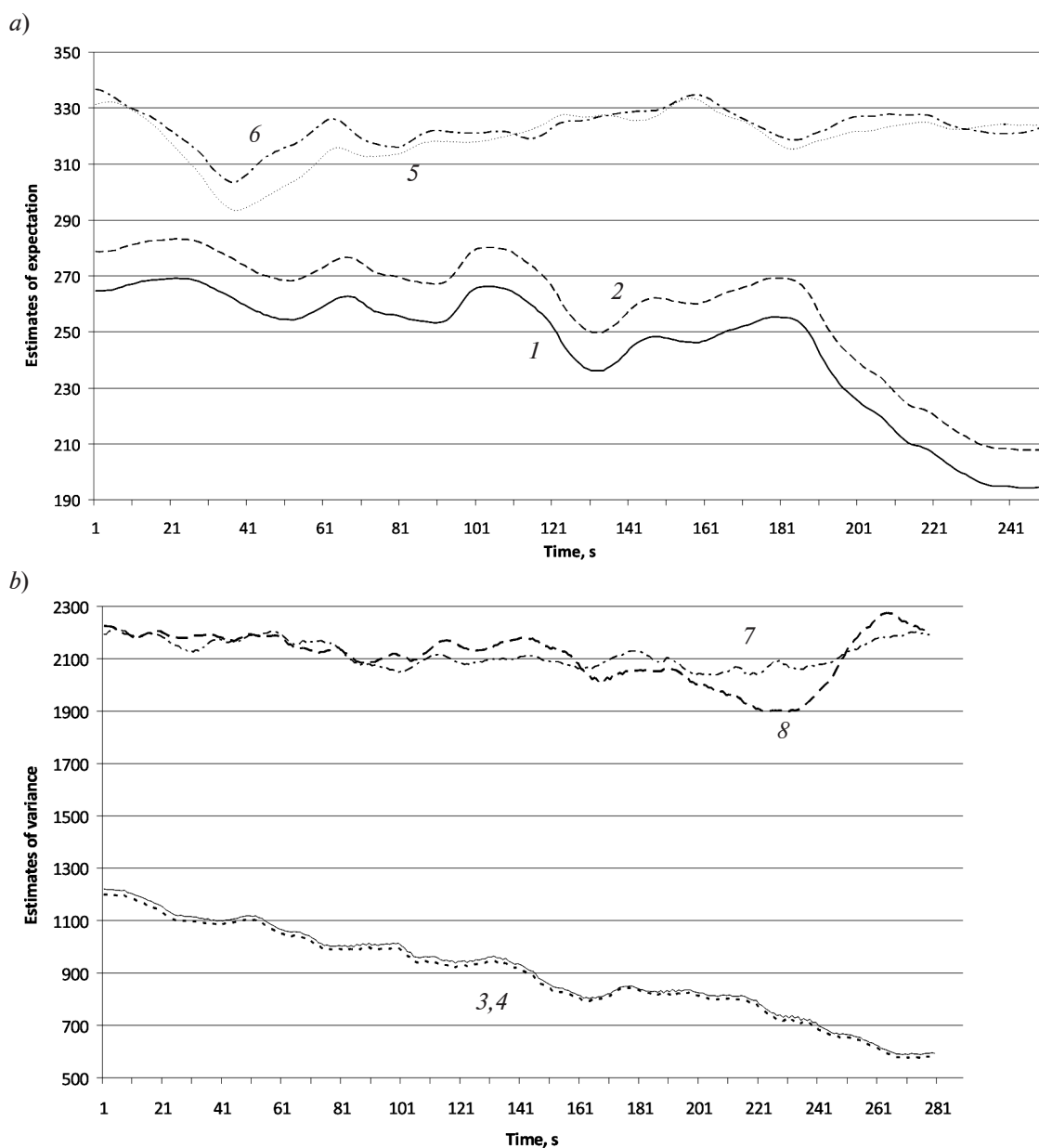


Рис. 1. Оценки первой (а) и второй (б) моментных функций сигналов ЛСК, зарегистрированных левым (BFVl, нечетные номера кривых) и правым (BFVr, четные номера) доплеровскими датчиками в ходе обследований здорового добровольца; даны результаты первого сеанса (1 – 4) и второго (5 – 8), проведенного через полгода

ной области существенно проще. Алгоритмы фильтрации и устранения высокочастотного шума в частотной области хоть в какой-то мере обеспечивают робастность финальных оценок.

Постановка задачи

Прежде всего, следует отметить, что все регистрируемые сигналы представляют собой траектории нестационарных процессов. Эти процессы не стационарны в отношении как первой моментной функции (математического ожидания), так и меры рассеяния ординат. На рис. 1, *a* и 2, *a* приведены оценки первой моментной функции для типичных сигналов, зарегистрированных в ходе обследования здорового добровольца и пациента с патологиями внутримозгового кровообращения. На рис. 1, *b* и 2, *b* при-

ведены оценки второй моментной функции для этих же сигналов.

Отсылаем читателя к нашей предыдущей работе [3], где эти свойства оценок ЛСК и АД обсуждаются более подробно.

Мы рассматриваем исследуемые процессы как композицию случайных и детерминированных составляющих. Разделение слагаемых, если рассуждать об этой композиции как об аддитивной модели сигнала, — это самостоятельная задача. Изучаемый процесс имеет квазипериодический характер, причем периодическая составляющая, по всей видимости, имеет детерминированный характер. Случайные составляющие мы можем отнести к классу нестационарных и/или квазистационарных случайных процессов. С точки зрения программно-аппаратной реализации алгоритма регистрации, сигнал —

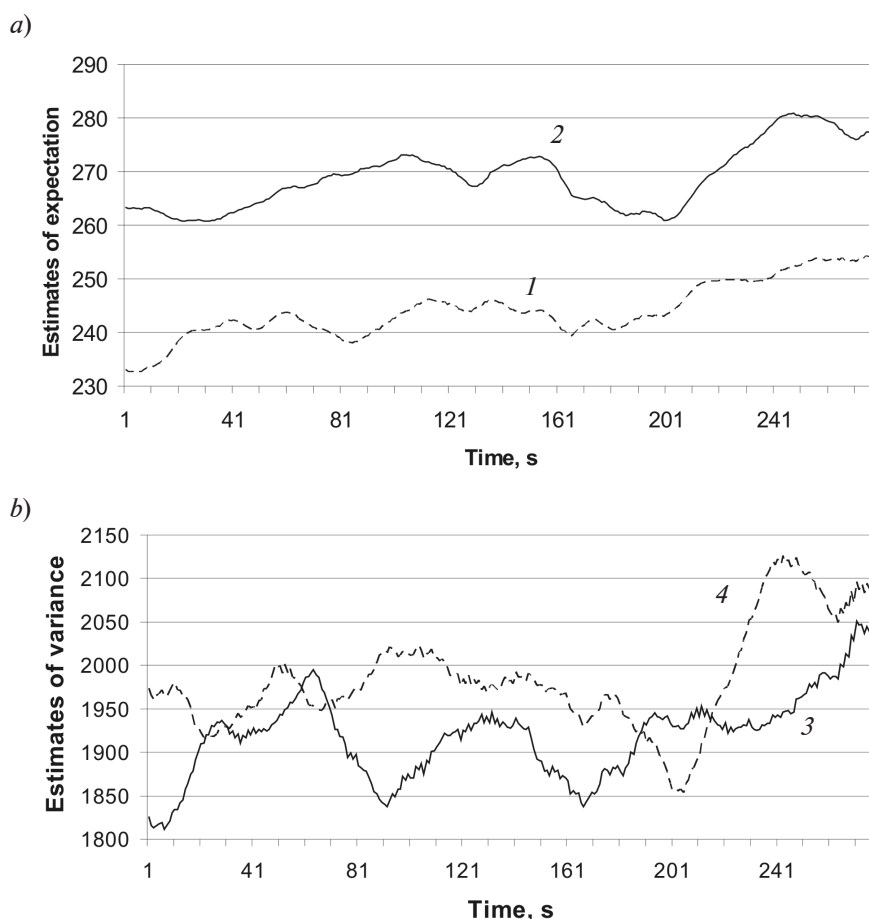


Рис. 2. Такие же оценки функций сигналов ЛСК (см. рис. 1), полученные в ходе обследований пациента с патологиями внутримозгового кровообращения. Представлены результаты одного сеанса



это процесс $X^{ind}(t)$ с дискретным аргументом $t \in Z_+$ ($Z_+ = 0, 1, 2, \dots$), или, другими словами, это временной ряд. Верхний индекс $ind \in \{BFVl, BFVr, BP\}$. Семантика элементов этого множества, как и в предыдущих наших работах, следующая [3]:

BFVl, BFVr — линейные скорости кровотока, зарегистрированные левым (left) и правым (right) доплеровскими датчиками; BP — артериальное давление, зарегистрированное с помощью датчиков CNAP (Continuous Noninvasive Arterial Pressure), датчики фиксируются на левой руке (A. Digitalis).

В последующем изложении аргумент t фигурирует как индекс ординаты процесса. В тех случаях когда необходимо воспользоваться аргументом, имеющим размерность, т. е. определить в секундах моменты времени, которым соответствуют конкретные ординаты процесса $X^{ind}(t)$, достаточно разделить индексы этих ординат на частоту дискретизации АЦП.

В исследованиях, результаты которых приводятся в настоящей работе, восьми-канальный АЦП обеспечивал 125 ординат в секунду по каждому каналу (напомним, что в ходе обследования регистрировались как минимум две оценки ЛСК и динамика АД).

В качестве исходной примем следующую аддитивную модель плотности спектральной мощности (или периодограммы) регистрируемого сигнала $X^{ind}(t)$ на его участке p_j^{ind} длины T :

$$I_{p_j^{ind}}^{ind} = I_{p_j^{ind}}^{ind}(0) + \sum_{v_d} I_{p_j^{ind}}^{ind}(v_d) + \sum_{v_s} I_{p_j^{ind}}^{ind}(v_s), \quad (1)$$

где

$$I(v) = \frac{1}{N+1} \left| \sum_{t=0}^N X(t) e^{ivt} \right|^2;$$

$$I_{p_j^{ind}}^{ind}(v) = \frac{1}{T} \left| \sum_{t \in [t(p_j^{ind}), t(p_j^{ind})+T-1]} X^{ind}(t) e^{ivt} \right|^2$$

— оценка плотности спектральной мощности для гармоники частоты v ; T — длина участка, на котором построена оценка; v_d, v_s — частоты детерминированных и стохастических гармоник соответственно; $I_{p_j^{ind}}^{ind}(0)$ — оценка плотности спектральной мощности, соответствующая оценке пер-

вой моментной функции сигнала на этом p_j^{ind} -м участке длины T .

Длина T выбиралась таким образом, чтобы относительные изменения второй моментной функции оценки плотности спектральной мощности гармоник с частотами v_d на таких участках не превышали нескольких процентов (т. е. чтобы первые две значащие цифры оценки дисперсии были инвариантны).

Напомним (см. [3]), что множество $\{p_j^{ind}\}$, построенное нами таким образом, удовлетворяет следующему условию:

$$p_j^{ind} : \bigcup_j p_j^{ind} = X^{ind}(t), p_j^{ind} = \\ = \{X^{ind}(t) : t \in [t(p_j^{ind}), t(p_j^{ind}) + T]\},$$

где $t(p_j^{ind})$ — смещение участка p_j^{ind} по отношению к началу траектории $X^{ind}(t)$.

В данном исследовании мы начали с построения этих участков как пересекающихся подмножеств $X^{ind}(t)$ последовательным сдвигом на 125 точек (1 с) вдоль траектории $X^{ind}(t)$ окна размером в $T = 1000$ точек (8 с). Затем мы повторили оценивание, выполнив построение пересекающихся подмножеств $X^{ind}(t)$ последовательным сдвигом на 125 точек (1 с) вдоль траектории $X^{ind}(t)$ окна размером в $T = 4000$ точек (32 с).

Для построения состоятельных и асимптотически несмещенных оценок (1) в нашем программном обеспечении реализован метод непараметрического усреднения (метод Уэлча).

Стохастические гармоники мы рассматриваем как физически осуществимый белый шум, который безусловно несет какую-то информацию об исследуемой системе, но ее интерпретация в настоящее время не представляется возможной. Поэтому для выделения из периодограммы детерминированных слагаемых, соответствующих гармоникам с частотами v_d , потребовалось скорректировать зарегистрированный сигнал, а затем построить оценку периодограммы и отфильтровать стохастические слагаемые, соответствующие частотам v_s .

Далее мы будем опускать и верхний ($ind \in \{BFVl, BFVr, BP\}$), и нижний (p_j^{ind}) индексы, если в нашем изложении модель

распространяется на каждый из временных рядов и на каждый их участок.

Корректировка исходного сигнала и фильтрация стохастических слагаемых

Алгоритм устранения из сигнала детерминированной составляющей, обеспечивающий в результате исключение слагаемого $I(0) \ T = 1000$ из модели (1), был изложен нами в статье [3].

Здесь мы более подробно остановимся лишь на алгоритме фильтрации стохастических слагаемых. Они составляют большую часть спектра скорректированных сигналов. Фильтрация этих гармоник осуществляется нашим программным обеспечением с помощью решающего правила, в основу которого положена проверка статистической гипотезы о согласии с равномерным распределением фиксированного подмножества оценки плотности спектральной мощности сигнала (траектории $X^{ind}(t)$). Мы упорядочиваем множество

$$\{I(v)\}, v \in \{1, [N / 2]\}$$

(квадратные скобки выражают операцию получения целой части своего аргумента) и получаем выборку

$$\{I^{(n)}\}, n \in \{1, [N / 2]\}, I^{(n)} > I^{(n+1)},$$

сохраняя биекцию между индексами n и частотами v .

Затем из выборки $\{I^{(n)}\}$ последовательно, начиная с $n = 1$, исключаем ее элементы и проверяем сложную статистическую гипотезу (H_0), о согласии оставшейся части выборки $\{I^{(n)}\}$ с равномерным распределением. В основе решающего правила для проверки H_0 лежит вычисление статистики Морана [4].

Гипотеза проверяется при уровне значимости 0,05. Табл. 1 иллюстрирует процесс фильтрации стохастических слагаемых согласно этому алгоритму.

В каждой строке таблицы представлены первые 16 оценок плотности спектральной мощности, полученные нами для более чем двух десятков смежных участков p_j^{BFV} траектории сигнала, зарегистрированного с помощью левого доплеровского датчика в ходе обследования здорового добровольца.

В ячейках таблицы указаны частоты гармоник в герцах. Отношение порядка элементов в пределах каждой строки определяет вклад мощности этих гармоник в мощность сигнала в порядке убывания, т. е. гармоники расположены в каждой строке в порядке убывания оценок их мощности. Серым фоном выделены частоты $\{v_d\}$, соответствующие детерминированным слагаемым; на белом фоне – часть стохастических слагаемых (подмножество $\{v_s\}$), которые попали в подмножество оценок, представленных в табл. 1.

Далее мы рассматриваем в качестве детерминированных слагаемых аддитивной модели (1) те элементы подмножества $\{I^{max}\} \subset \{I^{(n)}\}$, которые были последовательно удалены из выборки $\{I^{(n)}\}$, чтобы нулевая гипотеза о согласии $\{I^{(n)}\} \setminus \{I^{max}\}$ с равномерным распределением не отвергалась.

Воспользуемся биекцией между индексами n и следующими частотами v_d :

$$\{v_d\} = \{0,750, 0,875, 1,0, 1,125\} \cup \\ \cup \{1,875, 2,0\} \cup \{2,750, 2,875, 3,0\};$$

получаем соответствующие им оценки плотности спектральной мощности для каждого анализируемого участка p_j^{ind} зарегистрированного сигнала.

Следует отметить, что для детерминированных слагаемых мы, как правило, получали в частотной области три непересекающихся подмножества:

$$\{0,750, 0,875, 1,0, 1,125\}, \\ \{1,875, 2,0, 2,125, 2,250\} \\ \{2,750, 2,875, 3,0, 3,125\}.$$

Они соответствуют частоте сердечных сокращений (элементы первого подмножества) или почти кратны ей. Для каждого из этих подмножеств мы проводили анализ размерности аттракторов как отдельных гармоник, вносящих наибольший вклад в спектральную мощность сигнала на этом участке, так и различных сочетаний гармоник, принадлежащих этому подмножеству. Кроме того, нами были построены оценки и для различных сочетаний гармоник (парно) из различных подмножеств. При



Таблица 1

Пример результатов фильтрации стохастических слагаемых

1,000	0,875	2,000	1,875	3,000	2,875	2,750	1,125	0,750	1,750	0,125	3,125
1,000	0,875	1,875	2,000	3,000	2,875	2,750	1,125	0,750	1,750	0,125	3,125
1,000	0,875	1,875	2,000	2,875	3,000	1,125	2,750	0,750	1,750	0,125	0,250
1,000	0,875	1,875	2,000	2,875	3,000	0,750	1,125	2,750	1,750	0,125	1,250
1,000	0,875	1,875	2,000	2,875	3,000	1,125	0,750	2,750	1,750	0,125	2,625
1,000	0,875	1,875	2,000	2,875	0,750	1,125	2,750	3,000	1,750	0,125	2,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,000	2,750	1,125	0,750	3,000	1,750	0,125	2,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,000	2,750	0,750	1,125	3,000	1,750	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	2,000	1,125	0,750	3,000	1,750	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	2,000	0,750	1,125	1,750	3,000	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,750	2,875	1,125	2,000	0,750	1,750	3,000	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,750	2,875	0,750	1,125	2,000	1,750	3,000	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,750	2,875	1,125	0,750	2,000	1,750	3,000	0,125	3,625
0,875	1,000	1,875	2,750	2,875	0,750	1,125	2,000	1,750	3,000	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,750	2,875	1,125	0,750	2,000	3,000	1,750	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,750	2,875	0,750	1,125	2,000	1,750	3,000	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	1,125	0,750	2,000	3,000	1,750	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	0,750	1,125	2,000	3,000	1,750	3,625	0,125
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	0,750	1,125	2000	3,000	1,750	3,625	0,125
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	0,750	2,000	1,125	3,000	1,750	3,625	0,125
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	2,000	1,125	0,750	3,000	1,750	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	1,125	0,750	2,000	1,750	3,000	0,125	3,625
1,000	0,875	1,875	2,875	2,750	1,125	2,000	0,750	3,000	1,750	3,625	0,125

Примечания. 1. В ячейках таблицы указаны частоты гармоник в герцах.

2. Сигналы зарегистрированы с помощью левого доплеровского датчика (BFV), в ходе обследования здорового волонтера.

этом мы преследовали единственную цель — обнаружить значимые различия оценок размерности аттракторов детерминированных слагаемых (1) для двух различных физиологических состояний.

Алгоритм оценивания корреляционной размерности детерминированных слагаемых

Обобщенная размерность D_q аттрактора системы в ее фазовом пространстве определяется по Реньи [5] как

$$D_q = \frac{1}{q-1} \cdot \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\ln \sum_{i=1}^N p_i^q(\varepsilon)}{\ln \varepsilon},$$

где $p_i(\varepsilon)$ — вероятность попадания ордина-

ты траектории системы в i -ю ячейку (кубик с длиной ребра, равной ε) ее фазового пространства; N — число таких ячеек как функция ε ; q — параметр, определяющий, какая конкретно оценка размерности нам требуется.

Очевидная связь такого определения со случайной мерой, заданной на множестве ординат процесса в его фазовом пространстве, позволяет достаточно просто пояснить смысл такой оценки при $q = 2$. Это корреляционная размерность, которая характеризует вероятностную связь между двумя ординатами траектории процесса.

На практике для построения оценки корреляционной размерности используют

следующее определение:

$$D_2 = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\ln C(\varepsilon)}{\ln \varepsilon},$$

где $C(\varepsilon)$ — корреляционный интеграл вида

$$C(\varepsilon) = \frac{\sum_{i,j=1}^{N_\varepsilon} H(\varepsilon - \|x_i - x_j\|)}{N_\varepsilon^2}, \quad (2)$$

причем $\{x_i\}, \forall i \in \{1, 2, \dots, N_\varepsilon\}$ — реконструированный или восстановленный аттрактор динамической системы; N_ε — мощность множества $\{x_i\}$ (параметр алгоритма оценивания размерности аттрактора).

Согласно теореме Такенса [6], ставшей уже классической, аттрактор динамической системы, одна из проекций траектории которой регистрируется в эксперименте, имеет те же метрические свойства, что и восстановленный аттрактор, построенный на основе этой проекции.

Конструктивно восстановленный аттрактор определяется как

$$x_i = (I_{p_i^{ind}}(v), I_{p_i^{ind} + \tau}(v), \dots, I_{p_i^{ind} + \tau(m-1)}(v)), \\ \forall i \in \{p_i^{ind}\},$$

где m — размерность лагового пространства, или пространства вложения (параметр алгоритма оценивания размерности аттрактора).

На основе оценок спектральной плотности гармоник из множества $\{v_d\}$ мы строим восстановленный аттрактор как множество m -мерных векторов $\{x_i\}$. Элементы каждого вектора x_i получены как подмножество из m равноотстоящих оценок спектральной плотности выбранной гармоник. Расстояние τ между ними (время задержки) — это еще один параметр алгоритма оценивания размерности аттрактора.

Единого критерия выбора параметров $\varepsilon, N_\varepsilon, m, \tau$ не существует. Авторы работ, в которых получены конкретные оценки размерностей аттракторов различных характеристик медико-биологических систем, практически единодушны в том, что априори можно указать лишь домен $K \subset R^4$ возможных значений этих параметров. Оценки D_2 можно затем получить в качестве решения задачи о нахождении локального

оптимума на этом компакте K из четырехмерного евклидова пространства.

Задача определения домена допустимых значений величины задержки τ решалась нами в следующей последовательности.

1. Сначала мы оценили первые корни автоковариационных функций анализируемых временных рядов $\{I_{p_i^{ind}}(v)\}, \forall v \in \{v_d\}$. Эти корни можно использовать в качестве супремума домена допустимых значений τ . Инфимум мы выбрали равным единице, руководствуясь теми же соображениями, что и авторы статьи [7]. В ходе анализа реальных данных установлено, что оптимальные оценки τ локализованы в окрестности инфимума.

2. При выборе домена допустимых значений размерности вложения (лагового пространства) m , мы исходили из тех соображений, что аттракторы исследуемых нами динамических систем почти наверное являются мультифракталами. Следовательно, важно выбрать прежде всего супремум для этого домена значений. Наш первоначальный алгоритм построения оценки этого супремума был реализацией хорошо известного алгоритма k ближайших соседей (k -nearest neighbors algorithm, k -NN) [8]. Доставляемые им оценки $m \sim 20$ в ходе последующего анализа реальных данных были снижены вдвое. В нашем алгоритме $m \in \{1, 2, \dots, 10\}$. При обсуждении результатов мы покажем, что такой компакт вполне адекватен нашим реальным данным, так как оценки размерности аттракторов не превышали его медиану.

3. При построении домена допустимых значений ε критичным является его инфимум. Именно он определяет дисперсию оценки D_2 . Если провести рассуждение на языке геометрии, то при слишком малых значениях инфимума ε мы получаем большое количество равных нулю ординат оценки $C(\varepsilon)$. Причина состоит в том, что при малом количестве ординат (малое количество участков p_j^{ind} , на которых выполнялось оценивание) числитель оценки из интеграла (2), а именно

$$\sum_{i,j=1}^{N_\varepsilon} H(\varepsilon - \|x_i - x_j\|),$$



обращается в нуль для большого множества значений ε . Как следствие, для таких значений ε мы не можем получить оценку $C(\varepsilon)$, т. е. вынуждены иметь дело с данными, которые в теории оценивания называют данными с пропусками.

Поскольку для получения оценки D_2 требуется идентифицировать ту область значений ε , где достигается плато зависимости $\ln C(\varepsilon)$ от $\ln \varepsilon$, получаемые оценки $C(\varepsilon)$ (см. выражение (2)) с пропусками (мы трактуем как пропуски те точки, в которых оценки $C(\varepsilon)$ не были получены) увеличивают дисперсию оценки D_2 . В ходе исследования мы остановились на следующем компакте: $\varepsilon \in [0,1, 1]$, шаг был выбран порядка 0,02. При меньших значениях инфимума и/или шага возникает вышеуказанная проблема оценивания D_2 по данным с пропусками.

После того, как мы определили домен допустимых значений ε , выбрать домен для N_ε не составляло труда, поскольку в подавляющем большинстве случаев нам пришлось анализировать практически весь ряд оценок, которые мы получали по всей траектории процесса. Здесь мы столкнулись с фундаментальной проблемой, когда при огромных объемах входных данных (количество зарегистрированных ординат сигнала $\sim 10^5 - 10^6$) мы, тем не менее, не можем располагать достаточным количеством информации для изучения размерности аттракторов.

4. Заключительный этап алгоритма построения оценки D_2 — это осреднение оценок $D_2(\varepsilon)$. Вычислив D_2 для каждого $m \in \{2, 3, \dots, 10\}$ и $\varepsilon \in [0,1, 1]$, получим зависимости D_2 от ε , m , геометрическое представление которых — так называемый график Раппа (рис. 3). Он позволяет получить финальную оценку $\hat{D}_2$ посредством осреднения $D_2(\varepsilon)$ при каждом фиксированном m на участке $\varepsilon_b \leq \varepsilon \leq \varepsilon_e$. Участок, по которому выполняется осреднение, должен удовлетворять следующему условию: оценка коэффициента наклона для линейной регрессионной зависимости $D_2(\varepsilon)$ на этом участке статистически незначима. Следуя тем же рассуждениям, что и авторы [9], запишем

выражения для оценки среднего значения $\hat{D}_2(m, \varepsilon_b, \varepsilon_e)$:

$$\hat{D}_2(m, \varepsilon_b, \varepsilon_e) = \frac{\sum_{\varepsilon_k=\varepsilon_b}^{\varepsilon_e} \hat{C}(m, \varepsilon_k)}{\sum_{\varepsilon_k=\varepsilon_b}^{\varepsilon_e} \ln \frac{\varepsilon_k}{\varepsilon_{k-1}}}, \quad (3)$$

где

$$\hat{C}(m, \varepsilon_k) = \ln \sqrt{\varepsilon_k \varepsilon_{k-1}} \frac{\ln \frac{C(m, \varepsilon_k)}{C(m, \varepsilon_{k-1})}}{\ln \frac{\varepsilon_k}{\varepsilon_{k-1}}}. \quad (4)$$

Сравнивая графики *a* и *b* на рис. 3, трудно заметить, что вариабельность оценок весьма значительная. Прежде всего, она определяется психоэмоциональным состоянием обследуемого волонтера. То обстоятельство, что он находился в положении лежа на спине, в состоянии полного покоя, вовсе не означает, что это необходимое и достаточное условие, при котором системы регуляции кровообращения обеспечивают стационарное состояние всей системы.

