

Рисунок 3 – Максимальное напряжение при испытаниях на разрыв пленок, сформированных из полиэтилена в зависимости от содержания олифы, МПа. Выдержка в ацетоне – 2 суток.

Полученные результаты свидетельствуют, что увеличение содержания олифа в материале сопровождается образованием системы заполненных закрытых пор. При содержании олифы 30 – 40 % формируется структура, характеризующаяся наличием открытых пор. Таким образом, выполненные эксперименты подтверждают формирование в материале системы взаимопроникающих структур, образованных термопластом (ПЭ) и реактопластом (олифа).

Список литературы

1. Папков С. П. Студнеобразное состояние полимеров / С. П. Папков. – М.: Химия, 1974. – 256 с.
2. Низкомодульные композиционные материалы на основе термопластов / В. А. Гольдаде, А. С. Неверов, Л. С. Пинчук; под. ред. А. И. Свириденка. – Мн.: Наука и техника, 1984. – 231 с.

ФРАКТАЛЬНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ РАСПЫЛЯЕМЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МИШЕНЕЙ

Колешко В. М., Гулай А. В., Шевченко А. А., Гулай В. А.

БНТУ, Минск, Беларусь; altaj@tut.by

ГНУ ИПМ НАН Беларуси, Минск, Беларусь, alexshev56@mail.ru

Материалы распыляемых керамических мишеней для формирования тонкопленочных сенсорных микро-наносистем, полученные методом статического или импульсного прессования, представляют собой конгломерат зерен различного размера. Общей предпосылкой для изготовления высокопрочных мишеней и обеспечения их долговечности является получение мелкозернистой структуры материала в сочетании с достаточно узким диапазоном распределения зерен по размерам и однородным распределением фаз. Такая микроструктура композиционных керамических материалов определяется параметрами исходных порошков, режимами формования и последующей термообработки распыляемых мишеней.

Поскольку от структуры материала зависит насыщение мишени газами, выделение их в вакуумной камере и, в конечном итоге, воспроизводимость процесса распыления и качество тонких пленок, изучению данного параметра уделяется особое внимание. Значительный интерес представляет исследование микроструктуры и свойств керамических мишеней оксида цинка, предназначенных для вакуумного распыления при получении сенсорных наноструктур. Одним из методов повышения качества тонких пленок ZnO является введение в состав распыляемых мишеней легирующих добавок соединений редкоземельных элементов (РЗЭ). В связи с этим возникает проблема изучения физико-механических характеристик распыляемых композиционных мишеней на основе оксида цинка с легирующими добавками соединений РЗЭ.

Выполнен анализ физико-химических и физико-механических характеристик исходных порошков оксида цинка и редкоземельных соединений. Рассмотренные фториды РЗЭ имеют близкие значения температуры плавления, претерпевают аналогичные фазовые превращения: при температурах 980–1117⁰С происходит переход из более низкотемпературной ромбической в более высокотемпературную гексагональную фазу. Оксиды РЗЭ являются тугоплавкими материалами, имеют $T_{пл} \geq 2400^0\text{C}$. В оксидах иттрия и диспрозия при температурах 1500–1600⁰С происходит преобразование кристаллической решетки из кубической в моноклинную. По данным сканирующей электронной микроскопии размер частиц порошков соединений РЗЭ (в частности, Y_2O_3 , YF_3) лежит в пределах 0,5–1,5 мкм. Средний размер частиц составляет около 1 мкм, тип кристаллов — близок к равноосным, хотя достаточно часто встречаются зерна пластинчатой формы, причем для порошка YF_3 характерно образование конгломератов из мелких частиц. В случае золь-гель синтеза порошка указанные конгломераты состоят из наночастиц с поперечными размерами около 80 нм. Промышленный порошок Sc_2O_3 представляет собой пластинки длиной 5–10 мкм, толщиной ~1 мкм, которые состоят из наночастиц с поперечными размерами ~50 нм.

Исследованы процессы формования композиционных распыляемых мишеней на основе ZnO и режимы их термообработки в интервале температур 1000–1400⁰С. В качестве микродобавок редкоземельных соединений выбирались оксиды и фториды РЗЭ в количестве до 5% по массе. Статическое прессование экспериментальных образцов проводили как без использования связующего, так и со связующим (поливиниловый спирт) на прессе ZD-40 в интервале давлений 100–500 МПа. Керамические распыляемые мишени получали также методом импульсного прессования на воздухе с использованием бризантных взрывчатых веществ при давлении ~3–5 ГПа. Результаты исследования особенностей формования композиций на основе ZnO с микродобавками редкоземельных соединений представлены в таблице 1, структура формируемых керамических распыляемых мишеней показана на рис. 1.