Результаты и их обсуждение

Разработанный нами алгоритм тестировался на модельных данных: аттракторы Икеды, Хенона и Лоренца. Объем модельных траекторий выбирали соизмеримым с объемами оценок плотности спектральной мощности, которые мы анализировали впоследствии ($\sim 10^2$). Уклонения оценок $\hat{D}_2$, полученных по нашему алгоритму, отличались от теоретических не более чем на 5 %.

Нами получены оценки плотности спектральной мощности регистрируемых сигналов для двух вариантов выходных данных алгоритма дискретного преобразования Фурье (ДПФ):

с прямоугольным окном и последующим осреднением непараметрическим методом Уэлча;

с окном Хэмминга.

Результаты, полученные для двух вариантов таких данных, сопоставимы. Оценки для здоровых добровольцев приведены в табл. 2.

Для пациентов с патологиями внутри-мозгового кровообращения наблюдался

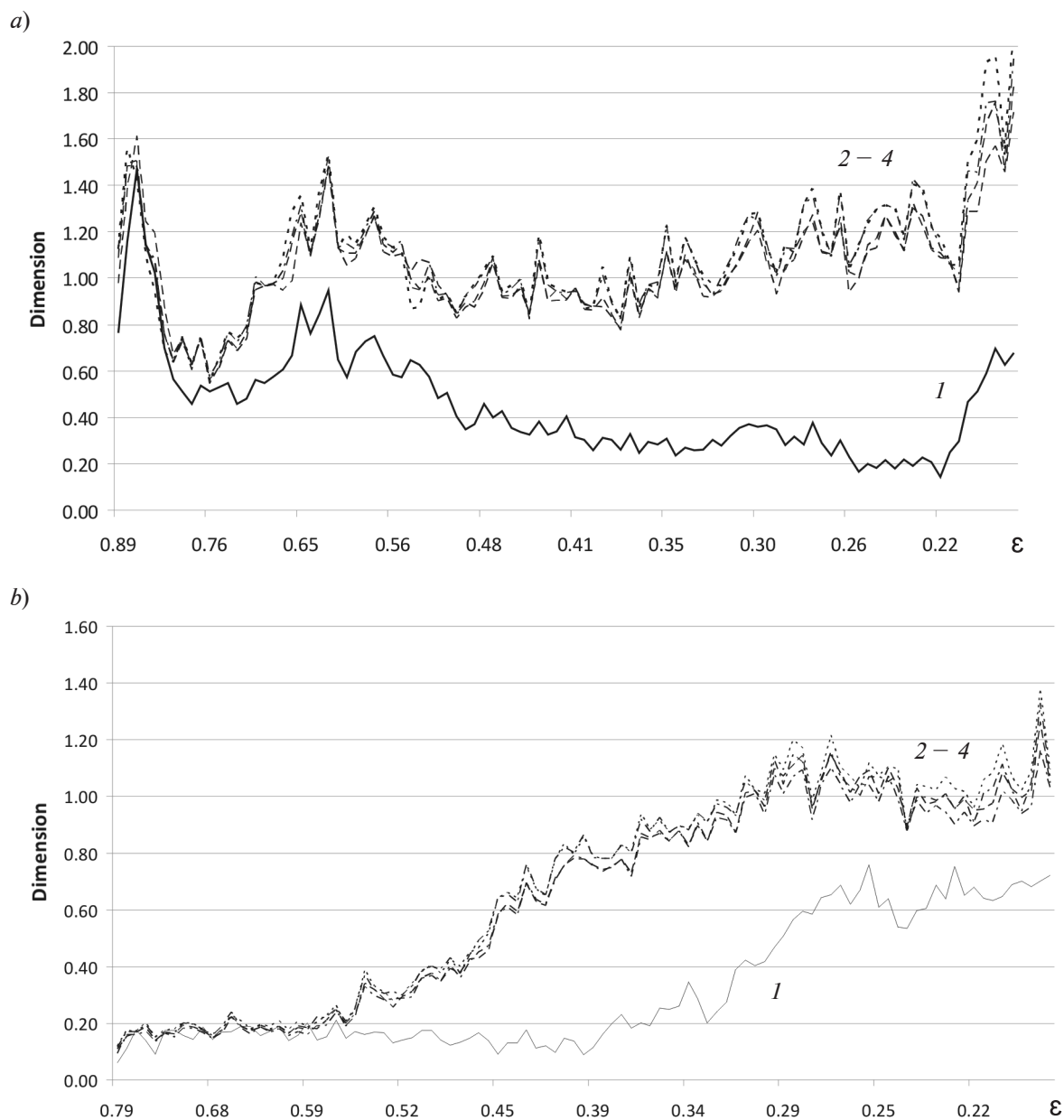


Рис. 3. Графики Раппа, полученные по итогам анализа сигналов ЛСК, зарегистрированных в ходе первого (а) и второго (б) обследований одного из здоровых волонтеров.

Номера кривых соответствуют размерностям вложения. Временной интервал между двумя сеансами составлял полгода

более существенный сдвиг оценок корреляционной размерности. Например, на частоте 1,250 Гц значения указанных оценок изменялись от 1,82 и 2,15 в состоянии покоя до 1,62 и 1,32 в ходе теста на гипоканию. Этот вывод нельзя обобщать на всех

пациентов. Для одних не было выявлено значимых изменений в оценках размерности, в то время как для других пациентов, с патологией, оценки размерности могли увеличиться почти в два раза. Поскольку эти результаты не давали ответа на наш



Таблица 2

Результаты оценки размерности аттракторов (оценки построены для двух гармоник)

Состояние здорового волонтера	Окно	Оценки размерности (BFVl/ BFVr)	
		1,000 Гц	1,125 Гц
Покой	Прямо- угольное	1,50/2,10	1,40/2,00
	Хэминга	2,20/1,90	— / —
Во время теста на гипоканию	Прямо- угольное	1,40/1,50	1,50/1,50
	Хэминга	1,55/1,88	— / —

Примечания. 1. В ячейках таблицы указаны две оценки для сигналов ЛСК: слева — зарегистрированных левым (BFVl), справа — правым (BFVr) доплеровскими датчиками. 2. Прочерки соответствуют случаям, когда имели место данные с пропусками.

главный вопрос, а именно — *насколько робастны оценки корреляционной размерности, доставляемые нашим алгоритмом*, мы не ограничились наше исследование анализом оценок $\hat{D}_2$, построенных на основе оценки плотности спектральной мощности только одной гармоники из множества $\{v_d\}$. Далее изучались оценки $\hat{D}_2$, построенные для пар гармоник из этого множества (табл. 3).

Как следует из наших результатов, робастность оценок намного ниже, чем ожидалось. Наш вывод: расхождение оценок в 10 — 20 % нельзя рассматривать как значимое. В среднем по всему множеству, в ходе теста на гипоканию у здоровых добровольцев наблюдается уменьшение оценки корреляционной размерности. При этом следует помнить, что наиболее существенные изменения в спектре сигналов в ходе тестов на гипоканию наблюдаются в инфранизкой области, на частотах порядка 0,125 Гц (изменяется частота дыхательных экскурсий). Другими словами, несмотря на удаленность гармоник $\{v_d\}$, подвергавшихся анализу, и гармоник, несущих основную информацию о конкретном физиологическом состоянии обследуемого, изменения состояния в ряде случаев можно зарегистрировать и на частотах $\{v_d\}$. Это наблюдение никак нельзя объяснить эффектом растекания мощности, поскольку мощность гармоник на частотах порядка 0,125 Гц по крайней мере на два порядка меньше мощности гармоник из множества $\{v_d\}$.

Заключение

Построенный нами алгоритм и вычисленные с его помощью оценки корреляционной размерности детерминированных гармоник позволяют сделать следующие выводы.

Несмотря на кажущиеся огромными входные потоки данных (в нашем случае — оценки ЛСК и АД), их оказывается недостаточно для построения робастных оценок. Причина еще и в том, что в ходе сеансов количественные характеристики физиологического состояния обследуемых могут изменяться очень значительно (см. рис. 1), даже когда их оставляют в полном покое. Поведение первой и второй моментных функций может послужить критерием для исключения из рассмотрения участков траекторий сигналов, на которых не выполняется гипотеза о неизменности наблюдаемой динамической системы.

В последующих исследованиях мы планируем построить входной поток оценок плотности спектральной мощности таким образом, чтобы свести к минимуму эффект растекания мощности, который является неизбежным следствием применения алгоритмов ДПФ (см. табл. 1).

Что же касается алгоритма построения компакта допустимых значений параметров ϵ , N_ϵ , m , τ , то, на наш взгляд, он обеспечивает решение поставленной задачи, и в ближайшее время вряд ли будет нами пересмотрен.

Согласно полученным в настоящей работе результатам, в качестве априорной

Таблица 3

Результаты оценки размерности аттракторов (оценки построены для пар гармоник)

Пара гармоник, Гц	Оценки размерности (BFVl/ BFVr)			
	Состояние покоя		Тест на гипоканию	
	Прямоугольное окно	Окно Хэмминга	Прямоугольное окно	Окно Хэмминга
<i>Данные для здорового волонтера</i>				
1,000 1,125	1,52/1,99	2,42/2,19	1,65/1,66	1,67/1,60
1,000 2,000	1,90/2,17	2,32/2,90	2,00/2,00	2,22/2,90
1,875 2,000	1,61/1,98	2,00/2,78	1,76/1,73	2,10/1,78
2,875 3,000	2,17/2,67	2,16/2,00	1,86/1,74	1,72/1,58
1,000 3,000	2,00/2,94	2,50/2,50	2,15/2,80	2,18/2,13
<i>Данные для пациента с патологией</i>				
1,000 1,125	1,62/2,00	– / –	1,98/2,17	– / –
1,125 2,125	1,92/2,18	– / –	1,14/ –	– / –
2,125 2,250	2,54/1,50	– / –	– /2,35	– / –
3,125 3,250	2,30/2,30	– / –	2,79/2,42	– / –
1,125 3,125	2,55/2,00	– / –	– / –	– / –

Примечания. 1. В ячейках таблицы указаны две оценки для сигналов ЛСК: слева – зарегистрированных левым (BFVl), справа правым (BFVr) доплеровскими датчиками. 2. Оценки получены для результатов ДПФ в двух вариантах: с окном Хэмминга, с прямоугольным окном и последующим осреднением непараметрическим методом Уэлча. 3. Обследования проводились как в состоянии покоя человека, так и во время теста на гипоканию.

модели для основных детерминированных гармоник модели (1) (эти гармоники вносят основной вклад в мощность сигнала и формируют пульсовую волну ЛСК) можно выбрать модель динамической системы со сравнительно небольшим числом степеней свободы. Но свойства оценок, получаемых в ходе обследования пациента, находятся в очень сложной зависимости от многочисленных факторов, в том числе от психоэмоционального состояния обследуемого. Та-

кие оценки следует рассматривать скорее в качестве исходных данных при построении референсных интервалов для конкретной группы обследуемых.

Для реализации изложенных в данной статье алгоритмов нами использовалось свободно распространяемое программное обеспечение с открытым исходным кодом (среда разработки CodeBlocks, компиляторы gcc).

Работа выполнялась как инициативная без какой-либо финансовой поддержки.



СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Advanced Methods and Tools for ECG Data Analysis. Eds. G.D. Clifford, F. Azuaje, P.E. McSharry. London, Boston: Artech House, 2006. 384 p.
- [2] Advanced Biosignal Processing. Advances in Neuroelectric and Neuromagnetic Methods. Ed. by Nait-Ali A. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2009. 378 p.
- [3] **Ivankov A.A., Samarin A.D.** On stationarity of transcranial blood flow velocity registered with Doppler sonography methods // Университетский научный журнал. Физико-математические, технические и биологические науки. 2015. № 13. С. 31–41.
- [4] **Moran P.A.P.** The random division of an interval. Part II // J.R. Statist. Soc. Ser. B. 1951. Vol. 13. No. 2. Pp. 147–150.
- [5] **Renyi A.** On measures of information and entropy // Proceedings of the 4th Berkeley Symposium on Mathematics, Statistics and Probability. 1960, 1961. Pp. 547–561.
- [6] **Takens F.** On the numerical determination of the dimension of an attractor // Dynamical systems and bifurcations (Eds. B.L.J. Braaksma, H.W. Broer and F. Takens). Lect. Notes in Math. 1125. Heidelberg: Springer, 1985. Pp. 99–106.
- [7] **Widman G., Schreiber T., Rehberg B., et al.** Quantification of depth of anesthesia by nonlinear time series analysis of brain electrical activity // Phys. Rev. E. 2000. Vol. 62. No. 4. Pp. 4898–4903.
- [8] **Kennel M.B., Brown R., Abarbanel H.D.I.** Determining embedding dimension for phase-space reconstruction using a geometrical construction // Phys. Rev. A. 1992. Vol. 45. No. 6. Pp. 3403–3411.
- [9] **Майоров О.Ю., Фенченко В.Н.** Вычисление корреляционной размерности и энтропии ЭЭГ сигналов на кластерных вычислительных системах // Клиническая информатика и телемедицина. 2014. Т. 10. Вып.11. С. 10–20.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ИВАНКОВ Алексей Александрович — кандидат физико-математических наук, доцент кафедры прикладной математики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
ivankov@stu.neva.ru

КУТУЗОВ Антон Валерьевич — студент Института прикладной математики и механики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
ka200893@gmail.com

КРИВОРУЧКО Людмила Анатольевна — лаборант кафедры прикладной математики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
kr@ya.ru

Ivankov A.A., Kutuzov A.V., Krivoruchko L.A. THE ADDITIVE MODEL OF USDG RECORDS: ATTRACTOR DIMENSIONS OF DETERMINATED ADDENDS.

The paper presents the algorithm and the mathematical support to estimate the correlation dimensions of attractors manifested themselves in the most powerful harmonics of spectra retrieved during Doppler sonography assessment of human cerebral circulation. The objective of the present study was to estimate the correlation dimensions for power spectral densities of the most powerful harmonics. The results of real clinical data analysis are given. The estimates of the correlation dimensions were formed for the different examined body's states: in the rest and under test for hypocapnia. The significant relation was found between those estimates of the correlation dimensions and psychoemotional state of volunteer.

CORRELATION DIMENSION, CHAOTIC ATTRACTOR, FOURIER SPECTRUM, POWER SPECTRAL DENSITY.

REFERENCES

- [1] Advanced Methods and Tools for ECG Data Analysis, Eds. Gari D. Clifford, Francisco Azuaje, Patrick E. McSharry, Artech House, London, Boston, 2006.

[2] Advanced Biosignal Processing, Advances in Neuroelectric and Neuromagnetic Methods, Ed. by Nait-Ali A. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2009.

[3] **A.A. Ivankov, A.D. Samarin**, On stationarity of transcranial blood flow velocity registered with Doppler sonography methods, Humanities and Science University Journal. Physical and Mathematical, Biological and Technical Science. No. 13 (2015) 31–41.

[4] **P.A.P. Moran**, The random division of an interval, Part II, J. R. Statist. Soc. B. 13 (2) (1951) 147–150.

[5] **A. Renyi**, On measures of information and entropy, Proceedings of the 4th Berkeley Symposium on Mathematics, Statistics and Probability, 1960 (1961) 547–561.

[6] **F. Takens**, On the numerical determination of the dimension of an attractor, Dynamical systems

and bifurcations (Eds. B.L.J. Braaksma, H.W. Broer and F. Takens). Lect. Notes in Math. 1125, Springer, Heidelberg, 1985. Pp. 99–106.

[7] **G. Widman, T. Schreiber, B. Rehberg, et al.**, Quantification of depth of anesthesia by nonlinear time series analysis of brain electrical activity, Phys. Rev. E. 62 (4) (2000) 4898–4903.

[8] **M.B. Kennel, R. Brown, H.D.I. Abarbanel**, Determining embedding dimension for phase-space reconstruction using a geometrical construction, Phys. Rev. A. 45 (6) (1992) 3403–3411.

[9] **O.Yu. Mayorov, V.N. Fenchenko**, Vychisleniye korrelyatsionnoy razmernosti i entropii EEG signalov na klasternykh vychislitelnykh sistemakh [Calculation of correlation dimension and entropy of EEG signals on the cluster computer system], Klinicheskaya informatika i Telemeditsina. 10 (11) (2014) 10–20.

THE AUTHORS

IVANKOV Alexei A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

ivankov@stu.neva.ru

KUTUZOV Anton V.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

ka200893@gmail.com

KRIVORUCHKO Lyudmila A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

kr@ya.ru



MIXTURES OF 3D DISPERSE SYSTEMS WITH NANO- AND MICROPARTICLES: OPTICAL CHARACTERIZATION

The multiparameter analysis of simultaneous optical data for systems of nano- and /or microparticles (3D disperse systems, dispersions, colloids, ensembles) by presentation of system characteristics as N -dimensional vectors of optical parameters (ND -vectors) can help to elucidate changes in the state of the particles in systems. In this paper, the application of ND -vector approach is shown on the examples of dispersion mixtures: mixture of influenza virus particles with albumin proteins (as a model of dispersions at the process of vaccine production); mixture of *Coli bacillus* and clay dispersions (as natural water model). This approach can serve as the on-line control platform for the management of technological processes with mixtures.

ABSORPTION, BACTERIA, CLAY, 3D DISPERSE SYSTEM, MICROPARTICLE, NANO-PARTICLE.

1. Introduction

Ensembles of nano- and / or microparticles can be considered as three-dimensional disperse systems (3DDS) with particles as a disperse phase in the dispersive medium [1]. Multiparametric analysis of optical data for 3DDS can provide further progress in detailed characterization of 3DDS with particles of different nature (biological, mineral, metallic, organic, inorganic and their mixtures). This analysis includes the following:

(i) simultaneous measurements of 3DDS by different compatible nondestructive optical methods such as refractometry, absorbance, fluorescence, light scattering (integral and differential, static and dynamic, unpolarized and polarized);

(ii) solution of inverse optical problem by different methods and technologies of data interpretation. Taking into account the optical theory [1 – 8] and some experimental results [9 – 22] served as the basis for elaboration of so-called ND -vector approach [15] as the platform for on-line control of 3DDS state.

2. Materials and methods

Our studies [9 – 22] has been focused on different 3DDS with nano- and / or microparticles (with diameter less than 10 μm) and their mixtures: proteins and nucleic acids; proteins and

polymers; liposomes and viruses; liposomes carrying various substances (X-ray contrast agents, metallic particles, enzymes, viruses, antibiotics, etc.); liquid crystals with surfactants; mixtures of *Coli bacillus* with kaolin; mixtures of anthracene with cyclodextrin [16 – 18]; samples of natural and water-supply waters; air sediments in water, etc. In this paper, the application of ND vector approach is shown through the examples of 3DDS mixtures such as:

(1) the one of biological nanoparticles of influenza viruses (strain A1-H1N1) and of albumin proteins;

(2) the one of mineral bimodal kaolin dispersions (consisted from nano- and microparticles) with biological *Coli bacillus* microparticles (strains K-802 and AB 1157 [22]).

In the previous articles [18 – 22], there was the description of main optical methods used in our studies for 3DDS characterization: spectroturbidimetry, refractometry, fluorescence, absorbency, integral light scattering, differential static and dynamic light scattering, measurements of light scattering matrix elements. The measurements of dispersions were made under the same conditions. The uncertainty was about 5–10%.

Optical particle characterization in the range of nanometers up to about ten micrometers requires sophisticated data inversion

techniques. The inverse problem can be formulated as a solution of the linear first-kind Fredholm integral equation of the finite domain (1) [4], where the measured (experimental) optical characteristic $S(x)$ is related to $f(a)$ that is the unknown particle size distribution [4]:

$$S(x) = \int_{a_{\min}}^{a_{\max}} s(x, a) f(a) da, \quad (1)$$

where a is the radius of an individual particle; $a_{\min}$, $a_{\max}$ are the limiting radii of particle size distribution, $s(x, a)$ is the kernel of the equation known from the experiment or from the theory of light scattering for the individual particle with radius a .

In Eq. (1), x can be a scattering angle Θ or a wavelength λ , or a frequency ν . At $a_{\min} = 0$ and $a_{\max} = \infty$ Eq. (1) converts into the linear first-kind Fredholm integral equation of infinite domain [4]:

$$S(x) = \int_0^{\infty} s(x, a) f(a) da, \quad (2)$$

The examples of the kernel $s(x, a)$ and $S(x)$ at Eq. (2) are presented in Table 1 (based on the discussion in Ref. [4]).

In addition to Notes to Table, it is necessary to remark that in all the kernels the complex refractive index of the particle substance enters as parameter [4]. For homogeneous spherical

Table

Examples of the kernel $s(x, a)$ and $S(x)$ in Eq. (2) based on the discussion in Ref. [4]

N	x	$s(x, a)$	$S(x)$
1	λ	$\pi a^2 K_e$	$\sigma_e(\lambda) = \int_0^{\infty} \pi a^2 K_e(\lambda, a) f(a) da$
2	Θ	$(\lambda^2 / 4\pi^2) i_1$	$I_1 = \int_0^{\infty} (\lambda^2 / 4\pi^2) i_1(\Theta, a) f(a) da$
3	Θ	$(\lambda^2 / 4\pi^2) i_2$	$I_2 = \int_0^{\infty} (\lambda^2 / 4\pi^2) i_2(\Theta, a) f(a) da$
4	Θ	$(\lambda^2 / 4\pi^2) [(i_1 + i_2) / 2]$	$I(\Theta) = \int_0^{\infty} (\lambda^2 / 4\pi^2) \times$ $\times \{ [i_1(\Theta, a) + i_2(\Theta, a)] / 2 \} f(a) da$
5	λ $\Theta = \pi$	$(\lambda^2 / 4\pi^2) \{ [i_1(\pi, a) + i_2(\pi, a)] / 2 \}$	$\beta(\lambda) = \int_0^{\infty} (\lambda^2 / 4\pi^2) \times$ $\times \{ [i_1(\pi, a) + i_2(\pi, a)] / 2 \} f(a) da$

Notes: 1. K_e is the extinction coefficient of the individual particle with radius a ; $\sigma_e(\lambda)$ is the cross-section of light extinction by 3DDS.

2. $s(x, a)$ is the intensity of light scattered at angle Θ by individual particle at the incident light polarized perpendicular to the surface of scattered light measurements; $S(x)$ is the intensity of light scattered by 3DDS at the incident light polarized perpendicular to the surface of scattered light measurements.

3. $s(x, a)$ is the intensity of light scattered at angle Θ by individual particle at the incident light polarized parallel to the surface of scattered light measurements; $S(x)$ is the intensity of the light scattered by 3DDS at the incident light polarized parallel to the surface of scattered light measurements.

4. $s(x, a)$ is the intensity of unpolarized light scattered at angle Θ by individual particle or so-called indicatrix of the individual particle, i.e. the S_{11} element of light scattering matrix; $S(x)$ is $S_{11}(\Theta)$, i.e. the indicatrix of 3DDS.

5. $S(x)$ is $\beta(\lambda)$, wavelength dependence of indicatrix for $\Theta = \pi$, so-called the volume coefficient of back scattering.



particles, the kernel $s(x, a)$ can be calculated according to Mie theory [1 – 4]. In the previous our papers, it was discussed the 3DDS problem of polydispersity and polymodality [21] and the polarization measurements information possibility [22] for 3DDS characterization. For polymodal polydisperse 3DDS, at the solution of inverse light scattering problem the regularization technique is often used [1 – 8]. The information-statistical methodology [23, 24] also can be used for characterization of complex 3DDS.

3. Results and discussion

The experience suggests that the set of optical parameters of so-called “the second class” [15] (obtained by processing of measured values and independent on the concentration of particles) is unique for each 3DDS [15]. In other words, each 3DDS can be characterized by N -dimensional vector in the N -dimensional space of “the second class” optical parameters (ND -vector) [15]. In our previous paper [18], mixtures of anthracene with cyclodextrin were characterized by four-dimensional (4D) vectors. It was supposed in Ref. [18] that the position of mixture ND -vector on the line connecting the separate component ND -vector points could be the justification that there is no interaction between particles in the mixture.

The mixture of pure nanoparticles of influenza virus (strain A1-H1N1) and albumin proteins (as an example of impurity) can be considered as a model of dispersions in the technological process of vaccine production. The influenza virus particle was approximated as a homogeneous sphere with the mean diameter $d = 100$ nm. To determine the virus concentration, the bilayer sphere approximation [1] was used. In order to design the optimal scheme for dispersions' on-line control, the 3D-vector (based on light extinction parameters [21]) was suggested for differentiation of influenza virus dispersion, albumin dispersion and their mixture (Fig. 1). In the vaccine production process, it is important to know the degree of virus dispersions purification from the protein impurities. It can be concluded from Fig. 1, that the positions of 3D-vectors $\mathbf{P} \{P_i, P_k, P_m\}$ for mixture constituent dispersions (points 1 and 2) are suitable for differentiation of these dispersions

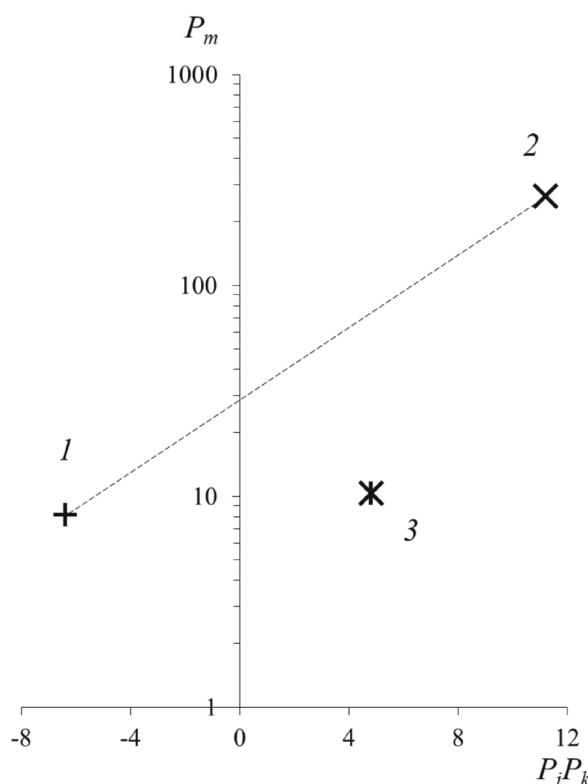


Fig. 1. An example of optical data presentation as 3D-vectors $\mathbf{P} \{P_i, P_k, P_m\}$ for dispersions of biological nanoparticles: 1 – influenza virus dispersion (strain A1-H1N1), 2 – albumin dispersion, 3 – the mixture of influenza virus and albumin dispersions in ratio 1 : 1

not only by the value but also by the sign. The preparation of vaccine will be better if the position of 3D-vector for mixture (Fig. 1, point 3) will be closer to the influenza virus 3D-vector position (Fig. 1, point 1). It is also possible to suppose from the mixture 3D-vector position (Fig. 1, point 3) apart of the line connected constituent dispersions vectors, that there are interactions between virus particles and protein molecules in mixtures.

The mixture of biological *Coli bacillus* microparticles with mineral bimodal kaolin dispersions (consisted from nano- and microparticles) could be considered as the natural water model. Mineral bimodal kaolin dispersions were characterized by different methods [21]. The justifications of mainly different forms of particles in different modes of size distribution for kaolin 3DDS were obtained at polariza-

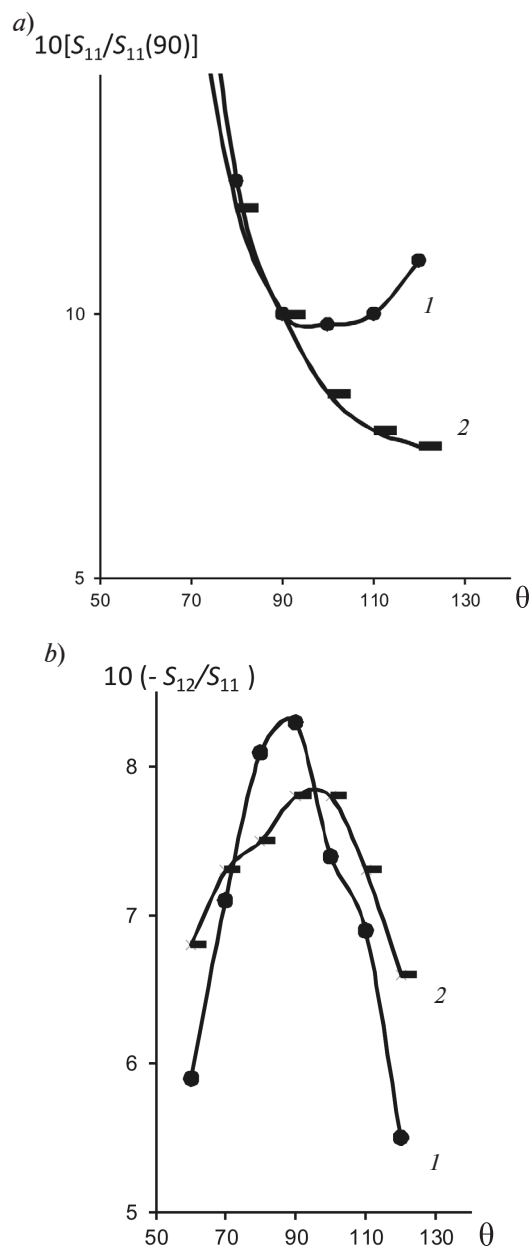


Fig. 2. Plots of the 90° -normalized S_{11} (a) and $-S_{12}/S_{11}$ (b) versus scattering angle θ in degrees (S_{11} is the first element of light scattering matrix, S_{12}/S_{11} is the polarization of scattered light [3]) for two modes (1, 2) of bimodal kaolin dispersion; $n(500) = 1.5$ (the 1st mode); $n(500) = 0.2$ (the 2nd one)

tion measurements at angles θ about 90 degrees (Fig. 2). The shifts of the positions of the $S_{11}(\theta)$ minimum in Fig. 2, a and of the maximum of scattered light polarization ($-S_{12}/S_{11}$) in

Fig. 2, b for fraction of “coarse” particles (curves 2) to $\theta > 90^\circ$ are the evidence that there are aspheric particles [3, 5, 6] in kaolin dispersions. The kaolin nanoparticles (the first mode [21]) can be approximated as the homogeneous spheres and the kaolin microparticles (the second mode and “tail” of particle mass distributions [21]) – as the homogeneous oblate (based on electronic microscopy data) ellipsoids of rotation [11].

Coli bacillus bacterial cells (*Escherichia coli*, *E. coli*, *Coli bacillus* rods) were approximated as a homogeneous prolate ellipsoids of rotation and as a volume-equivalent spheres with the mean diameter of cells, $d = 1.0 \mu\text{m}$ for strain K-802 and $d = 1.3 \mu\text{m}$ for strain AB 1157 (Figs. 3 – 6).

For the mixtures of *Coli bacillus* and mineral bimodal kaolin dispersions with nano- and microparticles (Fig. 3, based on the integral and differential static light scattering parameters

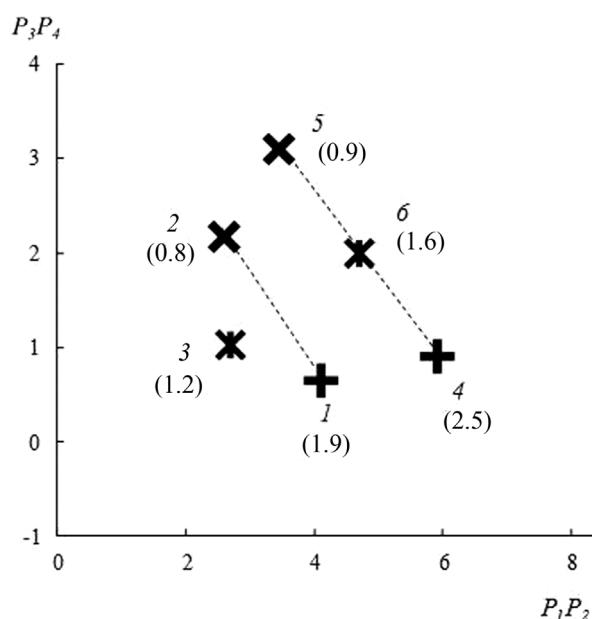


Fig. 3. Examples of optical characterization of two 3DDS mixtures (in ratio 1 : 1) and their constituents as 4D-vectors $\mathbf{P} \{P_1, P_2, P_3, P_4\}$: (i) – dispersion of *E. coli* strain AB 1157 (1), kaolin dispersion with $n(500) = 0.8$ (2) and their mixture (3); (ii) dispersions of *E. coli* strain K-802(4), kaolin dispersion with $n(500) = 0.9$ (5) and their mixture (6)

Numbers in brackets are the $n(500)$ values for corresponding dispersions

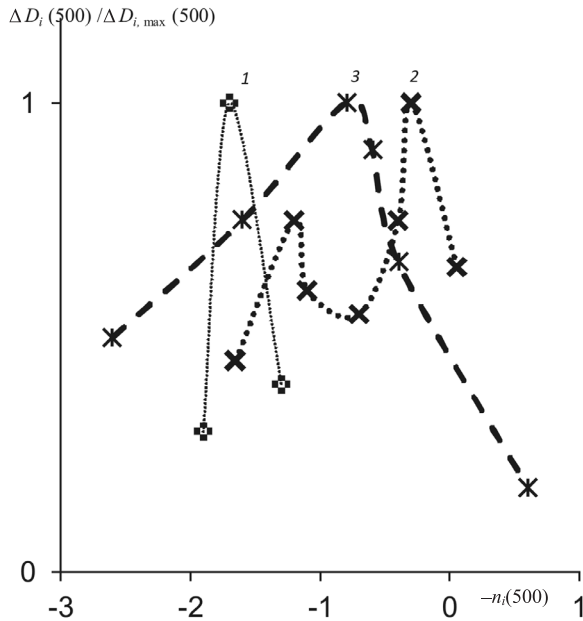


Fig. 4. Plots of $\Delta D_i(500) / \Delta D_{i,\max}(500)$ versus $(-n_i(500))$ value registered at dispersions sedimentation (some sort of analog to particle size distribution); the data presented: *E. coli* strain AB 1157 (1) ($n(500) = 1.9$); kaolin dispersions (2) ($n(500) = 0.8$); their mixture (3) in ratio 1 : 1 ($n(500) = 1.2$)

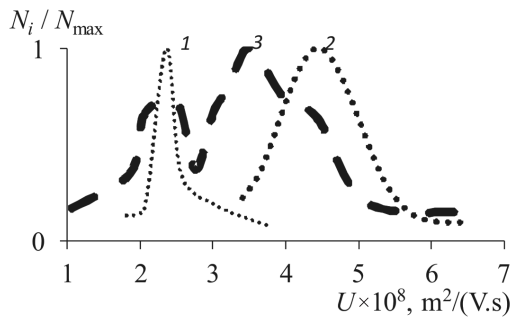


Fig. 5. Particle number distributions from particle electrophoretic mobility (U) for the same dispersions relative to those in Fig. 4. The form of mixture distribution is the evidence in favor of kaolin and bacteria heteroaggregation

[21]) according to Ref. [18] one can observe both situations, i.e. the supposed interaction between constituent dispersions for mixture with $n(500) = 1.2$ and the absence of that for mixture with $n(500) = 1.6$. The detailed analysis of the data for the mixture of kaolin with *E. coli* strain AB 1157 (Fig. 4 and 5) showed that in

this dispersion there is an interaction between the particles: the form of mixture distributions is the evidence in favor of kaolin and bacteria heteroaggregation.

In Fig. 6, the 16D-vectors (based on the light scattering matrix parameters [22]) of kaolin dispersion, *E. coli* K-802 dispersion and of their mixture are presented. It can be seen that in 16D parameter space the differentiation of dispersion vector positions is about several orders and that the “non-supposed” (according to 4D-vector approach in Fig. 3) interaction between bacterial and kaolin particles can also occur. The data of polarization measurements for kaolin 3DDS (Fig. 2) allows to predict that (the prolate bacterial – kaolin “small” spherical) particle interaction and (the prolate bacterial – “coarse” oblate) particle one can be different. In addition to the discussion in Ref. [21] about natural 3DDS polymodality taking into account the shape of the particles makes the model for solving inverse problem of mixtures more complex.

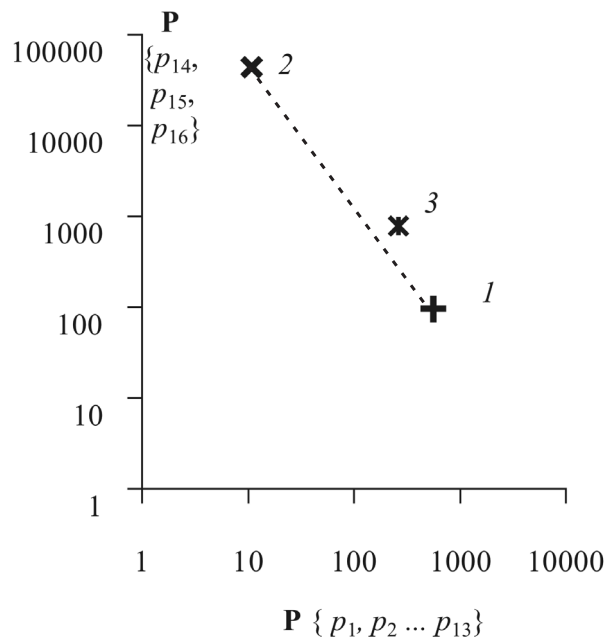


Fig. 6. The optical characteristics as 16D-vectors $P \{p_1, p_2, \dots, p_{16}\}$ for dispersions with “non-supposed interaction of particles in mixture” (according to 4D-vectors approach in Fig. 3): dispersion of *E. coli* (1) strain K-802 ($n(500) = 2.5$); kaolin dispersion (2) ($n(500) = 0.9$) and their mixture (3) in ratio 1:1 ($n(500) = 1.6$)

4. Summary

For many technological processes, the information about the integral state of the 3DDS and about the changes of its state at any influence can be sufficient for management. *ND*-vectors can reflect the changes in the state of the mixtures. In this case, the polymodality of particle size distributions [21] and the difference of particle forms are no obstacle. Combination of *ND*-vector's approach with other methods of inverse problem solution can help to investigate the processes in 3DDS such as aggregation, disaggregation, coalescence, heteroaggregation, sedimentation, etc. The pro-

posed approach allows the study of any 3DDS as an intact non-destroyable unity, with the minimal interference. It can demonstrate the unique potentials of solving problems of polymer science, bio- and nanotechnology, medicine and of environmental protection.

Acknowledgments

The authors are indebted to Prof. Dr. Vitaly J. Klenin, Prof. Dr. Kusieli S. Shifrin, Prof. Dr. Vsevolod M. Kolikov, Dr. Nina V. Katushkina, Prof. Dr. Ludmila M. Molodkina, Prof. Dr. Alexander I. Melker, Prof. Dr. Heinrich Hofmann, Prof. Dr. Marcus H. Textor for useful discussions.

REFERENCES

- [1] **V.J. Klenin**, Thermodynamics of systems containing flexible chain polymers, Elsevier, 1999, 850 p.
- [2] **H.C. van de Hulst**, Light scattering by small particles. Wiley, New York, 1957.
- [3] **C. Bohren, D. Huffman**, Absorption and scattering of light by small particles, Wiley, 1983.
- [4] **K.S. Shifrin, G. Tonna**, Inverse problems related to light scattering in the atmosphere and ocean, *Advances in Geophysics*. 34 (1993) 175–203.
- [5] **M.I. Mishchenko, J.W. Hovenier, L.D. Travis**, Light scattering by nonspherical particles, Theory, measurements and applications, AP, 2000, 690 p.
- [6] **F.Ya. Sid'ko, V.N. Lopatin, L.E. Paramonov**, Polarization characteristics of biological particles dispersions, Siberian Branch of Nauka Publishing House, Novosibirsk, 1990.
- [7] **H. Schnablegger, O. Glatter**, Optical sizing of small colloidal particles: an optimized regularization technique, *Appl. Opt.* 30 (33) (1991) 4889–4896.
- [8] **S.Yu. Shchyogolev**, Inverse problems of spectroturbidimetry of biological disperse systems: an overview, *J. of Biomedical Optics*. 4 (4) (1999) 490–503.
- [9] **A.G. Bezrukova**, Development of multiparametric optical assay for on-line environmental control, *Proc. SPIE*. 3107 (1997) 298–303.
- [10] **A.G. Bezrukova**, Optical characterization of biological and other systems, *Material Res. Soc. Proc.* 711 (2002) FF7.9.
- [11] **O.L. Vlasova, A.G. Bezrukova**, Laser control of natural disperse systems, *Proc. SPIE*. 5127 (2003) 154–158.
- [12] **A. Bezrukova**, Multiparametric optical analysis development for control of biological micro- and nanoparticles, *European Cells and Materials Journal*, 6, Suppl. 1 (2003) 88.
- [13] **A.G. Bezrukova**, Aggregate nanoparticles optical properties, *Proc. SPIE*. 5400 (2004) 189–191.
- [14] **A.G. Bezrukova**, Nondestructive optical testing of 3D disperse systems with micro- and nanoparticles, *Proc. SPIE*. 5831(2005) 112–118.
- [15] **A.G. Bezrukova**, Nondestructive testing of 3D disperse systems with micro- and nanoparticles: N-dimensional space of optical parameters, *Proc. SPIE*. 6253 (2006) 62530C1–62530C15.
- [16] **A. Bezrukova, M. Lubomska, P. Magri, M. Rogalski**, Differential dynamic and integral static light scattering for nondestructive testing of 3D disperse systems with nanoparticles, *Proc. SPIE*. 6597 (2007) 65970M1–65970M7.
- [17] **A. Bezrukova, M. Lubomska, M. Rogalski**, Nanoparticle mixtures of anthracene and β -cyclodextrin testing by optical spectroscopy, *Reviews on Adv. Materials Sci.* 20 (1) (2009) 70–76.
- [18] **A.G. Bezrukova**, Nanoparticle interactions: improvement of experimental optical data analysis, *Proc. SPIE* 7377 (2009) 73770B1–73770B7.
- [19] **A.G. Bezrukova, O.L. Vlasova**, Aggregation of protein nanoparticles testing by optical spectroscopy, *Materials Physics and Mechanics*. 9(3) (2010) 167–174.
- [20] **A.G. Bezrukova**, Nanobioparticles interactions: on-line optical evidence / control. *European Cells and Materials Journal*. 20, Suppl. 3 (2010) 19.
- [21] **A.G. Bezrukova, O.L. Vlasova**, Optical characterization of 3D disperse systems with nano- and microparticles: polymodality of size distributions, *Materials Physics and Mechanics*. 13(2) (2012) 162–174.



[22] **A.G. Bezrukova, O.L. Vlasova**, Optical characterization of 3D disperse systems with nano- and microparticles: light scattering matrix elements, *Materials Physics and Mechanics*. 20 (2) (2014) 124–129.

[23] **F.M. Goltsman**, Physical experiment

and statistical conclusions, Leningrad University Publishing, Leningrad House, 1982, 192 p.

[24] **D.F. Kalinin**, Information and statistical prediction of mineral resources, Geological Exploration Group Publishing House, St. Petersburg, 2011, 164 p.

THE AUTHORS

BEZRUKOVA Alexandra G.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

bezr@PB1097.spb.edu

VLASOVA Olga L.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

olvasova@yandex.ru

Безрукова А.Г., Власова О.Л. ОПТИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА СМЕСЕЙ 3D ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ НАНО- И МИКРОЧАСТИЦ.

Многopараметрический анализ одновремеHHых оптических измерений для систем нано- и/или микрочастиц (3D-дисперсные системы, дисперсии, коллоиды, ансамбли частиц) с помощью представления характеристик систем как N -мерных векторов оптических параметров (ND -векторов) может помочь выявить изменения состояния частиц в системах. В представленной статье применение ND -векторного подхода показано на примерах смесей дисперсий: смесь частиц вируса гриппа с молекулами белка альбумина (модель дисперсий в процессе производства вакцин); смесь дисперсий кишечной палочки и глины (модель природной воды). Этот подход может служить для контроля он-лайн и управления технологическими процессами с участием 3D дисперсных систем и их смесей.

БАКТЕРИЯ, ND -ВЕКТОР, ВИРУС, ГЛИНА, 3D-ДИСПЕРСНАЯ СИСТЕМА, НАНОЧАСТИЦА, ПОГЛОЩЕНИЕ, СВЕТОРАССЕЯНИЕ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

[1] **Klenin V.J.** Thermodynamics of systems containing flexible chain polymers, Elsevier, 1999. 850 p.

[2] **van de Hulst H.C.** Light scattering by small particles. New York: Wiley, 1957.

[3] **Bohren C., Huffman D.** Absorption and scattering of light by small particles. New York: Wiley, 1983.

[4] **Shifrin K.S., Tonna G.**, Inverse problems related to light scattering in the atmosphere and ocean // *Advances in Geophysics*. 1993. Vol. 34. Pp. 175–203.

[5] **Mishchenko M.I., Hovenier J.W., Travis L.D.** Light scattering by nonspherical particles. Theory, measurements and applications. AP, 2000. 690 p.

[6] **Сидько Ф.Я., Лопатин В.Н., Парамонов Л.Е.** Поляризационные характеристики взвесей биологических частиц. Новосибирск: Наука. Сибирское отделение, 1990. 120 с.

[7] **Schnablegger H., Glatter O.** Optical sizing of small colloidal particles: an optimized regularization

technique // *Appl. Opt.* 1991. Vol. 30. No. 33. Pp. 4889–4896.

[8] **Shchyogolev S.Yu.** Inverse problems of spectroturbidimetry of biological disperse systems: an overview // *J. of Biomedical Optics*. 1999. Vol. 4. No. 4. Pp. 490–503.

[9] **Bezrukova A.G.** Development of multiparametric optical assay for on-line environmental control // *Proc. SPIE*. 1997. Vol. 3107. Pp. 298–303.

[10] **Bezrukova A.G.** Optical characterization of biological and other systems // *Material Res. Soc. Proc.* 2002. Vol. 711. P. FF 7.9.

[11] **Vlasova O.L., Bezrukova A.G.** Laser control of natural disperse systems // *Proc. SPIE*. 2003. Vol. 5127. Pp. 154–158.

[12] **Bezrukova A.** Multiparametric optical analysis development for control of biological micro- and nanoparticles // *European Cells and Materials Journal*. 2003. Vol. 6. Suppl. 1. P. 88.

[13] **Bezrukova A.G.** Aggregate nanoparticles optical properties // *Proc. SPIE*. 2004. Vol. 5400.

Pp. 189–191.

[14] **Bezrukova A.G.** Nondestructive optical testing of 3D disperse systems with micro- and nanoparticles // Proc. SPIE. 2005. Vol. 5831. Pp. 112–118.

[15] **Bezrukova A.G.** Nondestructive testing of 3D disperse systems with micro- and nanoparticles: N-dimensional space of optical parameters // Proc. SPIE. 2006. Vol. 6253. Pp. 62530C1–62530C5.

[16] **Bezrukova A., Lubomska M., Magri P., Rogalski M.** Differential dynamic and integral static light scattering for nondestructive testing of 3D disperse systems with nanoparticles // Proc. SPIE. Vol. 6597. Pp. 65970M1–65970M7.

[17] **Bezrukova A., Lubomska M., Rogalski M.** Nanoparticle mixtures of anthracene and β -cyclodextrin testing by optical spectroscopy // Reviews on Adv. Materials Sci. 2009. Vol. 20. No. 1. Pp. 70–76.

[18] **Bezrukova A.G.** Nanoparticle interactions: improvement of experimental optical data analysis // Proc. SPIE. 2009. Vol. 7377. Pp. 73770B1–73770B7.

[19] **Bezrukova A.G., Vlasova O.L.** Aggregation of

protein nanoparticles testing by optical spectroscopy // Materials Physics and Mechanics. 2010. Vol. 9. No. 3. Pp. 167–174.

[20] **Bezrukova A.G.** Nanobioparticles interactions: on-line optical evidence / control // European Cells and Materials Journal. 2010. Vol. 20. Suppl. 3 P. 19.

[21] **Bezrukova A.G., Vlasova O.L.** Optical characterization of 3D disperse systems with nano- and microparticles: polymodality of size distributions // Materials Physics and Mechanics. 2012. Vol. 13. No. 2. Pp. 162–174.

[22] **Bezrukova A.G., Vlasova O.L.** Optical characterization of 3D disperse systems with nano- and microparticles: light scattering matrix elements // Materials Physics and Mechanics. 2014. Vol. 20. No. 2. Pp. 124–129.

[23] **Гольцман Ф.М.** Физический эксперимент и статистические выводы. Ленинград: Изд-во ЛГУ, 1982. 192 с.

[24] **Калинин Д.Ф.** Информационно-статистический прогноз полезных ископаемых. СПб.: ФГУН ПП «Геологоразведка», 2011. 164 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

БЕЗРУКОВА Александра Геннадиевна — доктор физико-математических наук, профессор кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
bezr@PB1097.spb.edu

ВЛАСОВА Ольга Леонардовна — доктор физико-математических наук, профессор кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
olvlasova@yandex.ru



DOI: 10.5862/JPM.253.12

УДК: 544.77.022.823

Н.В. Смирнова¹, Н.О. Петрова², И.О. Лебедева¹,
П.В. Попрядухин¹, И.П. Добровольская¹, В.Е. Юдин¹

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого;

² Биотехнологическая компания «БИОКАД»,

г. Санкт-Петербург

ТКАНЕВАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ КОЖИ И МЯГКИХ ТКАНЕЙ МЕТОДАМИ РЕГЕНЕРАТИВНОЙ МЕДИЦИНЫ

Методом электроформования получен композиционный материал на основе нановолокон из алифатического сополиамида и композиционных нановолокон из хитозана и нанофибрилл хитина. Проведено исследование *in vivo* разработанного материала в качестве раневого покрытия при лечении обширной многослойной кожной раны спины крысы. Показано, что на 28-е сутки наблюдения в опытной группе происходила полная эпителизация раневой поверхности. Гистологическое исследование рубцовой ткани показало наличие лишь небольшого количества сосудов капиллярного типа, а также незначительного количества клеток инфильтрата. Выживаемость составляла 100%, тогда как в контрольной группе наблюдалась летальность в 11 % случаев, а гнойные осложнения составляли 100%. Для повышения темпов регенерации ткани и снижения вероятности инфицирования при лечении ран использовали тромбоцитарный гель, полученный из периферической крови пациента. Показано, что лечебный эффект возрастает при одновременном применении раневых покрытий и аутологичных продуктов сепарации крови – тромбоцитарного геля и богатой тромбоцитами плазмы.

АЛИФАТИЧЕСКИЙ СОПОЛИАМИД, ХИТОЗАН, НАНОФИБРИЛЛА ХИТИНА, ЭЛЕКТРОФОРМОВАНИЕ, РАНЕВОЕ ПОКРЫТИЕ, КОМПОЗИЦИОННОЕ НАНОВОЛОКНО.

Введение

Проблема заживления повреждений кожи и мягких тканей с помощью хирургических и консервативных методов в настоящее время еще не решена полностью. Основными факторами, препятствующими процессам эпителизации и грануляции, являются дистрофия ткани, окислительные повреждения, дисбаланс влажности раны, инфицирование и другие осложнения в зоне хирургической резекции, травмы или ожога. Образование рубцовой ткани или других структурных изменений на месте раны снижает качество жизни пациента. В настоящее время существует ряд методик, которые направлены на интенсификацию процесса заживления ран и улучшение структурно-функциональных свойств вновь образующейся ткани. Большинство из них использует раневые покрытия, различные

по составу компонентов и функциональным особенностям [1 – 3].

Оптимальное раневое покрытие должно обеспечивать газо- и влагообмен, которые необходимы для полноценной интеграции и жизнедеятельности клеток. Также необходимо воспроизводить рельеф раневой поверхности, т. е. материал должен обладать эластичностью и удобством при манипуляциях. Важное свойство современных раневых покрытий – это их атравматичность: при отделении покрытия от раны образовавшийся слой эпителия не должен травмироваться и разрушаться. Наконец, оптимальное раневое покрытие способно препятствовать инфицированию раны путем проникновения патогенной микрофлоры из внешней среды. Также нужно не допустить инкубирования региональных патогенных микроорганизмов, а для этого

покрытие должно обеспечивать эффективное отведение экссудата.

Таковыми свойствами обладают пористые пленочные материалы на основе полимерных нановолокон, полученных методом электроформования. Этот метод позволяет получать волокна с диаметром от 50 до 4500 нм из целого ряда полимеров. Пленочные материалы на основе нановолокон характеризуются низкой плотностью, высокой пористостью, водо- и газопроницаемостью [4 – 7], размером пор от десятков до сотен микрометров.

В последнее время пористые пленочные материалы нашли применение в качестве матриц для клеточных технологий. Химический состав и пористая структура материалов способствует адгезии стволовых или соматических клеток на поверхности волокон, обеспечивает обменные процессы, необходимые для эффективных пролиферации, движения и дифференцировки клеток.

Получение нановолокон из спирторастворимого алифатического сополиамида (СПА) – сополимера поли(ε-капролактама)



и поли(гексаметилендиаминадипината)



описано нами в более раннем исследовании [5].

Вторым полимером, который широко применяется для материалов биомедицинского назначения, является хитозан. Это биосовместимый и биodeградируемый полимер, производный полисахарида, макромолекулы которого состоят из β-(1–4) D-глюкозаминовых и N-ацетил-D-глюкозаминовых мономеров. Продукты биodeградации хитозана нетоксичны и по мере разложения хитозана включаются в естественные обменные реакции организма.

Однако известно [8 – 10], что процесс электроформования нановолокон из раствора хитозана затруднен ввиду его полиэлектролитных свойств. Для стабилизации процесса электроформования нановолокон на основе хитозана в раствор вводят водо-

растворимые полимеры, такие как полиэтиленоксид (ПЭО), поливиниловый спирт (ПВС), метилцеллюлоза (МЦ), поливинилпирролидон (ПВП) [8–10]. Добавка этих полимеров в количестве до 50 мас. % от количества хитозана (это необходимо делать для стабильного формования нановолокон) негативно влияет на свойства готового материала: возрастает его гигроскопичность, снижаются механические свойства.

В работе [11] показано, что композиционные волокна из хитозана, содержащие нанофибриллы хитина диаметром 20 нм и длиной 600 – 800 нм, характеризуются повышенными прочностными и упругими характеристиками. Кроме того, введение нанофибрилл хитина в прядильный раствор хитозана стабилизирует процесс формирования. Аналогичный положительный эффект описан и при электроформовании нановолокон, содержащих нанофибриллы хитина [12].

Исходя из вышеизложенного, в настоящей работе предложен способ получения двухслойного раневого покрытия, которое состоит из внешнего слоя нановолокон на основе СПА и внутреннего слоя из композиционных нановолокон на основе хитозана и нанофибрилл хитина. Нановолокна из нерезорбируемого СПА обеспечивают необходимые механические характеристики покрытия, а также обменные процессы с внешней средой. Слой нановолокон из хитозана и нанофибрилл хитина, непосредственно контактирующий с поверхностью раны, одновременно обеспечивает гемостатическое и бактерицидное действия, атравматичность покрытия, а при интеграции с активной биологической средой происходит постепенная резорбция полимера. При снятии повязки с раневой поверхности отделяется нерезорбируемый слой из СПА, в то время как хитин-хитозановый слой остается и способствует процессу эпителизации.

Реконструкция более глубоких ран, в которых кроме кожных покровов повреждены и мягкие ткани, требует мер по пространственной реконструкции и стимуляции процессов регенерации в объеме дефекта. В этом случае продуктивно использование



тканеинженерных препаратов, состоящих из полимерной матрицы, клеточных компонентов и продуктов секреции клеток [13]. Авторами данной работы для увеличения эффективности регенерации ткани и достижения большего гемостатического, антимикробного и анальгезирующего действия предложено сочетать использование экспериментального раневого покрытия с продуктами сепарации крови пациента.

Богатая тромбоцитами плазма и другие продукты сепарации крови используются в медицине и ветеринарии уже более 20 лет. В многочисленных исследованиях показан их лечебный эффект, основанный на использовании биологической активности факторов роста, содержащихся в тромбоцитах.

Известно, что тромбоциты содержат как специфические, так и неспецифические факторы роста, инициирующие митогенез и процесс регенерации соединительной ткани. Важнейшими из них являются тромбоцитарный фактор роста (PDGF), трансформирующий фактор роста (TGF- β), фактор роста эндотелия сосудов (VEGF),

фактор роста эпителия (EGF), фактор роста фибробластов (FGF), инсулиноподобный фактор роста (IGF) [14].

Богатая тромбоцитами плазма и ее гелеобразное производное — тромбоцитарный гель — широко используют при заживлении костной и мягких тканей в восстановительной и реконструктивной хирургии, стоматологии, травматологии, ортопедии [15].

Целью данной работы являлась разработка раневого покрытия на основе нановолокон из СПА и композиционных нановолокон на основе хитозана и нанофибрилл хитина, а также испытание технологии его применения *in vivo* в синергии с аутологичными продуктами сепарации крови.

Материалы и оборудование

Материалы на основе нановолокон из СПА получали способом, описанным в работе [5]. Нановолокна из хитозана, содержащие ПЭО и нанофибриллы хитина, получали методом электроформования. Способ получения нановолокон из хитозана и свойства материалов на их основе приведены в работе [12].

a)



b)



Рис. 1. Получение аутологичных продуктов сепарации крови: периферическая кровь пациента с антикоагулянт (a) и тромбоцитарный гель из периферической крови (b)

Раневое покрытие получали методом электроформования на поверхность пористой пленки из нановолокон СПА композиционных нановолокон из хитозана, содержащих 10 мас. % нанофибрилл хитина. Толщина слоя нановолокон СПА составляла 150 мкм, слоя из нановолокон хитозана — 50 мкм. Электроформование нановолокон производили на установке NANON 01 (Япония). Использовали напряжение $U = 18$ кВ, расстояние между электродами составляло 0,15 м.

Для интенсификации тканевой реконструкции использовали аутологичные продукты сепарации крови. Богатую тромбоцитами плазму получали методом двойного центрифугирования из 80 мл периферической крови. Для получения тромбоцитарного геля (рис. 1) богатую тромбоцитами плазму активировали путем добавления аутологичного тромбина и 10%-го хлорида кальция [16].

Испытание композиционных раневых покрытий на основе нановолокон проводили на скальпированных полнослойных ранах кожи. Для этого была разработана методика получения модельного раневого повреждения кожи и подлежащих мягких тканей на мелких лабораторных животных (крысах). Скальпелем наносили разрез на спине животного, после чего с использованием ножниц и хирургического пинцета производили отделение кожи от поверхностной фасции. Кожные края раны фиксировали узловыми кожно-мышечными инвертирующими швами к собственной фасции (рис. 2). Ингаляционный наркоз животных осуществлялся

эфиром. Данная методика позволяет избежать преждевременного закрытия ран первичным натяжением и достоверно оценить эффективность средств их заживления.

Эксперимент проводили на 18 самцах крыс линии «Wistar-Kyoto» весом 200 — 250 г. Животные были разделены на две группы: контрольную и экспериментальную, по 9 животных в каждой. В экспериментальной группе после моделирования полнослойной механической раны кожных покровов (10 % от площади поверхности тела животного) на раневую поверхность накладывали хитозан-сополиамидные покрытия. Наблюдение за животными осуществляли в течение четырех недель.

Морфологическое исследование образцов рубцовой ткани проводили после 28 суток наблюдения; животных выводили из эксперимента и отбирали образцы ткани из области раны. Образцы фиксировали 10%-м раствором нейтрального формалина на фосфатном буфере ($\text{pH} = 7,4$) в течение суток, после чего обезживали в растворах этанола с возрастающей концентрацией и заливали в парафиновые блоки. Парафиновые срезы толщиной 5 мкм окрашивали гематоксилином и эозином (Bio-Optica, Италия). Микроскопический анализ и фиксацию изображения проводили с использованием микроскопа Leica DM750 (Германия).

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Наблюдение за животными контрольной группы показало, что в 11 % случаев

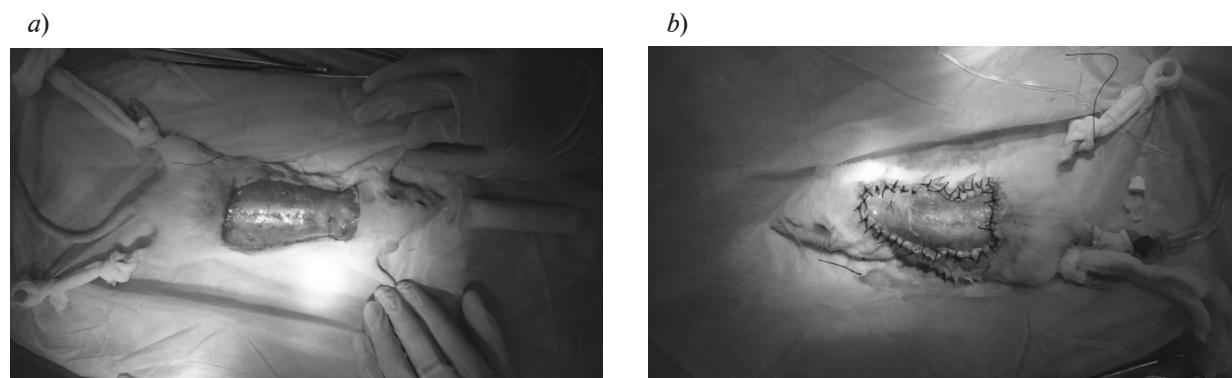


Рис. 2. Формирование скальпированной раны у крысы до (a) и после (b) наложения швов

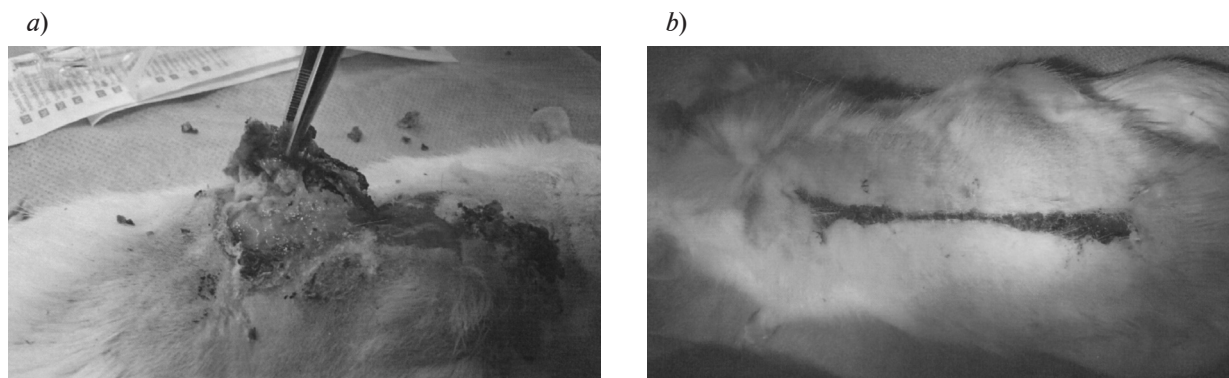


Рис. 3. Внешний вид раневой поверхности травмированных животных из контрольной (а) и экспериментальной (b) групп; особям экспериментальной группы после травмирования накладывали композиционное раневое покрытие

наблюдалась летальность, гнойные осложнения составляли 100 % случаев, причем в 11% случаев наблюдалось обширное скопление гноя под струпом (рис. 3, а). Гистологическое исследование рубцовой тка-

ни (рис. 4, а) показало наличие большого количество сосудов капиллярного типа и плотного инфильтрата.

В экспериментальной группе выживаемость составляла 100 %, площадь рубца

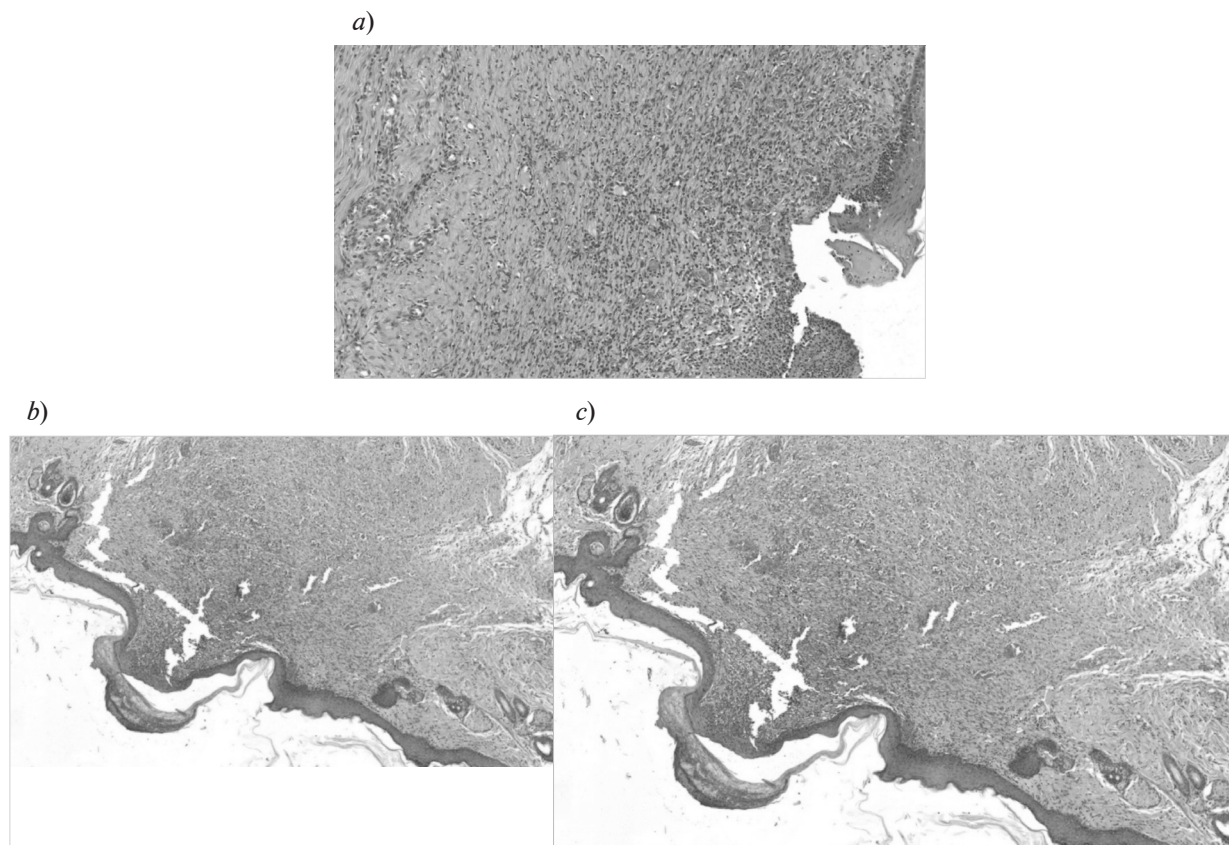


Рис. 4. Микрофотографии гистологических срезов ткани в области рубца у крыс контрольной (а) и экспериментальной (b, c) групп. Увеличение в 10 (a, c) и в 5 (b) раз

была значительно меньше, по сравнению с таковой в контрольной группе. Во всех случаях этой группы животных наблюдалась полная эпителизация раневой поверхности (рис. 4, *b, c*). Гистологическое исследование рубцовой ткани также показало наличие небольшого количества сосудов капиллярного типа, а также незначительного количества клеток инфильтрата (рис. 4, *b, c*).

Морфологическое исследование показало, что в контрольной группе в области формирования рубца отмечалось преобла-

дание нейтрофильных лейкоцитов над другими клетками инфильтрата, созревание грануляционной ткани менее выражено. Эта ткань занимает относительно большую площадь по сравнению с экспериментальной группой.

В экспериментальной группе только в отдельных случаях наблюдали полную эпидермизацию раневой поверхности (рис. 4, *b, c*) и формирование молодой соединительной ткани. Последняя имела относительно меньшую площадь, по срав-

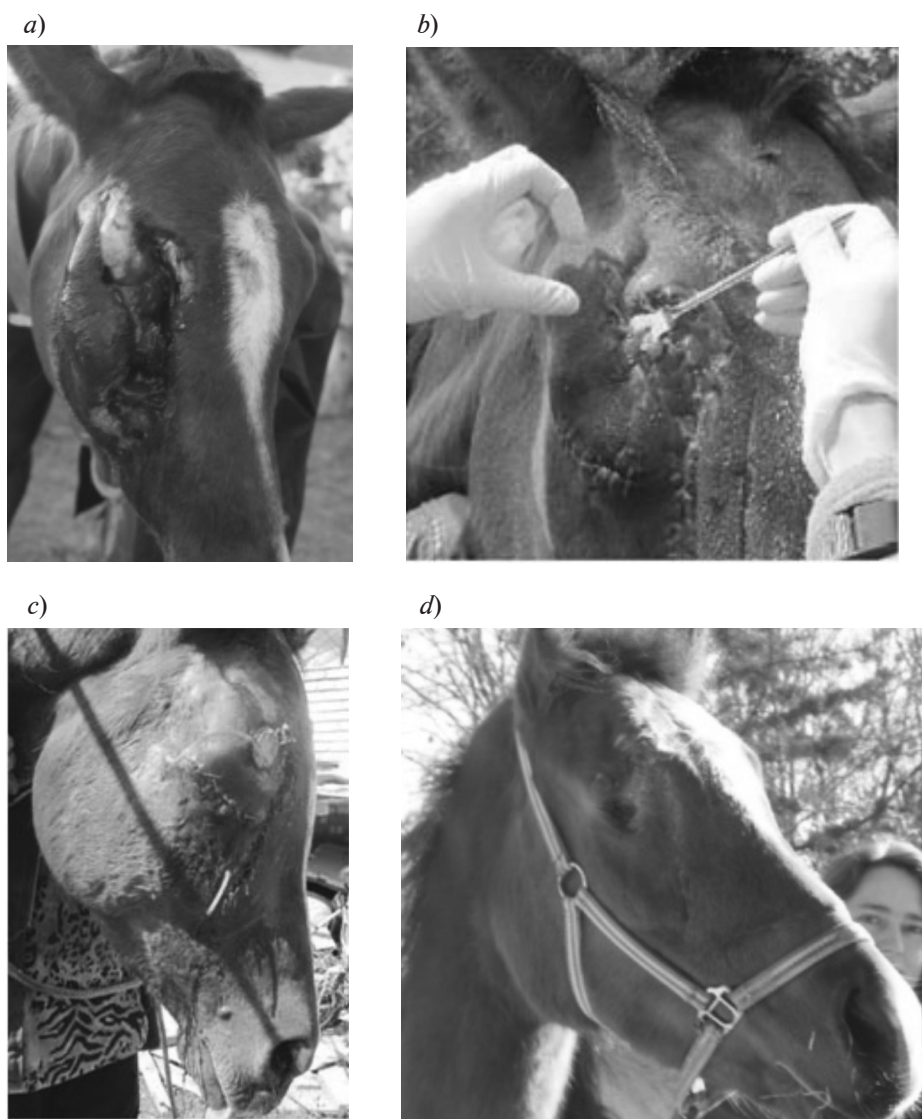


Рис. 5. Результат применения реконструктивных и регенеративных технологий для лечения травмированной лошади:

a — повреждение костей черепа, кожи и мягких тканей головы, *b* — аппликация тромбоцитарного геля в зону дефицита тканей, *c* — использование раневого покрытия, *d* — положительный результат лечения



нению с контролем. Данные морфологические признаки свидетельствуют о более интенсивной регенерации раневой поверхности у экспериментальных животных в результате использования разработанного раневого покрытия.

Эффективность использования тромбоцитарного геля для регенерации ткани показана в приведенных ниже клинических случаях.

Описание клинических случаев

Случай 1. В результате аварии лошадь получила обширную травму черепа, включающую повреждение кожи и подлежащих мягких тканей головы (рис. 5, *a*). После проведения хирургической реконструкции для более эффективной регенерации были использованы технологии регенеративной медицины. На участок с дефектом кожи и мягких тканей был апплицирован аутологичный тромбоцитарный гель (рис. 5, *b*), сверху повреждение было закрыто раневым покрытием (рис. 5, *c*). Кроме того, по границе раны проведены два раунда (с промежутком в две недели) подкожных инъекций аутологичной, богатой тромбоцитами плаз-

мы. В результате проведенного лечения наблюдалось заживление повреждения в течение одного месяца и эффективная реабилитация животного (рис. 5, *d*).

Случай 2. В результате несчастного случая лошадь получила рваную рану в дистальном отделе конечности (рис. 6, *a*). К моменту проведения лечения рана была инфицирована. На участок с дефектом кожи и мягких тканей был апплицирован аутологичный тромбоцитарный гель, сверху повреждение было закрыто экспериментальным раневым покрытием. Кроме того, по границе раны проведены два раунда (с промежутком в две недели) подкожных инъекций аутологичной, богатой тромбоцитами плазмы.

Результатом лечения стало угнетение инфекционных процессов в ране и быстрая регенерация в месте повреждения (рис. 6, *b*).

Заключение

Полученные результаты лечения с использованием экспериментов *in vivo* и клинических случаев из ветеринарной практики свидетельствуют об эффективности применения описанных технологических

a)



b)

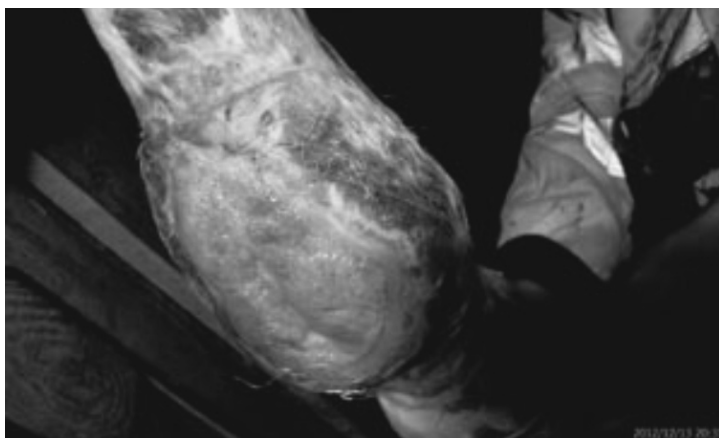


Рис. 6. Рваная рана на дистальной части конечности лошади (*a*) и результат применения регенеративных технологий (*b*)

подходов для лечения повреждений кожи и мягких тканей различной этиологии. Сконструированное комбинированное раневое покрытие на основе нановолокон СПА и хитозана обладает всеми необходимыми свойствами: биосовместимостью, удобством использования, антимикробным и способствующим регенерации тканей действием. Лечебный эффект возрастает при одновременном применении аутологичных продуктов сепарации крови – тромбоцитарного геля и богатой тромбоцитами плазмы. До-

ступность, безопасность и эффективность способа сочетанного применения композиционных раневых покрытий и аутологичных продуктов сепарации крови определяют целесообразность использования технологии в травматолого-ортопедической практике с целью стимуляции репаративного процесса и профилактики дистрофических изменений ткани и инфекционных осложнений.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта № 14-33-00003 Российского научного фонда.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Mi F.-L., Shyu Sh.-Sh., Wu Yu-B., Lee S.-T., Shyong J.-Y., Huang R.-N. Fabrication and characterization of a sponge-like asymmetric chitosan membrane as a wound dressing // *Biomaterials*. 2001. Vol. 22. No. 2. Pp. 165–173.
- [2] Campbell T.D., Wiesmann W.P., McCarthy S.J. Method for preparing a compressed wound dressing. United States Patent 8313474. 2012.
- [3] Johnson R., Tumey D. Biocompatible wound dressing. BS Patent 0095421. 2012
- [4] Baumgartner P.K. Electrostatic spinning of acrylic microfibers // *J. Coll. Inter. Sci.* 1971. Vol. 36. No. 4. Pp. 71–79.
- [5] Dobrovolskaya I.P., Popryadukhin P.V., Yudin V.E., Ivan'kova E.M., Elokhovskiy V.Yu., Weishauptova Z., Balik K. Structure and properties of porous films based on aliphatic copolyamide developed for cellular technologies // *Journal of Material Science: Materials in Medicine*. 2015. Vol. 26. Pp. 46–56.
- [6] Sill T.J., von Recum H.A. Electrospinning: applications in drug delivery and tissue engineering // *Biomaterials*. 2008. Vol. 29. No. 13. Pp. 1989–2006.
- [7] Schiffman J.D., Schauer C.L. A review electrospinning of biopolymer nanofibers and their applications // *Polymer Reviews*. 2008. Vol. 48. No. 2. Pp. 317–352.
- [8] Spasova M., Manolova N., Paneva D., Rashkov I. Preparation of chitosan-containing nanofibers by electrospinning of chitosan/poly(ethylene oxide) blend solutions // *e-Polymers*. 2004. Vol. 56. Pp. 1–12.
- [9] Li L., Hsieh Y.-L. Chitosan bicomponent nanofibers and nanoporous fibers // *Carbohydr. Res.* 2006. Vol. 341. No. 3. Pp. 374–381.
- [10] Zhang Y., Huang X., Duan B., Wu L., Li S., Yuan X. Preparation of electrospun chitosan/poly(vinyl alcohol) membranes // *Colloid. Polym. Sci.* 2007. Vol. 285. No. 8. Pp. 855–863.
- [11] Yudin V.E., Dobrovolskaya I.P., Neelov I.M., Dresvyannina E.N., Popryadukhin P.V., Ivan'kova E.M., Elokhovskii V.Yu., Kasatkin I.A., Okrugin B. M., Morganti P. Wet spinning of fibers made of chitosan and chitin nanofibrils // *Carbohydrate Polymers*. 2014. Vol. 108. Pp. 176–182.
- [12] Добровольская И.П., Лебедева И.О., Попрыдухин П.В., Юдин В.Е. Электроформование композиционных нановолокон на основе хитозана, полиэтиленоксида и нанофибрилл хитина // *Высокомолекулярные соединения. Сер. А*. 2016. Т. 58. № 2. С. 1–9.
- [13] Polak J.M., Hench L.L., Kemp P. Future strategies for tissue and organ replacement // London. Imperial College Press. 2002. Pp. 3–24.
- [14] Fréchet J.-P., Martineau I., Gagnon G. Platelet-rich plasmas: growth factor content and roles in wound healing // *J. Dent. Res.* 2005. Vol. 84. No. 5. Pp. 434–439.
- [15] Кириллова И.А., Фомичев Н.Г., Подорожная В.Т. Сочетанное использование остеопластики и обогащенной тромбоцитами плазмы в травматологии и ортопедии (обзор) // *Травматология и ортопедия России*. 2008. Т. 3. № 49. С. 63–67.
- [16] Everts P.A., Knappe J.T., Weibrich G., Schönberger J.P., Hoffmann J., Overdevest E.P., Box H.A., van Zundert A.J. Platelet-rich plasma and platelet gel: a review // *Extra Corpor Technol.* 2006. Vol. 38. No. 2. Pp. 174–187.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

СМИРНОВА Наталья Владимировна – кандидат биологических наук, научный сотрудник кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
nvsмирnoff@yandex.ru



ПЕТРОВА Наталья Олеговна — ветеринарный врач биотехнологической компании «БИОКАД». 198515, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, пос. Стрельна, ул. Связи., 34а
nataly_petrova@mail.ru

ЛЕБЕДЕВА Инна Олеговна — аспирантка кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
innale@list.ru

ПОПРЯДУХИН Павел Васильевич — кандидат технических наук, научный сотрудник кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
pavel-pn@mail.ru

ДОБРОВОЛЬСКАЯ Ирина Петровна — доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
zair2@mail.ru

ЮДИН Владимир Евгеньевич — доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией «Полимерные материалы для тканевой инженерии и трансплантологии» кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. 195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
yudin@hq.macro.ru

Smirnova N.V., Petrova N.O., Lebedeva I.O., Popryadukhin P.V., Dobrovalskaya I.P., Yudin V.E. TISSUE RECONSTRUCTION OF SKIN FAILUES AND SOFT-TISSUE INJURIES USING REGENERATIVE MEDICINE METHODS.

The electrospinning technique has been used to manufacture the composite material based on nanofibers made of aliphatic copolyamide and composite nanofibers made of chitosan and chitin nanofibrils. Experimental *in vivo* studies of the material worked out as wound covering were carried out to treat the vast and multilayered wound on the rat's back. After 28 days and nights of observation the complete epithelialization of the wound surface was established to occur in the experimental rat group. Histological analysis of scar tissue showed the presence of small minority of capillaries and a low amount of infiltrate cells. The survival of animals was 100 %. At the same time, in the control group of animals, the lethality was observed in 11 % of cases, and suppurative complications were observed in 100 % of cases. To increase the rate of tissue regeneration, and to reduce the infection probability the thrombocyte gel prepared from the peripheral blood of the patients was used. The curative effect was proved to increase when applied simultaneously the wound coatings and autologous blood product separation — thrombocyte gel and platelet-rich plasma.

ALIPHATIC COPOLYAMIDE, CHITOSAN, CHITIN NANOFIBRILLA, ELECTROSPINNING, WOUND COVERING, COMPOSITE NANOFIBER.

REFERENCES

- [1] F.-L. Mi, Sh.-Sh. Shyu, Yu.-B. Wu, et al., Fabrication and characterization of a sponge-like asymmetric chitosan membrane as a wound dressing, *Biomaterials*. 22 (2) (2001) 165–173.
- [2] T.D. Campbell, W.P. Wiesmann, S.J. McCarthy, Method for preparing a compressed wound dressing, United States Patent 8313474 (2012).
- [3] R. Johnson, D. Tumey, Biocompatible wound dressing, BS Patent 0095421 (2012).
- [4] P.K. Baumgartner, Electrostatic spinning of acrylic microfibers, *J. Coll. Inter. Sci.* 36 (4) (1971) 71–79.
- [5] I.P. Dobrovalskaya, P.V. Popryadukhin, V.E. Yudin, et al., Structure and properties of porous films based on aliphatic copolyamide developed for cellular technologies, *Journal of Material Science: Materials in medicine*. 26 (2015) 46–56.
- [6] T.J. Sill, H.A. von Recum, Electrospinning: applications in drug delivery and tissue engineering, *Biomaterials*. 29 (13) (2008) 1989–2006.
- [7] J.D. Schiffman, C.L. Schauer, A review

electrospinning of biopolymer nanofibers and their applications, *Polymer Reviews*. 48 (2) (2008) 317–352.

[8] **M. Spasova, N. Manolova, D. Paneva, I. Rashkov**, Preparation of chitosan-containing nanofibers by electrospinning of chitosan/poly(ethylene oxide) blend solutions, *e-Polymers*. 56 (2004) 1–12.

[9] **L. Li, Y.-L. Hsieh**, Chitosan bicomponent nanofibers and nanoporous fibers, *Carbohydr. Res.* 341 (3) (2006) 374–381.

[10] **Y. Zhang, X. Huang, B. Duan, et al.**, Preparation of electrospun chitosan/poly(vinyl alcohol) membranes, *Colloid Polym. Sci.* 285 (8) (2007) 855–863.

[11] **V.E. Yudin, I.P. Dobrovolskaya, I. Neelov, et al.**, Wet spinning of fibers made of chitosan and chitin nanofibrils, *Carbohydrate Polymers*. 108 (2014) 176–182.

[12] **I.P. Dobrovolskaya, I.O. Lebedeva, P.V. Popryadukhin, V.E. Yudin**, Elektroformovaniye kompozitsionnykh nanovolokon na osnove

khitozana, polietilen oksida i nanofibrill khitina [Electrospinning of composite nanofibers based on chitosan, poly(ethylene oxide) and chitin nanofibrils], *Vysokomol. Soyed., Ser. A*. 58 (2) (2016) 1–9.

[13] **J.M. Polak, L.L. Hench, P. Kemp**, Future strategies for tissue and organ replacement, London, Imperial College Press. (2002) 3 – 24.

[14] **J.-P. Fréchet, I. Martineau, G. Gagnon**, Platelet-rich plasmas: growth factor content and roles in wound healing, *J. Dent. Res.* 2005. 84 (5) (2005) 434–439.

[15] **I.A. Kirillova, N.G. Fomichev, V.T. Podorozhnaya**, Sochetannoye ispolzovaniye osteoplastiki i obogashchennoy trombotsitami plazmy v travmatologii i ortopedii. Obzor [Combined employment of osteoplasty and thrombocyte-enriched plasma in traumatology and orthopaedy], *Travmatologiya i Ortopediya Rossii*. 3(49) (2008) 63–67.

[16] **P.A. Everts., J.T. Knappe, G. Weibrich, et al.**, Platelet-rich plasma and platelet gel: a review, *Extra Corpor. Technol.* 38(2) (2006) 174–187.

THE AUTHORS

SMIRNOVA Natalia V.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
nvsmirnoff@yandex.ru

PETROVA Natalia O.

Biotechnological company "BIOCAD"
34a Svyazi St., Strelna, St. Petersburg, 198515, Russian Federation
nataly_petrova@mail.ru

LEBEDEVA Inna O.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
innale@list.ru

POPRYADUHIN Pavel V.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
pavel-pn@mail.ru

DOBROVALSKAYA Irina P.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
zair2@mail.ru

YUDIN Vladimir E.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
yudin@hq.macro.ru



DOI: 10.5862/JPM.253.13

УДК: 612.82

Д.П. Чернюк¹, О.Л. Власова¹,
И.Б. Безпрозванный^{1,2}, Е.А. Попугаева¹

¹Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Россия

² Юго-Западный медицинский центр университета Техаса, США

СНИЖЕНИЕ ЧИСЛА АМИЛОИДНЫХ БЛЯШЕК В КОРЕ ГОЛОВНОГО МОЗГА МЫШЕЙ ПУТЕМ ГИПЕРЭКСПРЕССИИ БЕЛКА STIM2

Исследована роль сигнального пути STIM2–зависимый нейрональный депо-управляемый вход кальция (STIM2–nSOCE) на модели болезни Альцгеймера — мышцах линии 5×FAD, экспрессирующих одновременно пресенилиновую и амилоидную токсичность. Обнаружено, что экспрессия белка STIM2 снижается в гиппокампе взрослых мышей 5FAD (возраст 4 и 6 месяцев). Показано, что одновременно с белком STIM2 снижается экспрессия синаптического маркера, белка PSD95. Обнаружено, что гиперэкспрессия белка STIM2 в гиппокампе взрослой мыши снижает в три раза количество амилоидных бляшек в коре головного мозга мышей 5×FAD. Полученные результаты подтверждают научную гипотезу, согласно которой активация STIM2–nSOCE может иметь терапевтический эффект для лечения болезни Альцгеймера.

БОЛЕЗНЬ АЛЬЦГЕЙМЕРА, АМИЛОИДНАЯ ТОКСИЧНОСТЬ, НЕЙРОНАЛЬНЫЙ ДЕПО-УПРАВЛЯЕМЫЙ ВХОД КАЛЬЦИЯ, STIM2.

Введение

Болезнь Альцгеймера (БА) — это нейродегенеративное заболевание, характеризующееся когнитивными нарушениями, в частности потерей памяти. Большинство случаев БА являются спорадическими, возникающими в преклонном возрасте (старше 60 лет). Однако в 1 – 2 % случаев заболевание имеет наследственную природу и возникает в результате мутаций в генах, кодирующих белки пресенилины 1 и 2 (PS1 и PS2 соответственно), а также белок-предшественник амилоида (APP). Первые признаки наследственной формы БА могут появляться уже в возрасте 40 – 50 лет [1 – 3].

На данном этапе научных исследований существует несколько гипотез возникновения и развития БА. Доминантной считается амилоидная гипотеза, согласно которой основным токсичным компонентом нейронов выступает бета-амилоид — продукт нарушенного протеолиза белка APP [4]. С целью разработки терапевтических агентов, направленных на снижение количе-

ства бета-амилоида в головном мозге, было предпринято немало исследований, однако ни одно из них не увенчалось успехом [5, 6]. Таким образом, поиск терапевтических мишеней вне амилоидного патогенеза становится актуальной задачей нейробиологии.

В наших предыдущих исследованиях мы показали, что в клеточных и животных моделях БА наблюдается нарушение регуляции депо-управляемого входа кальция в нейроны (nSOCE — neuronal Store-Operated Calcium Entry) [7 – 9]. Это служит причиной нарушения стабильности синаптических контактов — непосредственных участников физиологических процессов формирования и хранения памяти. Мы показали, что активация пути nSOCE может предотвратить развитие БА. Предыдущие исследования были выполнены на клеточных и животных моделях БА, имитирующих в отдельности либо пресенилиновую, либо амилоидную токсичность. Однако каждая из этих моделей не воспроизводила клиническую картину БА, наблюдаемую у людей. Поэтому, если рассматривать путь nSOCE в качестве

мишени для разработки лекарственных препаратов, то необходимо прежде всего доказать, что активация данного пути способна остановить патогенез БА в более агрессивных условиях, таких как присутствие обеих токсичностей одновременно.

Постановка задачи

Для исследования БА в лабораторных условиях используются различные мышинные модели наследственной формы БА (НБА), которые представляют собой линии трансгенных мышей с той или иной мутацией, вызывающей БА. Ранее в нашей лаборатории были исследованы две модели НБА:

пресенилиновая — PS1-M146V, которая предполагает наличие мутации в гене, кодирующем белок пресенилин [7];

амилоидная — APPK1, предполагающая наличие мутации в гене, кодирующем APP [9].

Недавно в нашей лаборатории была разработана еще одна, но уже клеточная модель, которая была названа моделью низкой амилоидной токсичности [8].

Для каждой из этих моделей было доказано, что болезнь Альцгеймера является по своей сути болезнью синаптической недостаточности, при которой нарушается путь nSOCE, зависимый от STIM2 (стромальная молекула взаимодействия 2).

Для того чтобы доказать, что нарушение указанного пути лежит в основе патогенеза БА, необходимо было исследовать роль данного синаптического пути в моделях БА, совмещающих в себе обе токсичности: амилоидную и пресенилиновую. Присутствие обеих токсичностей дает более сильный (по сравнению с наличием только одной) фенотип, который характеризуется серьезными когнитивными нарушениями в раннем возрасте.

Цель настоящей работы — выяснить, может ли активация пути STIM2 – nSOCE замедлить развитие болезни в условиях агрессивного фенотипа.

Для решения поставленной задачи были выбраны мыши линии 5×FAD. Такая мышинная модель НБА содержит пять мутаций: три в гене APP и две в гене PSEN1. Мыши

линии 5×FAD демонстрируют агрессивный фенотип БА, который проявляется в серьезных когнитивных нарушениях мозговых функций трансгенных мышей уже в возрасте 4 – 5 месяцев и характеризуется массивной гиперпродукцией амилоидных бляшек в кортексе и гиппокампе этих мышей.

Нарушение пути STIM2 – nSOCE мы оценивали через анализ экспрессии белка STIM2 в гиппокампе взрослых мышей 5×FAD (возраст 4 и 6 месяцев), используя метод Вестерн-блот.

Активация пути STIM2 – nSOCE достигалась за счет вирус-опосредованной гиперэкспрессии белка STIM2 в гиппокампе взрослых мышей. Доставку вируса в гиппокамп осуществляли при помощи стереотаксических инъекций в CA1-область гиппокампа.

Объекты и методы исследования

Мыши. 5×FAD (5 Familial Alzheimer's Disease, MMRC, #34840), мышинная модель НБА, представляет собой линию трансгенных мышей с пятью мутациями: три в генах человеческого APP-белка (Swedish (K670N/M671L), Florida (I716V), London (V717I)) и две в генах пресенилина 1 (M146L, L286V). Мышей содержали в виварии Лаборатории молекулярной нейродегенерации Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого с 12-часовым световым циклом.

Вирусы. В работе использовали аденоассоциированные вирусы второго типа (AAV2/1).

Первый вирус — AAV2/1CMVSTIM2WThrGFP — аденоассоциированный вирус второго типа (AAV2 — Adeno-Associated dependoparvoVirus 2), несущий мышинный ген STIM2, конъюгированный с флуоресцентным белком GFP (Green Fluorescent Protein), с титром, содержащим 10^{13} вирусных частиц на миллилитр. Аденоассоциированный вирус не может самостоятельно реплицироваться, но может встраивать свой геном в геном хозяина. AAV2 является строго специфичным к нейронам. Указанный вирус был наработан в комплексе Gene Transfer Vector Core Уни-



верситета штата Айовы (г. Эймс, США), в бакуловирусной экспрессирующей системе. При инъекции он вызывает гиперэкспрессию белка STIM2.

Второй вирус — AAV2/1CMVNLS-GFP — аденоассоциированный вирус второго типа, несущий ген GFP, с титром 10^{13} вирусных частиц на миллилитр. NLS (Nuclear Localization Signal) означает, что белок GFP экспрессируется только в ядре нейрона. Этот вирус был наработан там же, где первый, и использовался в данной работе в качестве контрольного.

Генотипирование мышей. Наличие трансгена в мышинных особях линии 5×FAD проверяли при помощи процедуры генотипирования. Необходимый ДНК-материал выделяли из кончика хвоста животного. Кончик хвоста мыши, помещенный в 125 мкл SNET буфера (20 mM Tris-HCl, 5 mM EDTA, 400 mM NaCl, 1% SDS (pH = 8)) с добавлением 10 мкл протеиназы K, растворенной в воде в концентрации 10 мг/мл, инкубировали при температуре 55°C от 2 до 16 ч. Далее в реакционную смесь добавляли 160 мкл смеси фенол-хороформ-изоамиловый спирт в пропорции 25 : 24 : 1. Содержимое пробирки тщательно перемешивали и центрифугировали со скоростью 14000 об/мин в течение 10 мин при комнатной температуре. Верхнюю фракцию, содержащую ДНК, переносили в чистую пробирку и хранили при температуре +4°C. Наличие трансгена проверяли при помощи полимеразной цепной реакции (ПЦР) с использованием праймеров, специфичных для вставки, вызывающей экспрессию трансгенных (человеческих) генов PSEN1 и APP в отдельных нейронах мозга. Используются следующие праймеры:

пара праймеров для определения трансгена PSEN1

5' AAT AGA GAA
CGG CAG GAG CA 3'
и
5' GCC ATG AGG
GCA CTA ATC AT 3'

(фланкирует участок ДНК длиной 600 нуклеотидных пар оснований);

пара праймеров для определения трансгена APP

5' AGG ACT GAC
CAC TCG ACC AG 3'
и
5' CGG GGG TCT
AGT TCT GCA T 3'

(фланкирует участок ДНК длиной 350 нуклеотидных пар оснований);

пара контрольных праймеров

5' CTA GGC CAC AGA
ATT GAA AGA TCT 3'

и
5' GTA GGT GGA AAT
TCT AGC ATC ATC C 3'

(фланкирует участок ДНК длиной 324 нуклеотидных пары оснований).

Приготовление лизатов гиппокампа.

Мышам в возрасте 4 и 6 месяцев проводили транскардиальную перфузию холодным фосфатным буфером со скоростью 3 мл/мин в течение 10 мин. Перед этим мышь анестезировали 200 мкл раствора уретана (Sigma, U2500-250G) в физиологическом растворе (0,9% NaCl), в концентрации 300 мг/мл. Гиппокамп был извлечен, гомогенизирован и лизирован в буфере со следующим химическим составом, mM: NaCl 137, KCl 2,7, Na_2HPO_4 4,3, KH_2PO_4 1,4, EDTA 5,0, EGTA 5,0, PMSF 1,0, NaF 50, Na_3VO_4 1,0 (pH = 7,2); 1 % CHAPS, ингибиторы протеаз (1 табл. на 100 мл лизирующего буфера, SIGMAFAST Protease Inhibitor tablets, Sigma, S8820-20TAB) и фосфатаз (200 мкл на 100 мл лизирующего буфера, Phosphatase Inhibitor Cocktail, Sigma, P0044-5ML).

Лизирование гиппокампа проводили в течение 1 ч при температуре +4 °C. Далее лизат центрифугировали 10 мин со скоростью 14000 об/мин. Надосадочную жидкость собирали и хранили при температуре -20 °C.

Вестерн-блот анализ. Белки, содержащиеся в лизатах гиппокампов, разделяли электрофоретическим методом в полиакриламидном геле состава: 0,375 М трис-HCl

(pH = 8,8), 0,1 % SDS, 0,1% TEMED, 10 % акриламид, 0,3 % бис-акриламид.

Белки переносили на мембрану из поливинилиденфторида при подаче напряжения 20 В в течение 16 ч. Далее мембрану блокировали в 5 %-м растворе альбумина бычьего сывороточного (BSA) в TBST (50 mM трис, 150 mM NaCl, 0,1% Tween-20 (pH = 7,6)) в течение 1 ч. Содержание различных белков в пробах было проанализировано при помощи антител (перечислены далее).

Первичные антитела: кроличьи anti-STIM2 pAb (1 : 1000, AnaSpec, 54681), мышинные anti-PSD95 (1 : 1000, Cell Signaling, 3450s), мышинные anti-actin clone C4 (1 : 1000, Millipore, MAB1501) и мышинные anti-Beta Amyloid 1–16 (6E10) (1 : 1000, Covance, SIG-39320-500).

Вторичные антитела: anti-rabbit (анти-кроличьи) HRP-conjugated (1:2000, DAKO, P0448) и anti-mouse (антимышинные) HRP-conjugated (1:2000, DAKO, P0447).

Мембрану обрабатывали первичными антителами в течение 2 ч при комнатной температуре или 16 ч при температуре +4 °C. Обработка мембраны вторичными антителами длилась 1 ч при комнатной температуре. После обработки каждой из соответствующих друг другу первичных и вторичных антител мембрану отмывали 5 раз по 5 мин в TBST. Для проявления мембрану инкубировали в течение 1 мин в реагенте, вызывающем хемилюминесценцию (8,5 мл воды, 1,5 мл трис (pH = 8,8), 50 мкл люминола (44 мг/мл), 22 мкл кумаровой кислоты (15 мг/мл), 7 мкл 30%-й перекиси водорода). Сигналы хемилюминесценции регистрировали на рентгеновскую пленку (Medical X-Ray screen film blue sensitive, CEA), их изображения сканировали и сохраняли в формате tiff. Анализ полученных данных проводили с использованием программы Quantity One (программное обеспечение компании BioRad). Измеренный объем зоны исследуемого белка в каждом образце (произведение интенсивности сигнала хемилюминесценции на его площадь) делили на объем зоны актина того же образца, и полученное частное усредняли по трем значениям в каждой группе.

Стереотаксические инъекции вирусов в СА1-область гиппокампа мышей. Для стереотаксических инъекций использовались мыши в возрасте 2 мес. Экспериментальной группе мышей вводили вирус AAV2-STIM2 в объеме 3 мкл. За точку с координатами (0,0,0) принимали положение брегма на черепе. Инъекции проводили билатерально с использованием следующих координат:

угол 10° в плоскости *medial/lateral*;

расстояния были +2,0 мм в плоскости *anterior/posterior*,

+2,6 мм в плоскости *medial/lateral*,

+1,9 мм в плоскости *dorsal/ventral*.

Инъекции проводили со скоростью 0,5 мкл/мин. Каждая экспериментальная группа включала три мыши. Обезболивание животных проводили двумя последовательными внутрибрюшинными инъекциями анестезирующего раствора на основе уретана и ксилазина (4 мл 0,9%-го NaCl, 1 мл препарата Рометар (действующее вещество — ксилазина гидрохлорид), 200 мг уретана (Sigma, U2500-250G)) с интервалом в 10 мин. После операции мышь выводили из наркоза посредством внутрибрюшинного введения 100 мкл раствора препарата Антиседан (0,5 мл препарата (действующее вещество — атипамезол гидрохлорид) в 7 мл 0,9%-го NaCl). Во время операции и реабилитации оптимальную температуру тела мыши поддерживали при помощи термостатируемого коврика (Temperature Controller, RWD Life Science CO., Ltd).

Приготовление тонких срезов головного мозга мыши. Через 6 недель инъектированные мыши были перфузированы холодным 4%-м раствором PFA; затем у них проводили экстракцию головного мозга, который на одну ночь помещали в 4%-й раствор PFA, а на следующий день эту жидкую среду заменяли 30%-м раствором сахарозы. После этого с каждого мозга были сделаны тонкие (50 мкм) срезы при помощи вибротома (VIBRATOME 1000 Microtome, IMEB), инструмента с вибрирующим лезвием. Срезы хранили в 0,1%-м растворе NaN₃ в PBS.

Иммуногистохимическое окрашивание тонких срезов антителами, специфичными к бета-амилоиду. Детектирование амилоидных (A β)-бляшек в тонких срезах осуществ-



вляли при помощи метода иммуногистохимического окрашивания. Для этого срезы сначала промывали в PBS с 0,25%-м содержанием детергента Triton X-100, затем блокировали 5%-м BSA, разведенным в PBS, содержащем 0,25% Triton X-100. После этого срезы инкубировали одну ночь в растворе первичных антител 6E10 к A β (1:1000, раствор в PBS с 5%-м содержанием BSA и 0,125%-м содержанием Triton X-100). Первичные антитела 6E10 распознают аминокислотные остатки 1 – 16 в A β . После первичных антител срезы инкубировали два часа с вторичными антителами Alexa Fluor-594 (anti-mouse AlexaFluor 594, Invitrogen), растворенными в отношении 1:1000 в PBS с 5%-м содержанием BSA и 0,125%-м содержанием Triton X-100. После окрашивания необходимые области срезов фотографировали при помощи конфокального микроскопа (Thorlabs, США) с использованием 20-кратного объектива (UPlanSApo 20x/0.85 Oil, OLYMPUS).

Анализ количества амилоидных бляшек. После регистрации Z-серии снимков (21 кадр, сделанный в плоскости XY через 0,1 мкм по Z-оси, площадь каждого – 491 990 (мкм)²), полученных с конфокального микроскопа, использовали программу ImageJ, с помощью которой эти снимки суммировались по интенсивности. В результате с каждой Z-серии было получено более четкое и качественное изображение отснятой области. Далее эти изображения анализировали с использованием программы Icy (создана исследовательской группой Quantitative Image Analysis Unit в Институте Пастера (Париж, Франция)), которая определяла площадь, занимаемую бляшками – S_{pl} , (мкм)². Для данной операции была использована функция Spot Detector.

Статистический анализ полученных данных. Указанный анализ проводили при помощи программного обеспечения Microsoft-EXCEL. Все результаты представлены как среднее арифметическое плюс-минус стандартная ошибка от среднего. Оценку значимости различий средних величин проводили при помощи двухвыборочного критерия Стьюдента. Уровень статистической значимости указан на графиках.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Уровень экспрессии ряда белков в гиппокампе мышей линии 5×FAD. Нами исследованы уровни экспрессии белков STIM2, PSD95 и актина в гиппокампальных лизатах мышей 5×FAD. Целью этого исследования было подтверждение тезиса, что мыши линии 5×FAD являются моделью БА, в которой присутствует синаптическая потеря и нарушается путь STIM2 – nSOCE. Для сравнения получены данные для четырех- и шестимесячных мышей. Контрольным экспериментом служила экспрессия исследуемых белков в лизатах мышей дикого типа того же возраста. Для подтверждения экспрессии трансгенного белка APP был выполнен Вестерн-блот анализ с использованием амилоид-специфичных антител 6E10 (Covance), результаты которого представлены на рис. 1, а. График на рис. 1, b демонстрирует результаты количественного анализа экспрессии указанных белков. Данные для белков STIM2 и PSD95 нормированы на Актин. Окраску на актин использовали в качестве контроля равномерной нагрузки белка, а окраску на APP – в качестве доказательства экспрессии трансгена в группе мышей.

Результаты Вестерн-блот анализа свидетельствуют о том, что снижение экспрессии исследуемых белков наблюдается у всех трансгенных мышей линии 5×FAD, но у 6-месячных (номера 6 и 8) это снижение выражено сильнее, особенно для белка STIM2. У 4-месячных трансгенных мышей линии 5×FAD экспрессия белка STIM2 (2 и 4) снижена на 20 % по сравнению с контрольной группой. Для этой группы была также обнаружена тенденция к снижению уровня экспрессии белка PSD95, однако она не достигла статистически значимой разницы (см. рис. 1, а). У мышей 5×FAD в возрасте 6 месяцев экспрессия белка STIM2 снижалась более чем на 75 %, а экспрессия PSD95 – на 50 %. Таким образом, можно сделать вывод о том, что путь STIM2 – nSOCE также нарушен в модели НБА, мышцах линии 5×FAD.

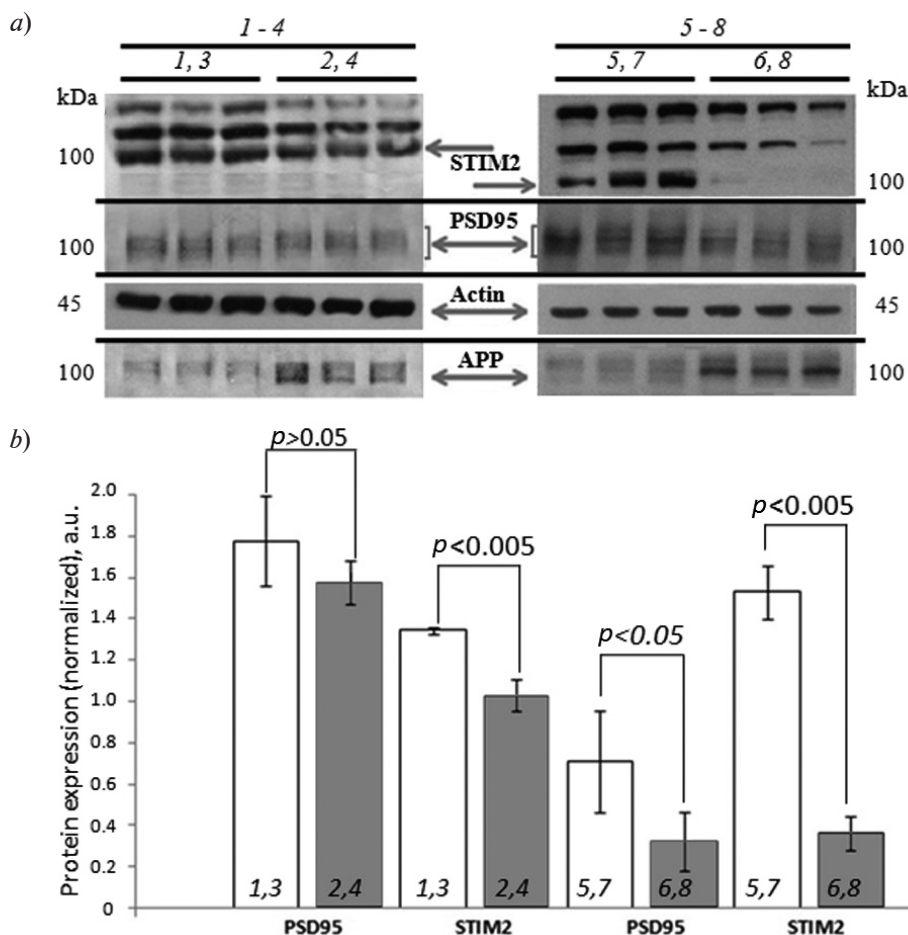


Рис. 1. Экспериментальные данные Вестерн-блот анализа экспрессии четырех белков (STIM2, PSD95, Actin и APP) (a) и результаты их количественного анализа (b). Экспрессия проанализирована в гиппокампальных лизатах 4-(номера 2,4) и 6-(6,8) месячных мышей 5×FAD и особей того же возраста из контрольной группы (1,3 и 5,7 соответственно). Буквой *p* обозначены уровни статистической значимости результатов

Количество амилоидных бляшек в головном мозге мышей линии 5×FAD. Мыши этой линии обладают сильным фенотипом, который проявляется в нарушении когнитивных функций в возрасте 4 – 5 месяцев, при этом накопление бляшек в головном мозге наблюдается уже на четвертом месяце. Для анализа количества указанных бляшек использовали метод иммуногистохимического окрашивания бета-амилоида (Aβ) с помощью амилоид-специфичных антител 6E10 (рис. 2, a). Иммуногистохимическое окрашивание производили в тонких срезах головного мозга мышей дикого типа (WT – Wild Type) и трансгенных мышей линии 5×FAD в возрасте 3,5 мес.

Из-за технических особенностей имеющегося в лаборатории конфокального микроскопа отсутствовала возможность визуализировать Aβ-бляшки на всей поверхности коронарного среза. Поэтому было принято решение визуализировать бета-амилоид в пяти различных областях коронарного среза мозга мыши (рис. 2, a). Распределение Aβ-бляшек на поверхности среза оказалось неравномерным. В частности было обнаружено, что амилоидные бляшки в основном присутствуют в коре головного мозга (cortex) и полностью отсутствуют в гиппокампе (hippocampus) исследуемых мышей (см. рис. 2, a).

Для количественного анализа числа

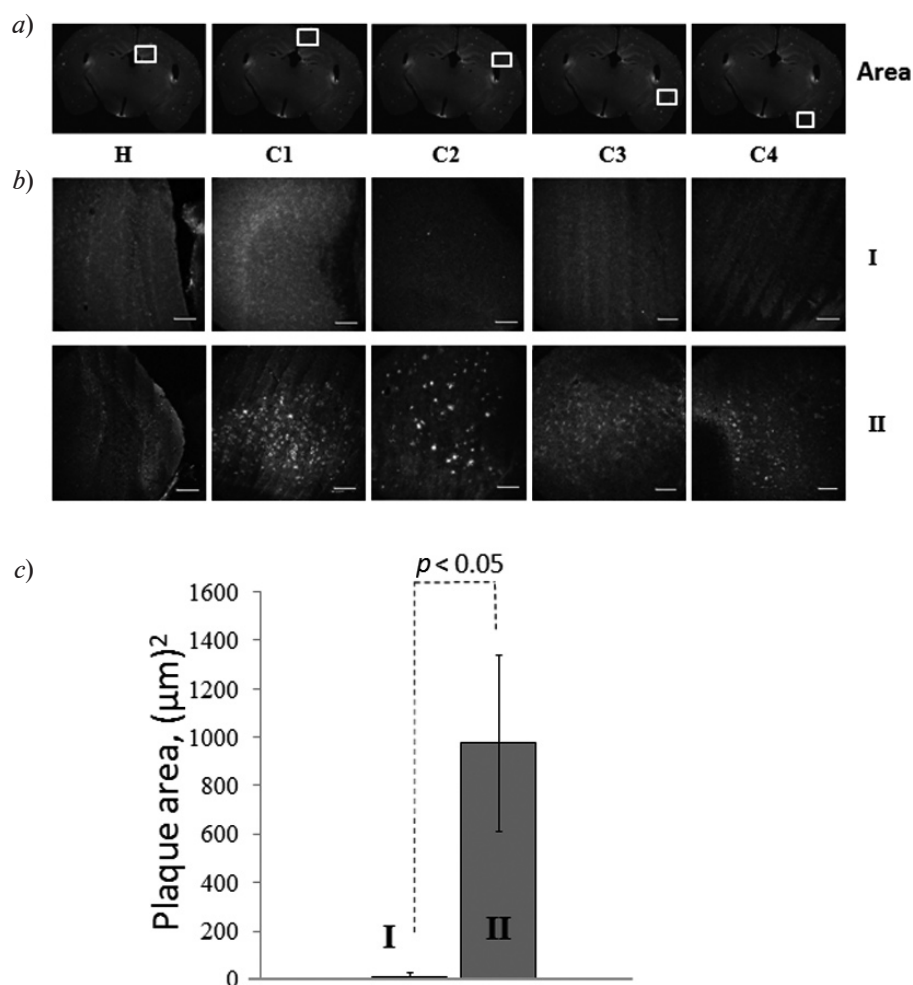


Рис. 2. Области визуализации (a) и анализ числа Аβ-бляшек (b,c) в корональных срезах головного мозга мышей WT (I) и 5×FAD (II) в возрасте 3,5 месяца.
(a): Н – гиппокамп, C1 – C4 (кора № 1 – № 4); (b): соответствующие тонкие срезы для мышей WT (I) и 5×FAD (II) с иммуногистохимическим окрашиванием амилоидных бляшек (масштабные отрезки соответствуют 100 мкм); (c): сравнение площадей, занимаемых бляшками на изучаемой области (C1), для мышей I и II

Аβ-бляшек была выбрана кора головного мозга; при этом были взяты его участки C1 (кора № 1), причем с наибольшей плотностью бляшек у мыши линии 5×FAD (рис. 2, b). Анализировали по три среза для трех мышей WT и трех мышей 5×FAD. На рис. 2, c представлены средние значения плюс-минус стандартные ошибки от среднего ($p < 0,05$).

Результаты окрашивания показали, что в мышях дикого типа полностью отсутствуют амилоидные бляшки (диаграмма I на рис. 2, c), а у мышей 5×FAD средняя площадь, занимаемая амилоидными бляшка-

ми, составила около 1000 (мкм)² (диаграмма II на рис. 2, c).

Эффект гиперэкспрессии белка STIM2. Ранее в исследованиях на моделях PS1-M146V, APPK1 наследственной формы болезни Альцгеймера и модели низкой амилоидной токсичности было показано, что гиперэкспрессия белка STIM2 восстанавливает путь STIM2 – nSOCE [7 – 9], и тем самым предотвращает синаптическую потерю и замедляет развитие болезни.

Для того чтобы изучить возможность замедлить развитие патогенеза БА путем гиперэкспрессии белка STIM2 в мышинной

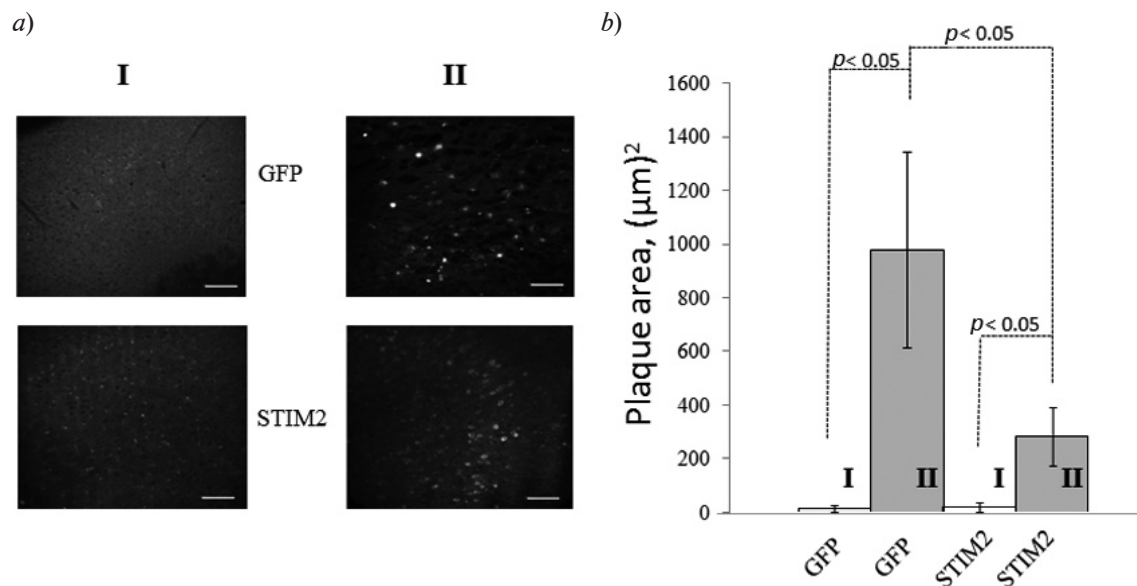


Рис. 3. Влияние гиперэкспрессии белка STIM2 на образование амилоидных бляшек в мозге 3,5-мес. мышей (анализ количества бляшек аналогичен представленному на рис. 2). (a): примеры иммуногистохимического окрашивания срезов у мышей I и II, инжестированных в 2-мес. возрасте вирусами AAV2/1CMVNLS-GFP (сокращенно GFP) и AAV2/1CMVSTIM2WThrGFP (сокращенно STIM2); (b): сравнение площадей, занимаемых бляшками на изучаемых областях, для мышей I и II

линии 5×FAD, в настоящей работе были проведены эксперименты, в которых указанная гиперэкспрессия в гиппокампах мышей линии 5×FAD достигалась при помощи стереотаксической инъекции вируса AAV2/1CMVSTIM2WThrGFP в область CA1 гиппокампа двухмесячных мышей. В качестве контроля использовали вирус AAV2/1CMVNLS-GFP. Он так же, как и первый вирус, инжестировался трем трансгенным и трем WT-мышам линии 5×FAD. Через шесть недель (мыши достигли возраста 3,5 месяцев) анализировали количество амилоидных бляшек при помощи иммуногистохимического окрашивания тонких срезов мозга (рис. 3).

Результаты, экспериментов, представленные на рис. 3, убедительно доказывают, что гиперэкспрессия белка STIM2 в три раза снижает количество Aβ-бляшек в коре головного мозга трансгенных мышей линии 5×FAD.

Заключение

В данной работе изучены особенности патогенеза болезни Альцгеймера на мыш-

ной модели НБА, мышцах линии 5×FAD. В своем генотипе эти мыши имеют пять мутаций, при этом две из них вызывают нарушения в функционировании белка PSEN1, а три кодируют мутантный человеческий белок APP. Таким образом, мыши линии 5×FAD реализуют две токсичности: амилоидную и пресенилиновую. Мыши этой линии проявляют когнитивные нарушения и нарушения памяти уже в 4-месячном возрасте, а появление амилоидных бляшек зафиксировано еще раньше — в возрасте двух месяцев [10, 11]. Данные бляшки представляют собой скопление нерастворимых олигомерных форм бета-амилоида Aβ42 и обладают большой токсичностью для окружающих их нейронов.

В соответствии с предыдущими результатами исследований, проведенных в нашей лаборатории, обнаружено, что регуляция сигнального пути STIM2 – nSOCE нарушена у мышей линии 5FAD. Установлено, что снижение экспрессии белка STIM2 наблюдается уже в возрасте 4 месяцев. В данном возрасте снижение экспрессии белка STIM2 предшествует снижению экспрессии



синаптического маркера — белка PSD95 (см. рис. 1). В возрасте 6 месяцев происходит значительное снижение экспрессии как белка STIM2, так и белка PSD95 (см. рис. 1). Полученные результаты позволили предположить, что наиболее эффективным (с терапевтической точки зрения) временем для активации пути STIM2 – nSOCE должна быть ранняя стадия болезни, когда уже присутствуют нарушения кальциевой (см. рис. 1) и амилоидной (см. рис. 2) сигнализации, но они еще не приводят к значительным когнитивным расстройствам. Таким образом, возраст 4 месяца был выбран в качестве ранней стадии развития БА у мышей 5×FAD. Оценка количества амилоидных бляшек в головном мозге подопытных мышей была выбрана в качестве маркера развития патологии БА (см. рис. 2 и 3).

В итоге проведенного исследования обнаружено, что активация пути STIM2 – nSOCE посредством гиперэкспрессии STIM2 в гиппокампе мышей ли-

нии 5×FAD способна замедлить развитие патологии БА, что выражается в снижении количества амилоидных бляшек в коре головного мозга (см. рис. 3, б).

Таким образом, полученные в рамках данной работы результаты подтверждают ранее выдвинутую гипотезу о том, что путь STIM2 – nSOCE нарушен при БА [7 – 9]. Соответственно активаторы/модуляторы сигнального пути STIM2 – nSOCE могут быть использованы в качестве потенциальных мишеней для разработки лекарственной терапии БА. В настоящей работе, кроме того, показано, что активация пути STIM2 – nSOCE на ранней стадии может замедлить развитие патогенеза БА, что также соответствует предположению о том, что применение лекарственных препаратов на ранних стадиях болезни более эффективно.

Работа поддержана грантом Российского научного фонда № 14-25-0024 (раздел работы, соответствующий рис. 1 и 2) и грантом частного фонда Династия № ДП-Б-49/15 (раздел работы, соответствующий рис. 3).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] **Hardy J., Selkoe D.J.** The amyloid hypothesis of Alzheimer's disease: progress and problems on the road to therapeutics // *Science*. 2002. Vol. 297. No. 5580. Pp. 353–356.
- [2] **Hardy J.** The amyloid hypothesis for Alzheimer's disease: a critical reappraisal // *J. Neurochem.* 2009. Vol. 110. No. 4. Pp. 1129–1134.
- [3] **Bergmans B.A., De Strooper B.** Gamma-secretases: from cell biology to therapeutic strategies // *Lancet Neurol.* 2010. Vol. 9. No. 2. Pp. 215–226.
- [4] **Hardy J.A., Higgins G.A.** Alzheimer's disease: the amyloid cascade hypothesis // *Science*. 1992. Vol. 256. No. 5054. Pp. 184–185.
- [5] **Cepeda C., Cummings D.M., Andre V.M., Holley S.M.** Genetic mouse models of Huntington's disease: focus on electrophysiological mechanisms // *ASN Neuro.* 2010. Vol. 2. No. 2. P. e00033.
- [6] **Karran E., Mercken M., De Strooper B.** The amyloid cascade hypothesis for Alzheimer's disease: an appraisal for the development of therapeutics // *Nat. Rev. Drug Discov.* 2011. Vol. 10. No. 9. Pp. 698–712.
- [7] **Sun S., Zhang H., Liu J., Popugaeva E.** Reduced synaptic STIM2 expression and impaired store-operated calcium entry cause destabilization of mature spines in mutant presenilin mice // *Neuron*. 2014. Vol. 82. No. 1. Pp. 79–93.
- [8] **Popugaeva E., Pchitskaya E., Speshilova A., Alexandrov S.** STIM2 protects hippocampal mushroom spines from amyloid synaptotoxicity // *Mol. Neurodegener.* 2015. Vol. 10. No. 1. Pp. 37.
- [9] **Zhang H., Wu L., Pchitskaya E., Zakharova O., Saito T., Saido T., Bezprozvanny I.** Neuronal store-operated calcium entry and mushroom spine loss in amyloid precursor protein knock-in mouse model of Alzheimer's disease // *J. Neurosci.* 2015. Vol. 35. No. 39. Pp. 13275–13286.
- [10] **Kimura R., Ohno M.** Impairments in remote memory stabilization precede hippocampal synaptic and cognitive failures in 5FAD Alzheimer mouse model // *Neurobiol. Dis.* 2009. Vol. 33. No. 2. Pp. 229–235.
- [11] **Oakley H., Cole S.L., Logan S., Maus E.** Intraneuronal beta-amyloid aggregates, neurodegeneration, and neuron loss in transgenic mice with five familial Alzheimer's disease mutations: potential factors in amyloid plaque formation // *J. Neurosci.* 2006. Vol. 26. No. 40. Pp. 10129–10140.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ЧЕРНЮК Дарья Павловна — лаборант кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
dashachernuk@gmail.com

ВЛАСОВА Ольга Леонардовна — доктор физико-математических наук, профессор кафедры медицинской физики, директор НОЦ Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
olvlasova@yandex.ru

БЕЗПРОЗВАННЫЙ Илья Борисович — доктор биологических наук, заведующий лабораторией молекулярной нейродегенерации НОЦ ФОМБТ Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого, заведующий кафедрой медицинской физики; профессор физиологии на отделении физиологии Юго-Западного медицинского центра университета Техаса, Даллас, США.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
5323 Harry Hines Blvd., Даллас, Техас, 75390 США
mnlabspsb@gmail.com

ПОПУГАЕВА Елена Александровна — кандидат биологических наук, доцент кафедры медицинской физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29
lena.popugaeva@gmail.com

Chernyuk D.P., Vlasova O.L., Bezprozvanny I.B., Popugaeva E.A. HYPEREXPRESSION OF STIM2 PROTEIN LOWERS THE AMOUNT OF ABETA PLAQUES IN THE BRAIN OF ALZHEIMER'S DISEASE MOUSE MODEL.

The role of STIM2 → nSOCE signaling pathway was investigated in model of Alzheimer's disease (AD), 5FAD mice, that express amyloid and presenilin toxicity simultaneously. It was observed that expression of STIM2 protein was downregulated in the hippocampus of adult 5FAD mice at the ages of 4 and 6 months. It was shown that expression of PSD95 protein was downregulated together with STIM2 protein. It was established that hyperexpression of STIM2 protein in the hippocampus of adult mouse was able to lower the amount of amyloid plaques in the cortex of 5FAD mice by three times. The observed data confirms scientific hypothesis that activation of STIM2-dependent store-operated calcium entry can have therapeutic effect for treatment in AD.

ALZHEIMER DISEASE, AMYLOID TOXICITY, NEURONAL STORE-OPERATED CALCIUM ENTRY, STIM2, A β -PLAQUES.

REFERENCES

- [1] J. Hardy, D.J. Selkoe, The amyloid hypothesis of Alzheimer's disease: progress and problems on the road to therapeutics, *Science*. 297 (5580) (2002) 353–356.
- [2] J. Hardy, The amyloid hypothesis for Alzheimer's disease: a critical reappraisal, *J. Neurochem*. 110 (4) (2009) 1129–1134.
- [3] B.A. Bergmans, B. de Strooper, Gamma-secretases: from cell biology to therapeutic strategies, *Lancet Neurol*. 9 (2) (2010) 215–226.
- [4] J.A. Hardy, G.A. Higgins, Alzheimer's disease: the amyloid cascade hypothesis, *Science*. 256 (5054) (1992) 184–185.
- [5] C. Cepeda, D.M. Cummings, V.M. Andre, S.M. Holley, Genetic mouse models of Huntington's disease: focus on electrophysiological mechanisms, *ASN Neuro*. 2 (2) (2010) e00033.
- [6] E. Karran, M. Mercken, B. de Strooper, The amyloid cascade hypothesis for Alzheimer's disease: an appraisal for the development of therapeutics, *Nat. Rev. Drug Discov*. 2011. 10 (9) (2011) 698–712.
- [7] S. Sun, H. Zhang, J. Liu, E. Popugaeva, Reduced synaptic STIM2 expression and impaired



store-operated calcium entry cause destabilization of mature spines in mutant presenilin mice, *Neuron*. 82(1) (2014) 79–93.

[8] **E. Popugaeva, E. Pchitskaya, A. Speshilova, S. Alexandrov**, STIM2 protects hippocampal mushroom spines from amyloid synaptotoxicity, *Mol. Neurodegener.* 10(1) (2015) 37.

[9] **H. Zhang, L. Wu, E. Pchitskaya, et al.**, Neuronal store-operated calcium entry and mushroom spine loss in amyloid precursor protein knock-in mouse model of Alzheimer's disease, *J.*

Neurosci. 35(39) (2015) 13275–13286.

[10] **R. Kimura, M. Ohno**, Impairments in remote memory stabilization precede hippocampal synaptic and cognitive failures in 5FAD Alzheimer mouse model, *Neurobiol. Dis.* 33(2) (2009) 229–235.

[11] **H. Oakley, S.L. Cole, S. Logan, E. Maus**, Intraneuronal beta-amyloid aggregates, neurodegeneration, and neuron loss in transgenic mice with five familial Alzheimer's disease mutations: potential factors in amyloid plaque formation, *J. Neurosci.* 26(40) (2006) 10129–10140.

THE AUTHORS

CHERNYUK Daria P.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
dashachernuk@gmail.com

VLASOVA Olga L.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russia
olvlasova@yandex.ru

BEZPROZVANNY Ilya B.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation
mnlabspb@gmail.com

POPUGAEVA Elena A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russia
lena.popugaeva@gmail.com

*А.В. Пивков¹, А.М. Лобачев²,
В.А. Полянский², В.С. Модестов²*

¹ Санкт-Петербургский государственный
университет гражданской авиации;

² Санкт-Петербургский политехнический
университет Петра Великого

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН В УПРУГОМ ИЗОТРОПНОМ СЛОЕ С ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИМ АКТУАТОРОМ

В статье выполнено конечно-элементное моделирование распространения упругих волн в изотропном слое, вызванных работой пьезоактуатора. Для этого создана математическая модель системы «упругий слой — пьезоэлемент», в рамках которой реализовано совместное решение уравнений пьезоупругости и механики деформируемого твердого тела. Данная модель позволяет описывать процесс распространения высокочастотных механических колебаний в упругом слое, вызванных приложением зондирующего электрического импульса к электродам пьезоэлемента, и воспроизводить разность потенциалов, возникающую при приеме отраженной волны. Исследовано влияние параметров конечно-элементной модели и схемы численного интегрирования на результаты расчетов. Выявлена существенная чувствительность времени задержки отраженной волны к величине шага интегрирования по времени. При этом построена зависимость дополнительной задержки отраженного импульса от шага интегрирования, которая позволяет нивелировать погрешности расчета за счет вычитания временной задержки, связанной с шагом интегрирования.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ, КОНЕЧНЫЙ ЭЛЕМЕНТ, ПЬЕЗОАКТУАТОР, ПЬЕЗОУПРУГОСТЬ, АКУСТИЧЕСКАЯ ВОЛНА.

Введение

Метод акустоупругости является одним из самых перспективных для измерения механических напряжений в металлах. Он основан на одноименном эффекте, открытом в 1959 году Р.В. Бенсоном и В. Дж. Рилсоном, и заключается в том, что в области упругих деформаций существует линейная зависимость между скоростью распространения объемных упругих волн и напряжениями.

Технология измерения механических напряжений, базирующаяся на данном эффекте, широко применяется в промышлен-

ности: разработаны стандарты на методики проведения измерений, серийно выпускается измерительное оборудование. Поскольку абсолютная скорость распространения акустической волны зависит от множества факторов, измеряемым параметром служит относительная разность скоростей распространения двух поперечных акустических волн с взаимно ортогональной поляризацией. Эта разность называется акустической анизотропией.

Единственной альтернативой методу акустоупругости выступает тензометрия, но она фактически измеряет деформации по-



верхности, на которую наклеен тензомер. Метод же акустической анизотропии измеряет механические напряжения, средние по поперечному сечению детали. Это преимущество нивелируется тем, что пластические деформации, внутренние дефекты и другие «неидеальности» вносят свой вклад в измеряемый сигнал. Поэтому ГОСТ 2007 года [1] прямо указывает, что измерения можно проводить только в упругой области при отсутствии пластических деформаций. Это ограничение является существенным. Как правило, разрушение элементов конструкций происходит после пластической деформации, и техническая диагностика в этой области деформаций представляет принципиальный интерес для промышленности. Необходима специальная технология разделения акустической анизотропии на части, связанные с такими факторами, как

начальная анизотропия материала,
механические напряжения,
пластические деформации,
наличие дефектов внутри материала.

Имеющиеся обобщенные подходы к решению этой проблемы [2] основаны на использовании модели нелинейно-упругого материала Мурнагана. Как показали наши экспериментальные исследования на образцах из обычного проката [3], такие подходы не вполне отвечают необходимым требованиям. Полученные нами экспериментальные зависимости величины акустической анизотропии от величины деформаций, даже в простом случае одноосного нагружения, принципиально отличаются, например, от описанных в работе [4]. Использование же более сложной вязкоупругой модели материала позволяет получить лишь качественное соответствие с экспериментом [3].

Математическое моделирование, основанное на простейших реологических моделях материала, должно дать возможность проанализировать влияние всех существенных факторов: внутренних трещин, разворота зерен, пор и других дефектов. Такой анализ необходим для разработки обоснованных методов технической диагностики.

Имеющиеся значительные достижения в этой области [5, 6] основаны на упрощающих предположениях. Фактически при моделировании акустических волн используется только шаровая часть тензора напряжений.

Такой подход обоснован, так как другие компоненты тензора вносят вклад «второго порядка малости» в распространение акустической волны. Но в нашем случае сам эффект акустоупругости составляет десятые и сотые доли процента, поэтому возможность использования различных упрощений также необходимо исследовать на полной модели распространения акустической волны.

Описание исходных предположений для построения модели

Проводимые нами исследования непосредственно связаны с экспериментами, поэтому моделирование процесса измерений должно обязательно учитывать конструкцию и принцип действия серийного прибора для измерения акустической анизотропии (ИН-5101А), который имеется в нашем распоряжении.

При работе этого прибора происходит генерация зондирующих ультразвуковых волн [7] (одна продольная и две поперечные, которые поляризованы во взаимно перпендикулярных направлениях) пьезоэлектропреобразователями (ПЭП), работающими в режиме пьезоактуаторов. Прием отраженных упругих волн, возбужденных в материале контролируемого объекта, также осуществляется этими же ПЭП путем преобразования механических колебаний в разность потенциалов.

Таким образом, возникла необходимость моделировать распространение упругой волны в системе «пьезоэлемент — упругий изотропный слой». Для такой системы необходимо совместно решать задачу теории упругости для металлической области и связанную с ней задачу электроупругости для пьезоэлемента.

По сравнению с известными подходами [8, 9], особенностями постановки данной задачи являются как прямое численное

моделирование высокочастотного колебательного процесса (частота воздействия составляет 5 МГц) путем численного решения задачи распространения волн упругой деформации из решения системы уравнений упругости, так и учет соотношений для моделирования связанной задачи электроупругости. Для корректного описания такого процесса требуется использовать малый размер конечных элементов расчетной области и малый шаг интегрирования.

Необходимо отметить, что исследования в области моделирования пьезоэлектриков в основном представлены работами, связанными с нахождением собственных частот пьезоэлементов, или с определением волн сжатия-разрежения в материалах [8, 9]. Предлагаемый в данной работе подход, включающий совместное решение совместной задачи, который не содержит упрощающих предположений об отсутствии влияния среды на процесс генерации колебаний, является новаторским. По крайней мере, нам неизвестны примеры аналогичных исследований.

Процесс измерений механических напряжений методом акустоупругости

Прибор ИН-5101А состоит из генератора импульсов, приемника, трехкомпонентного преобразователя и блока обработки сигнала. Для проведения измерения датчик устанавливается на поверхность исследуемой детали или части металлоконструкции. Между датчиком и металлом наносится слой контактной жидкости. Датчик имеет три ПЭП: один для генерации и приема продольно-поляризованной волны, и два для волн, поляризованных в поперечном направлении. Генерация волны производится путем подачи на электрод пьезопластины зондирующего сигнала. Этот сигнал представляет собой три пилообразных импульса с периодом собственных колебаний пьезопластины. Возникающие при этом колебания пластины становятся источником упругих волн в металле.

После распространения волны по толщине слоя и отражения от поверхности, противоположной датчику, колебания поверхности металла приводят к деформации

пьезопластины и возникновению разности потенциалов между ее электродами. Регистрация разности потенциалов производится блоком обработки поступающей информации в составе прибора ИН-5101А. Измеряется временная задержка между излучаемым и отраженным импульсами. Далее по формулам, которые связывают задержку распространения упругой волны с коэффициентами упругоакустической связи, вычисляются механические напряжения [10].

Отраженный импульс можно аппроксимировать следующим выражением:

$$U(t) = A(t) \cdot \sin(2\pi f t), \quad (1)$$

где $A(t)$ — огибающая сигнала; t — время, отсчитываемое с момента прихода волны в датчик; f — частота колебаний.

Такую форму приняты сигнал имеет при распространении упругой волны в металле, не имеющем дефектов на макро- и мезоуровнях. Однако при практических измерениях часто возникает ситуация, когда форма регистрируемого сигнала имеет искажения.

Форма огибающей сигнала, регистрируемого при измерениях, описывается экспоненциально-степенной функцией [11]:

$$A(t) = A_0 \left(\frac{t}{t_m} \right)^2 e^{\delta \left(1 - \frac{t}{t_m} \right)}, \quad (2)$$

где t_m — временной интервал от начала импульса до его максимума; A_0 — максимальная амплитуда сигнала; δ — коэффициент аппроксимации.

Уровень отраженного сигнала, отображаемого на экране прибора, устанавливается автоматически путем задания коэффициента усиления. Поэтому далее для удобства рассматривается только нормированный сигнал вида A/A_0 .

В натурном эксперименте была осуществлена регистрация сигнала, вызванного прохождением продольной волны в стальном образце толщиной 16 мм. Огибающая сигнала первого отраженного импульса была аппроксимирована выражением (2) при $t_m = 3 \cdot (1/f)$, где $f = 5$ МГц, и

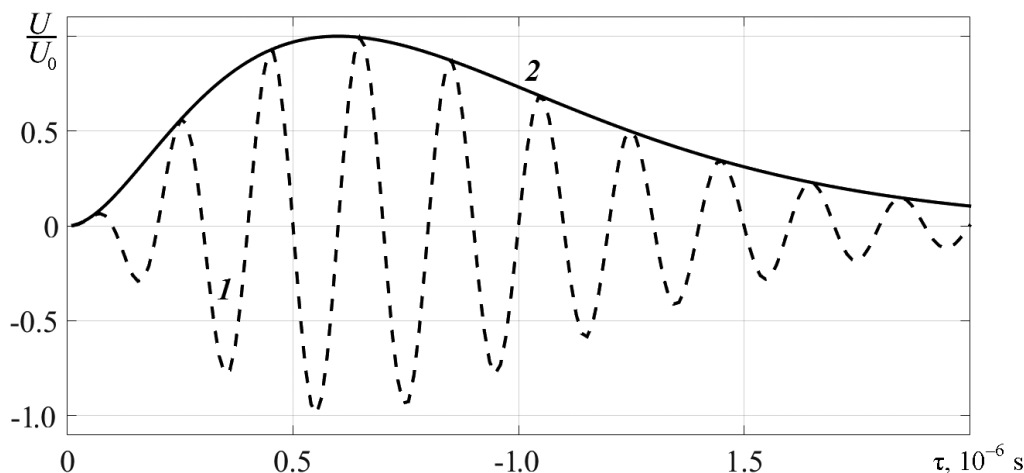


Рис. 1. Первый отраженный импульс (1) и его огибающая (2) в зависимости от времени

$\delta = 2,0$. Полученная зависимость представлена на рис. 1.

Постановка задачи

Численное моделирование работы системы «пьезоэлемент — упругий слой» выполним, используя систему конечно-элементного (КЭ) анализа ANSYS. Рассмотрим нестационарную задачу о прохождении продольной волны в осесимметричной постановке. При моделировании работы пьезодатчика производится решение связанной задачи электроупругости.

Схема к постановке задачи приведена на рис. 2. Образец из стали 14ХГНДЦ моделируется прямоугольной областью $h \times l$.

Размер $h = 16$ мм и совпадает с толщиной образца, использованного при измерениях в работе [12]. Принято, что размер l превышает h в пять раз. При решении серии вспомогательных задач установлено, что при такой величине l не возникает искажения результата, связанного с переотражением от правой границы расчетной области.

В датчике прибора ИН5101А рабочая площадка пьезоэлемента является квадратной. В приведенной постановке радиус пьезоэлемента принят равным половине стороны этого квадрата. Рассматриваемая область разбита 8-узловыми элементами Plane183, моделирующими упругую среду. Несмотря на наличие специальных элементов, моде-

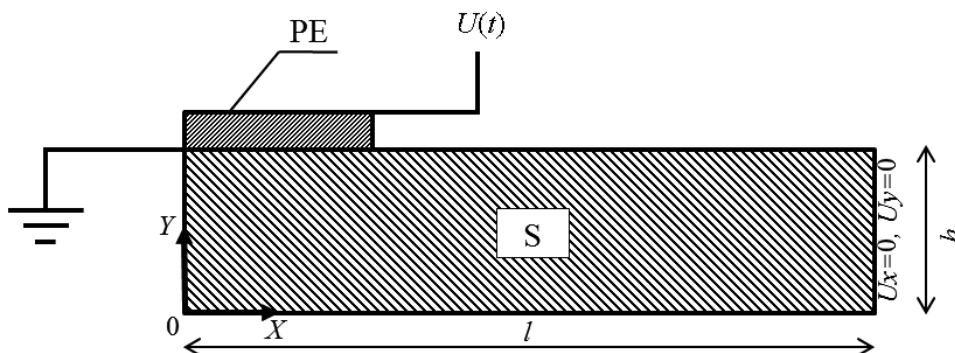


Рис. 2. Схема к постановке задачи:

S — образец из стали 14ХГНДЦ ($h \times l$), PE — пьезоэлемент из пьезокерамики ЦТС-19, XY — координатная система; $U(t)$ — нестационарная разность потенциалов, прикладываемая к верхней поверхности PE

лирующих прохождение акустических волн, данный подход не удастся реализовать в используемой системе КЭ-анализа по двум причинам. Во-первых, необходимо моделировать волны деформаций; во-вторых, в дальнейшем необходимо учитывать наведенное напряженно-деформированное состояние конструкции.

Свойства стали, задаваемые линейным законом деформирования, которые использовались в расчете, характеризовались следующими значениями параметров:

модуль Юнга $E = 200$ ГПа;
коэффициент Пуассона $\nu = 0,3$;
плотность $\rho = 7700$ кг/м³.

Схема кинематических граничных условий также приведена на рис. 2. Внешняя грань слоя закреплена. К верхней поверхности пьезоэлемента прикладывается нестационарная разность потенциалов $U(t)$, имеющая в соответствии с инструкцией [7], пилообразную форму. Частота воздействия $f_d = 5$ МГц.

Начальными условиями являются нулевая разность потенциалов на электродах

Таблица

Физические и электрофизические характеристики пьезокерамического материала ЦТС-19

Плотность, кг/м ³	7400
<i>Упругие константы, Н/м²</i>	
S_{11}	$13,2 \cdot 10^{10}$
S_{12}	$6,2 \cdot 10^{10}$
S_{13}	$6,9 \cdot 10^{10}$
S_{33}	$10,4 \cdot 10^{10}$
S_{44}	$2,8 \cdot 10^{10}$
<i>Пьезоэлектрические константы, Кл/м²</i>	
D_{31}	-3,7
D_{33}	11,5
D_{15}	10,3
<i>Диэлектрические константы</i>	
ϵ_{11}	913
ϵ_{33}	873

пьезоэлемента, а также отсутствие перемещений, скоростей и механических напряжений как в упругом слое, так и в пьезодатчике.

Как было указано выше, область пьезоматериала была разбита 8-узловыми элементами Plane223. Каждый узел этого элемента имел три степени свободы: u_x — перемещение вдоль оси ОХ, u_y — перемещение вдоль оси ОУ и электрический потенциал U , обеспечивающий возможность решения уравнений электропроводности.

Свойства материала пьезоэлектропреобразователя (ПЭП) — пьезокерамики ЦТС-19 приведены в таблице [13].

Определяющие соотношения пьезоматериала

Уравнения состояния пьезоэлектрической среды при изотермических условиях имеют следующий вид [14]:

$$\begin{cases} S_i = s_{ij}^E T_j + d_{mi} E_m; \\ D_m = d_{mi} T_i + e_{mk}^T E_k, \end{cases} \quad (3)$$

где $\mathbf{T}$ — шестимерный вектор напряжений; $\mathbf{S}$ — шестимерный вектор деформаций; E_m , E_k — компоненты вектора напряженности электрического поля $\mathbf{E}$; D_m — компоненты вектора индукции $\mathbf{D}$; s_{ij} — упругие константы; e_{mk} — диэлектрические константы; d_{ij} — пьезоэлектрические константы.

В общем виде пьезоэлектрические уравнения могут быть представлены следующей системой:

$$\begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{pmatrix} = \mathbf{M} \cdot \begin{pmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \\ E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix} \quad (4)$$

где $\mathbf{M}$ — упругопьезодиэлектрическая матрица.

Такая форма записи матриц соответствует направлению оси поляризации ОZ и изотропии пьезокерамики в плоскости,



перпендикулярной этой оси.

Матрица $\mathbf{M}$ имеет вид

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} \mathbf{C}^E & \mathbf{e} \\ \mathbf{e}^T & \epsilon^s \end{pmatrix},$$

где

$$\mathbf{C}^E = \begin{pmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{12} & s_{22} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{13} & s_{13} & s_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{s_{11} - s_{12}}{2} \end{pmatrix}$$

— симметричная матрица упругих модулей.

Далее, матрица пьезоконстант имеет вид

$$\mathbf{e} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{15} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix};$$

а тензор диэлектрической проницаемости —

$$\epsilon^s = \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33} \end{pmatrix}.$$

Метод Ньюмарка

Рассматриваемый нестационарный процесс упругого деформирования тела при распространении упругой волны описывается следующей системой уравнений:

$$\mathbf{M}\ddot{\mathbf{u}} + \mathbf{C}\dot{\mathbf{u}} + \mathbf{K}\mathbf{u} = \mathbf{F}, \quad (5)$$

где $\mathbf{M}$, $\mathbf{C}$, $\mathbf{K}$ — матрицы масс, демпфирования и жесткости, соответственно; $\mathbf{F}$ — вектор внешних сил; $\mathbf{u}$ — вектор узловых перемещений.

Особенностью задачи является использование неявного метода решения, несмотря на то, что, как правило, при моделировании процессов с длительностью порядка 10^{-5} с используются явные методы.

Из-за ограниченной области устойчивости для применения явного метода необходим очень малый шаг интегрирования.

Поскольку размер стороны элемента должен быть меньше длины продольной волны в материале, которая следует выражению

$$\lambda = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1 - \nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}} \frac{1}{f},$$

то размер шага интегрирования по критерию Кранка — Николсона будет иметь порядок 10^{-8} с.

С учетом того, что на следующем этапе исследования планируется дополнить расчетную модель наличием дефектов, при построении сетки КЭ-элементов могут возникнуть ситуации, в которых размер стороны элемента будет значительно меньше λ , что сделает шаг интегрирования неприемлемо малым для практических расчетов. Кроме того, явный метод вносит положительное демпфирование [14], что может приводить к некорректному моделированию колебательного процесса.

В используемой программной системе интегрирование уравнения (5) осуществляется методом Ньюмарка [15], по неявной схеме. При реализации метода используется следующее представление для векторов узловых перемещений скоростей для временного интервала Δt :

$$\begin{aligned} \dot{\mathbf{u}}_{n+1} &= \dot{\mathbf{u}}_n + [(1 - \delta) \cdot \ddot{\mathbf{u}}_n + \delta \cdot \ddot{\mathbf{u}}_{n+1}] \cdot \Delta t \\ \mathbf{u}_{n+1} &= \mathbf{u}_n + \dot{\mathbf{u}}_n \cdot \Delta t + \\ &+ \left[\left(\frac{1}{2} - \alpha \right) \cdot \ddot{\mathbf{u}}_n + \alpha \cdot \ddot{\mathbf{u}}_{n+1} \right] \cdot \Delta t^2, \end{aligned} \quad (6)$$

где $\mathbf{u}_n$, $\dot{\mathbf{u}}_n$, $\ddot{\mathbf{u}}_n$ — векторы узловых перемещений, скоростей и ускорений в момент времени t_n ; $\mathbf{u}_{n+1}$, $\dot{\mathbf{u}}_{n+1}$, $\ddot{\mathbf{u}}_{n+1}$ — те же векторы в момент времени t_{n+1} ; $\Delta t = t_{n+1} - t_n$; α , δ — параметры Ньюмарка, выбираемые из условия оптимальной устойчивости и точности.

Ньюмарк предложил в качестве безусловно устойчивой схемы метод постоянного среднего ускорения, для которого $\delta = 0,5$, $\alpha = 0,25$.

Поскольку основной целью является

вычисление перемещений $\mathbf{u}_{n+1}$, уравнение движения (5) рассматривается в момент времени t_{n+1} :

$$\mathbf{M}\ddot{\mathbf{u}}_{n+1} + \mathbf{C}\dot{\mathbf{u}}_{n+1} + \mathbf{K}\mathbf{u}_{n+1} = \mathbf{F}^a, \quad (7)$$

а перемещения $\mathbf{u}_{n+1}$ в момент времени t_{n+1} вычисляются по следующим уравнениям:

$$\begin{aligned} \ddot{\mathbf{u}}_{n+1} &= a_0 \cdot (\mathbf{u}_{n+1} - \mathbf{u}_n) - a_2 \cdot \dot{\mathbf{u}}_n - a_3 \cdot \ddot{\mathbf{u}}_n; \\ \dot{\mathbf{u}}_{n+1} &= \dot{\mathbf{u}}_n + a_6 \cdot \ddot{\mathbf{u}}_n + a_7 \cdot \ddot{\mathbf{u}}_{n+1}, \end{aligned} \quad (8)$$

где $a_0 = 1/\alpha\Delta t^2$, $a_2 = 1/\alpha\Delta t$, $a_3 = 1/2\alpha - 1$, $a_6 = \Delta t \cdot (1 - \delta)$, $a_7 = \Delta t\delta$.

С учетом уравнений для вычисления перемещений (8) уравнение движения можно переписать в следующем виде:

$$\begin{aligned} (a_0 \cdot \mathbf{M} + a_1 \cdot \mathbf{C} + \mathbf{K}) \cdot \mathbf{u}_{n+1} &= \\ = \mathbf{F}^a + \mathbf{M} \cdot (a_0 \cdot \mathbf{u}_n + a_2 \cdot \dot{\mathbf{u}}_n + a_3 \cdot \ddot{\mathbf{u}}_n) + & (9) \\ + \mathbf{C} \cdot (a_1 \cdot \mathbf{u}_n + a_4 \cdot \dot{\mathbf{u}}_n + a_5 \cdot \ddot{\mathbf{u}}_n), \end{aligned}$$

где $a_1 = \delta/\alpha\Delta t^2$, $a_4 = \delta/\alpha - 1$, $a_5 = 0,5\Delta t \times (\delta/\alpha\Delta t - 2)$.

Метод является безусловно устойчивым при следующих условиях, накладываемых на α и β :

$$\begin{aligned} \alpha &> 0,25 (\beta + 0,5)^2, \\ \beta &> 0,5. \end{aligned}$$

Для удобства оценки степени внесенного в систему демпфирования введем параметр γ — коэффициент амплитудного демп-

фирования. Тогда параметры Ньюмарка будем представлять в следующем виде [16]:

$$\begin{aligned} \alpha &= 0,25 (1 + \gamma)^2, \\ \beta &= 0,5 + \gamma. \end{aligned} \quad (10)$$

Чтобы изучить влияние численного демпфирования на результат, были выполнены расчеты при $\gamma = 0$ и $0,005$. Они выполнялись на одинаковых КЭ-разбиениях и с одинаковым шагом интегрирования. Полученная временная зависимость для разности потенциалов на пьезоэлементе приведена на рис. 3. Из представленного графика видно, что при отсутствии численного демпфирования, т. е. при $\gamma = 0$, в системе возникают высокочастотные колебания. В обоих расчетных случаях качественно одинаково описывается колебательный процесс на «резонансной» частоте, т. е. близкой к частоте собственных колебаний пьезопластины, при этом при $\gamma = 0,005$ наблюдается незначительное уменьшение амплитуды. Дальнейшие расчеты проводились при малом численном демпфировании ($\gamma = 0,005$).

Исследование сходимости и результаты расчетов

Для корректного выбора размера конечных элементов и шага интегрирования была исследована сходимость результа-

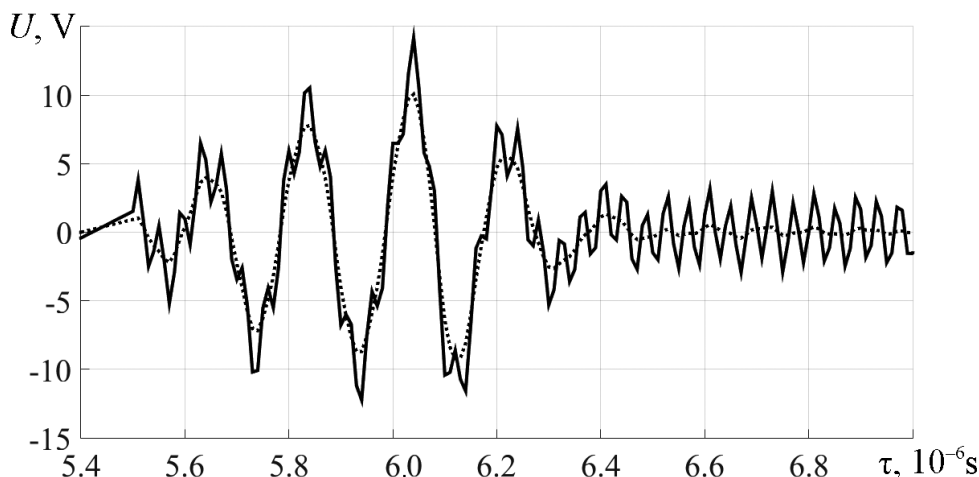


Рис. 3. Расчетные виды сигнала для двух различных вариантов коэффициента демпфирования: $\gamma = 0,005$ (сплошная линия) и $\gamma = 0$ (точечная линия)

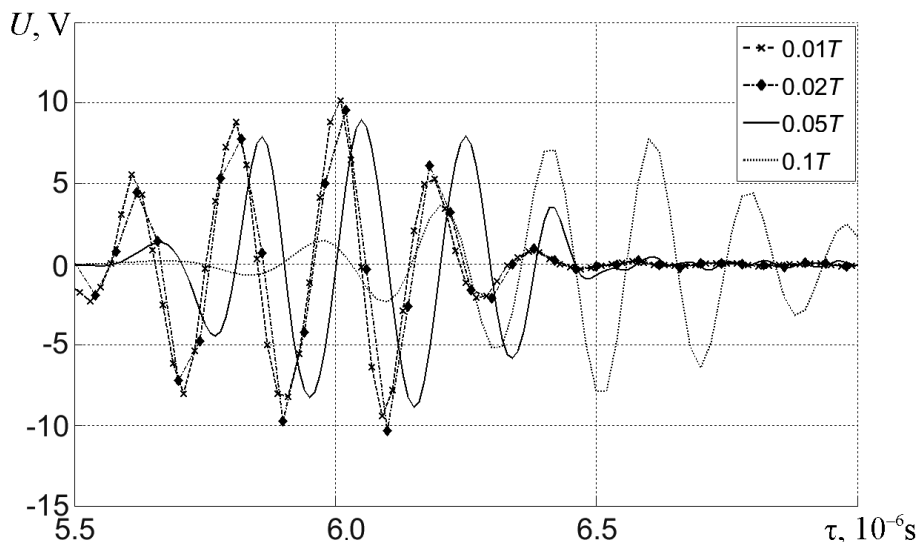


Рис. 4. Расчетный вид сигналов, генерируемых пьезоэлементом при приеме отраженной волны, для различных значений шага интегрирования $(0,01 - 0,10)T$

тов в зависимости от этих параметров. С учетом физической сути моделируемого процесса, а именно колебательного, — размерность сетки и шаг интегрирования будут зависеть от длины продольной волны λ в материале и периода колебаний $T = 1/f$.

При исследовании сходимости результатов от размерности КЭ-модели была вы-

полнена серия расчетов, в которых шаг интегрирования по времени был принят равным $0,1T$. Характерный размер стороны элемента варьировался в пределах 5 — 33 % от длины упругой продольной волны λ . Из анализа полученных решений было установлено, что они мало зависят от размера элемента и что при стороне элемента, меньшей 25 % от длины волны,

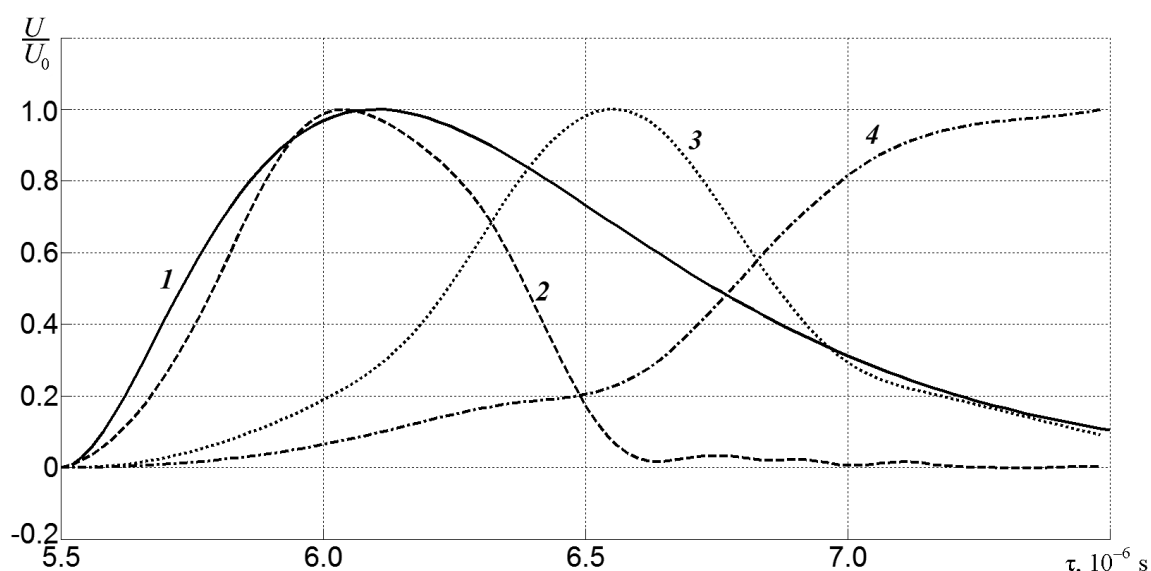


Рис. 5. Экспериментальная (1) и расчетные (2 — 4) огибающие сигналов, генерируемых пьезоэлементом при различных вариантах шага интегрирования: $0,05T$ (2), $0,10T$ (3), $0,15T$ (4)

дальнейшее уменьшение размера элемента практически не влияет на результат.

Исследование зависимости результатов расчета от шага интегрирования проводилось при его варьировании в пределах от 1 до 15 % от периода колебаний. Сигнал, генерируемый пьезоэлементом при приеме отраженной волны, при различных значениях шага интегрирования приведен на рис. 4. Видно, что решение в высокой степени чувствительно к значению указанного шага. Качественное соответствие между результатами достигается только при шаге интегрирования, меньшем 5 % от периода колебаний.

Вместе с тем, форма огибающей сигнала, полученная при моделировании с малыми шагами по времени, существенно отличается от наблюдаемой в эксперименте. Происходит «сужение» волнового пакета, которое неминуемо должно приводить к искажениям в величине акустической анизотропии (рис. 5).

Для более детального анализа полученных результатов был построен график зависимости задержки переднего фронта среднего импульса пакета (в соответствии с методикой работы измерительного прибора) от шага интегрирования по времени (рис. 6). Сходимость на графике не про-

слеживается. Уменьшение шага приводит к практически линейному уменьшению времени задержки. Таким образом, для получения хорошего согласия с экспериментальными данными необходимо фиксировать шаг интегрирования и учитывать возникшую задержку, специально добавляя ее в результаты модельных «измерений».

Полученное нами «сужение» волнового пакета является проявлением нелинейности системы. В самой модели отсутствуют нелинейные составляющие, такое сужение также не наблюдается экспериментально. Вероятнее всего, этот расчетный результат проистекает от влияния схемы интегрирования по времени.

Влияние неявного метода интегрирования на решение задачи можно исключить с помощью явного метода интегрирования. Но, как известно, из-за ограниченной области устойчивости, применение явных методов требует очень малого шага интегрирования по времени. Данное обстоятельство существенно увеличивает время решения задачи и сильно ограничивает ее размерность, а значит возможность ее решения в удовлетворительные сроки. При этом оказывается практически невозможным перейти в дальнейшем к решению

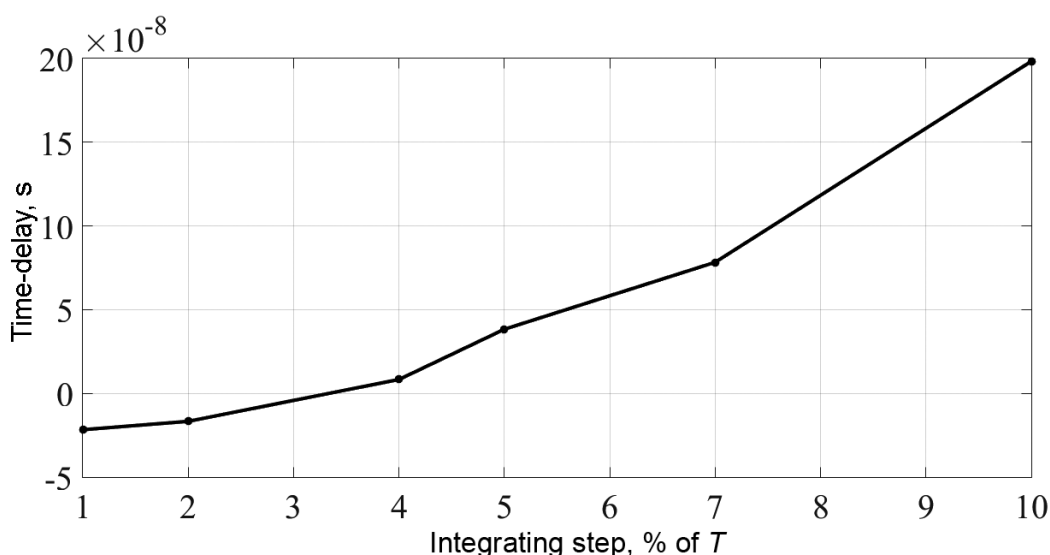


Рис. 6. Расчетная зависимость временной задержки отраженного импульса от шага интегрирования по времени



трехмерных задач (или, по крайней мере, очень сложно). Поэтому в данной работе явные схемы интегрирования не применялись.

Заключение

В ходе проведенного нами исследования разработана численная модель, описывающая высокочастотный колебательный процесс в системе «пьезоэлемент — упругое тело». Промоделирован процесс прохождения продольной волны в осесимметричной постановке. Входным параметром модели являлась зондирующая разность потенциалов на пьезоэлементе, а выходным — разность потенциалов между электродами пьезоэлемента при приеме отраженной волны. Модель реализована в системе конечно-элементного анализа ANSYS.

Интегрирование уравнений динамики осуществлялось с использованием неявного метода. Проанализированы зависимости результатов от размерности конечно-элементной модели и шага интегрирования.

Впервые предложенную и опробованную нами модель можно использовать для имитационного моделирования работы пьезодатчика прибора ИН-5101А, который применяется для измерения скорости рас-

пространения ультразвуковых волн в упругом теле. Разработанная модель описывает следующие основные физические процессы, возникающие при работе датчика:

инициирование колебаний в упругом теле пьезоэлементом, при приложении к нему зондирующего импульса, генерируемого прибором;

прохождение упругой волны в теле и ее отражение от свободной поверхности;

возникновение колебаний в пьезопластине при приеме отраженной волны и генерация в этой пластине разности потенциалов.

Было обнаружено значительное влияние шага интегрирования по времени на результат. При этом была построена зависимость дополнительной задержки отраженного импульса от шага интегрирования, которая позволяет нивелировать погрешности расчета за счет вычитания временной задержки, связанной с шагом интегрирования, из задержки отраженного импульса.

Вместе с тем данная проблема требует дополнительного исследования с применением теории распространения солитонов.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда (проект №15-19-00091).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] ГОСТ Р 52890-2007. Контроль неразрушающий. Акустический метод контроля напряжений в материале трубопроводов. Общие требования. М: Стандартинформ, 2009.
- [2] Hughes D.S., Kelly J.L. Second-order elastic deformation of solids // Phys. Rev. 1953. Vol. 92. No. 5. Pp. 1145 — 1149.
- [3] Беляев А.К., Лобачев А.М., Модестов В.С. и др. Оценка величины пластической деформации с использованием акустической анизотропии // Механика твердого тела. 2016. № 5. С. 124–131.
- [4] Hirao M., Pao Y.H. Dependence of acoustoelastic birefringence on plastic strains in a beam // J. Acoust. Soc. Am. 1985. Vol. 77. No. 5. Pp. 1659–1664.
- [5] Rienstra S.W., Hirschberg A. An introduction to acoustics. Eindhoven University of Technology, 2016.
- [6] Numerical Modeling of Seismic Wave Propagation // SEG Geophysics Reprint Series: 2012. No. 28.
- [7] Прибор для измерения механических напряжений ИН-5101А. Руководство по эксплуатации. Н. Новгород: Издание ООО «ИНКО-ТЕС», 2012.
- [8] Tjptoprodjo R.C. On a finite element approach to modeling of piezoelectric element driven compliant mechanisms. Canada: Department of Mechanical Engineering University of Saskatchewan, 2005.
- [9] Kocbach J. Finite element modeling of ultrasonic piezoelectric transducers influence of geometry and material parameters on vibration, response functions and radiated field. Bergen: University of Bergen. Department of Physics, 2000.
- [10] Никитина Н.Е. Акустоупругость. Опыт

практического применения. Н. Новгород: ТА-ЛАМ, 2005. 208 с.

[11] ГОСТ Р 53168-2008. Система радионавигационная «Чайка». Сигналы передающих станций. Технические требования. Стандартинформ, 2009.

[12] Упругость и неупругость. Материалы Международного научного симпозиума по проблемам механики деформируемых тел, посвященного 100-летию со дня рождения А.А. Ильюшина. М.: Изд-во МГУ, 2011.

[13] Митько В.Н. Колебания пьезоэлектрических тел конечных размеров. Учебное посо-

бие. Ростов-на-Дону: Изд. Южного федерального университета, 2009.

[14] Ганопольский В.В., Касаткин Б.А., Легуша Ф.Ф., Прудько Н.И., Пугачев С.И. Пьезоке-рамические преобразователи. Справочник. Ленинград: Судостроение, 1984. 256 с.

[15] Захаров М.Г., Исполов Ю.Г., Полянский В.А. и др. Моделирование и оптимизация динамических систем. Учебное пособие. Под общ. ред. В.А. Полянского. СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2010. 204 с.

[16] ANSYS. Theory Reference. Rel. 7.0. Ed. P. Kohnke. ANSYS, Inc. Houston. 2003.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ПИВКОВ Андрей Валентинович — аспирант кафедры «Прикладная математика» Санкт-Петербургского государственного университета гражданской авиации.

196210, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, ул. Пилотов, 38.

apivkov@gmail.com

ЛОБАЧЕВ Александр Михайлович — ассистент кафедры «Механика и процессы управления» Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29

lobachev_am@spbstu.ru

ПОЛЯНСКИЙ Владимир Анатольевич — доктор технических наук, профессор кафедры «Механика и процессы управления» Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29

vapol@mail.ru

МОДЕСТОВ Виктор Сергеевич — ведущий инженер кафедры «Механика и процессы управления» Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого,

195251, Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29

vmodestov@spbstu.ru

Pivkov A.V., Lobachev A.M., Polyanskiy V.A., Modestov V.S. NUMERICAL SIMULATION OF ULTRASONIC WAVES IN THE ISOTROPIC ELASTIC LAYER WITH THE PIEZOELECTRIC ACTUATOR.

This paper is devoted to the finite-element modeling (FEM) of elastic waves caused by the work of a piezoactuator. For this purpose, a mathematical model of the 'elastic layer — piezoelectric element' system has been developed. In the terms of the model, the simultaneous solution of the piezoelectricity and the solid-mechanics equations was employed. This model allowed us to describe the propagation process of high-frequency mechanical vibrations, caused by the application of the probing electrical pulse to the electrodes of the piezoelectric element (the vibrations occur in the elastic layer) and to reproduce the potential difference arising in the reception of the reflected wave. The influence of t -parameters of the FEM and numerical integration scheme on the calculation results was investigated. The essential sensitivity of the reflected-wave's delay-time to the integrating time-step was found.

NUMERICAL MODELING, FINITE ELEMENT, PIEZOACTUATOR, PIEZOELASTICITY, ACOUSTIC WAVE.



REFERENCES

- [1] GOST R 52890-2007. Kontrol nerazrushayushchiy. Akusticheskiy metod kontrolya napryazheniy v materiale truboprovodov. Obshchiye trebovaniya.
- [2] D.S. Hughes, J.L. Kelly, Second-order elastic deformation of solids, *Phys. Rev.* 92 (5) (1953) 1145 – 1149 .
- [3] A.K. Belyayev, Lobachev A.M., Modestov V.S., et al., Otsenka velichiny plasticheskoy deformatsii s ispolzovaniyem akusticheskoy anizotropii [The estimation of elastic deformation quantity using the acoustic anisotropy], *Mekhanika tverdogo tela.* (5) (2016) 124 – 131.
- [4] M. Hirao, Y.H. Pao, Dependence of acoustoelastic birefringence on plastic strains in a beam, *J. Acoust. Soc. Am.* 77 (5) (1985) 1659–1664.
- [5] S.W. Rienstra, A. Hirschberg, An introduction to acoustics, Eindhoven University of Technology (2016).
- [6] Numerical Modeling of Seismic Wave Propagation, SEG Geophysics Reprint Series. No. 28 (2012).
- [7] Pribor dlya izmereniya mekhanicheskikh napryazheniy IN-5101A Rukovodstvo po ekspluatatsii, [The IN-5101A device for mechanical stress measurement, User manual], Nizhniy Novgorod, 2012.
- [8] R.C. Tjioptrodjo, On a finite element approach to modeling of piezoelectric element driven compliant mechanisms, Department of Mechanical Engineering University of Saskatchewan, Canada, 2005.
- [9] J. Kochbach, Finite element modeling of ultrasonic piezoelectric transducers influence of geometry and material parameters on vibration, response functions and radiated field, University of Bergen, Department of Physics, 2000.
- [10] N.E. Nikitina, Akustouprugost. Opyt prakticheskogo primeneniya [Acoustoelasticity, A practical implementation experience], Nizhniy Novgorod, TALAM, 2005.
- [11] GOST R 53168-2008. Sistema radionavigatsionnaya “Chayka”, Signaly peredayushchikhstantsiy. Tekhnicheskiye trebovaniya [Radio navigation system “Chayka”. Signals of transmitting stations. Technical requirements], Standartinform, 2009.
- [12] Uprugost i neuprugost [Elasticity and nonelasticity], Materialy Mezhdunarodnogo nauchnogo simpoziuma po problemam mekhaniki deformiruyemykh tel, posvyashchennogo 100-letiyu so dnya rozhdeniya A.A. Ilyushina , Moscow, Izdatelstvo Moskovskogo Universiteta (2011).
- [13] V.N. Mitko, Kolebaniyapiezoelektricheskikh tel konechnykh razmerov [The vibrations of the piezoelectric bodies of finite size], Uchebnoye posobiye, Rostov-na-Donu (2009).
- [14] V.V. Ganopolskiy, B.A. Kasatkin, F.F. Legusha, et al., Pyezokeramicheskiye preobrazovateli: spravochnik [The piezoceramic transducers: the handbook], Leningrad, Sudostroyeniye, 1984.
- [15] M.G. Zakharov, Yu.G. Ispolov, V.A. Polyanskiy, et al., Modelirovaniye i optimizatsiya dinamicheskikh sistem: uchebnoye posobiye [Modelling and optimization of dynamic systems], Ed. V.A. Polyanskiy, SPb.: Izd-vo Politekhn. Un-ta, 2010.
- [16] ANSYS. Theory Reference. Rel. 7.0, Ed. P. Kohnke, ANSYS, Inc. Houston, 2003.

THE AUTHORS

PIVKOV Andrey V.

St. Petersburg State University of Civil Aviation

38 Pilotov St., St. Petersburg, 196210, Russian Federation

apivkov@gmail.com

LOBACHEV Aleksandr M.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

lobachev_am@spbstu.ru

POLYANSKIY Vladimir A.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

vapol@mail.ru

MODESTOV Viktor S.

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

29 Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

vmodestov@spbstu.ru



АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

Архипов А.А.	94	Маслевцов А.В.	94
Башмаков В.И.	9	Махов И.С.	56, 66
Безпрозванный И.Б.	139	Модестов В.С.	150
Безрукова А.Г.	121	Набиуллина Л.А.	22
Беленький Г.Л.	66	Паневин В.Ю.	56
Бондаренко В.Б.	94	Петрова Н.О.	129
Будрин С.С.	77	Пивков А.В.	150
Винниченко М.Я.	56, 66	Полянский В.А.	150
Власова О.Л.	121, 139	Попрядухин П.В.	129
Воробьев Л.Е.	56, 66	Попугаева Е.А.	139
Воротков М.В.	85	Саранья С.	33
Габдуллин П.Г.	94	Селиванов А.В.	66
Ганга Б.	33	Скворцов Н.Н.	85
Ганеш Н.В.	33	Смирнов Е.М.	48
Гатаулин Я.А.	48	Смирнова Н.В.	129
Гнучев Н.М.	94	Сорокина А.М.	66
Давыдов С.Н.	94	Софронов А.Н.	56
Добровольская И.П.	129	Фирсов Д.А.	56, 66
Долгих С. Г.	77	Хаким А.К.А.	33
Зайцев Д.К.	48	Чернюк Д.П.	139
Иванков А.А.	107	Чикова Т.С.	9
Ильинский А.В.	22	Чупин В.А.	77
Калайванан Р.	33	Шадрин Е.Б.	22
Капралова В.М.	22	Шашкина А.С.	85
Кастро А.Р.	22	Швец В.А.	77
Криворучко Л.А.	107	Штеренгас Л.М.	66
Кривошейкин А.В.	85	Юдин В.Е.	129
Кутузов А.В.	107	Юхнев А.Д.	48
Лебедева И.О.	129	Яковенко С.В.	77
Лобачев А.М.	150		

Научное издание

**НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ВЕДОМОСТИ
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА.
ФИЗИКО-МАТЕМАТИЧЕСКИЕ НАУКИ
«ST. PETERSBURG STATE POLYTECHNICAL UNIVERSITY JOURNAL.
PHYSICS AND MATHEMATICS»
№ 4 (253) 2016**

Учредитель и издатель — Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Журнал зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере информационных технологий и массовых коммуникаций (Роскомнадзор).
Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-51457 от 19.10.2012 г.

Редакция

д-р физ.-мат. наук, профессор *В.К. Иванов* — председатель ред. коллегии
д-р физ.-мат. наук, профессор *А.Э. Фотиади* — зам. председателя ред. коллегии
канд. физ.-мат. наук, доцент *В.М. Капралова* — ответственный секретарь
канд. физ.-мат. наук *О.А. Ящуржинская* — научный редактор, корректор
А.С. Колгатина — переводчик
Н.А. Бушманова — технический секретарь

Телефон редакции 294-22-85

Сайт <http://ntv.spbstu.ru>

E-mail: physics@spbstu.ru

Компьютерная верстка *А.Н. Смирнова*

Лицензия ЛР № 020593 от 07.08.97

Подписано в печать 14.12.2016. Формат 60×84 1/8. Бум. тип. № 1.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 20,6. Уч.-изд. л. 20,6. Тираж 1000. Заказ

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
Издательско-полиграфический центр Политехнического университета
член Издательско-полиграфической ассоциации университетов России
Адрес университета и издательства: 195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29.

УСЛОВИЯ ПУБЛИКАЦИИ СТАТЕЙ

в журнале «Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Физико-математические науки»

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Журнал «Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Физико-математические науки» является периодическим печатным научным рецензируемым изданием. Зарегистрирован в Федеральной службе по надзору в сфере информационных технологий и массовых коммуникаций (Свидетельство ПИ №ФС77-52144 от 11 декабря 2012 г.) и распространяется по подписке агентства «Роспечать» (индекс издания 71823).

С 2008 г. выпускается в составе сериального периодического издания «Научно-технические ведомости СПбГПУ» (ISSN 1994-2354). Сохраняя преемственность и продолжая научные и публикационные традиции сериального издания «Научно-технические ведомости СПбГПУ», издается под двойными международными стандартными сериальными номерами **ISSN 1994-2354, (сериальный) ISSN 2304-9782**. С 2012 г. начат выпуск журнала в двуязычном оформлении.

Издание входит в Перечень ведущих научных рецензируемых журналов и изданий (перечень ВАК) и принимает для печати материалы научных исследований, а также статьи для опубликования основных результатов диссертаций на соискание ученой степени доктора наук и кандидата наук по следующим основным научным направлениям: **Физика, Математика, Механика, Астрономия**. Научные направления журнала учитываются ВАК Минобрнауки РФ при защите докторских и кандидатских диссертаций в соответствии с Номенклатурой специальностей научных работников.

Журнал представлен в Реферативном журнале ВИНИТИ РАН и включен в фонд научно-технической литературы (НТЛ) ВИНИТИ РАН, а также в международную систему по периодическим изданиям «Ulrich's Periodicals Directory». Индексирован в базе данных «Российский индекс научного цитирования» (РИНЦ).

Периодичность выхода журнала – 4 номера в год.

Редакция журнала соблюдает права интеллектуальной собственности и со всеми авторами научных статей заключает издательский лицензионный договор.

2. ТРЕБОВАНИЯ К ПРЕДСТАВЛЯЕМЫМ МАТЕРИАЛАМ

2.1. Оформление материалов

1. Рекомендуемый объем статей – 12-20 страниц формата А-4 с учетом графических вложений. Количество графических вложений (диаграмм, графиков, рисунков, фотографий и т.п.) не должно превышать шести.

2. Число авторов статьи, как правило, не должно превышать пяти человек.

3. Авторы должны придерживаться следующей обобщенной структуры статьи: вводная часть (актуальность, существующие проблемы – объем 0,5 – 1 стр.); основная часть (постановка и описание задачи, методика исследования, изложение и обсуждение основных результатов); заключительная часть (предложения, выводы – объем 0,5 – 1 стр.); список литературы (оформление по ГОСТ 7.0.5-2008).

4. УДК (UDC) оформляется и формируется в соответствии с ГОСТ 7.90-2007.

5. Набор текста осуществляется в редакторе MS Word 2007 – 2010, формул – в редакторе MS Equation или MathType. Таблицы набираются в том же формате, что и основной текст.

Шрифт – Times New Roman, размер шрифта основного текста – 14, интервал – 1,5. Таблицы большого размера могут быть набраны кеглем 12. Параметры страницы: поля слева – 3 см, сверху и снизу – 2 см, справа – 1,5 см. Текст размещается без переносов. Абзацный отступ – 1 см.

2.2. Представление материалов

1. Представление всех материалов осуществляется в электронном виде через электронную редакцию (<http://journals.spbstu.ru>). После регистрации в системе электронной редакции автоматически формируется персональный профиль автора, позволяющий взаимодействовать как с редакцией, так и с рецензентом.

2. Вместе с материалами статьи должно быть представлено экспертное заключение о возможности опубликования материалов в открытой печати.

3. Файл статьи, подаваемый через электронную редакцию, должен содержать только сам текст без названия, списка литературы, аннотации и ключевых слов, фамилий и сведений об авторах. Все эти поля заполняются отдельно через электронную редакцию.

2.3. Рассмотрение материалов

Предоставленные материалы (п. 2.2) первоначально рассматриваются редакционной коллегией и передаются для рецензирования. После одобрения материалов, согласования различных вопросов с автором (при необходимости) редакционная коллегия сообщает автору решение об опубликовании статьи. В случае отказа в публикации статьи редакция направляет автору мотивированный отказ.

При отклонении материалов из-за нарушения сроков подачи, требований по оформлению или как не отвечающих тематике журнала материалы не публикуются и не возвращаются.

Редакционная коллегия не вступает в дискуссию с авторами отклоненных материалов.

При поступлении в редакцию значительного количества статей их прием в очередной номер может закончиться ДОСРОЧНО.

Более подробную информацию можно получить по телефону редакции:

(812) 294-22-85 с 10.00 до 18.00 – Наталья Александровна

или по e-mail: physics@spbstu.ru