Таблица 1 – Зависимость плотности керамических мишеней от режимов их прессования.

Материал мишени	Плотность мишени, г/см ³			
	Давление прессования, МПа			
	100 стат.	300 стат.	500 стат.	3000 имп.
ZnO-1 % Y_2O_3	3,12	3,21	3,36	4,55
ZnO-5 % Y_2O_3	2,95	3,10	3,30	4,49
ZnO-5 % Sc_2O_3	2,93	2,98	3,21	4,51
ZnO-4 % YF_3	3,15	3,19	3,28	-
ZnO-4 % HoF_3	3,23	3,27	3,45	-
ZnO-4 % ErF_3	3,19	3,22	3,34	-

Анализ полученных результатов показывает, что с ростом давления статического прессования от 100 до 500 МПа относительная плотность прессовок возрастает примерно до 66% от теоретической. При давлениях более 500 МПа происходит расслоение и растрескивание экспериментальных образцов керамических мишеней. Следует отметить, что без использования связующего (поливиниловый спирт) получить качественные экспериментальные образцы мишеней статическим прессованием не удастся. Импульсным прессованием с использованием бризантного взрывчатого вещества (аммонит 6ЖВ) формируются керамические составы как на основе ZnO с легирующими добавками редкоземельных соединений, так и оксиды РЗЭ (иттрия, скандия, гадолиния) с относительной плотностью 79–83% от теоретической.

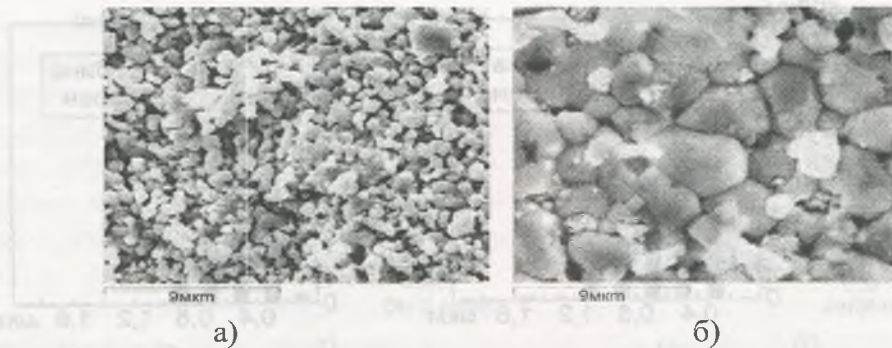


Рисунок 1 – Микроструктура материала мишеней $\text{ZnO-5\%Y}_2\text{O}_3$ при разных режимах термообработки: а — $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 2 ч.; б — $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 2 ч.

Для анализа данных о структуре формируемых мишеней использовались способы оптической и электронной микроскопии. Изготовление металлографических шлифов выполнялось с применением порошка Al_2O_3 со средними размерами частиц 1–2 мкм. Для проведения количественного стереологического анализа использовался автоматический анализатор изображения «Минимаджискан» и универсальная программа «Гениас 26». Применяемый метод позволяет проводить исследование практически любых элементов структуры: зерен, включений, фаз и пор керамических мишеней. Обработка результатов измерения проводится по программе «Results», которая дает возможность статистического анализа получаемых данных (табл. 2, рис. 2).

В качестве основных параметров, необходимых для оценки структуры мишеней, определяются длина пор, ширина пор, средний размер пор, длина частиц, ширина частиц, средний размер частиц, площадь частиц, фактор формы, коэффициент формы (степень неравномерности). Результаты представляются как в виде цифровых данных, так и в виде гистограмм распределения исследуемых элементов по любому из измеряемых параметров. В частности, определяются: среднее арифметическое, среднее геометрическое, среднее гармоническое, дисперсия выборки, среднеквадратичное отклонение выборки, дисперсия совокупности, относительная ошибка и ряд других статистических параметров.

Таблица 2 – Результаты стереологического анализа мишеней оксида цинка с легирующей добавкой оксида иттрия 5% по массе.

Параметры структуры материала	Размер зерна		
	Длина	Ширина	Средний габарит
Минимальное значение, мкм	0,1965	0,1776	0,1889
Максимальное значение, мкм	1,9650	1,4580	1,7120
Среднее арифметическое, мкм	0,5644	0,4704	0,5174
Среднее геометрическое, мкм	0,5229	0,4402	0,4822
Дисперсия выборки	0,0562	0,0325	0,0426
Асимметрия	1,6560	1,4320	1,5270

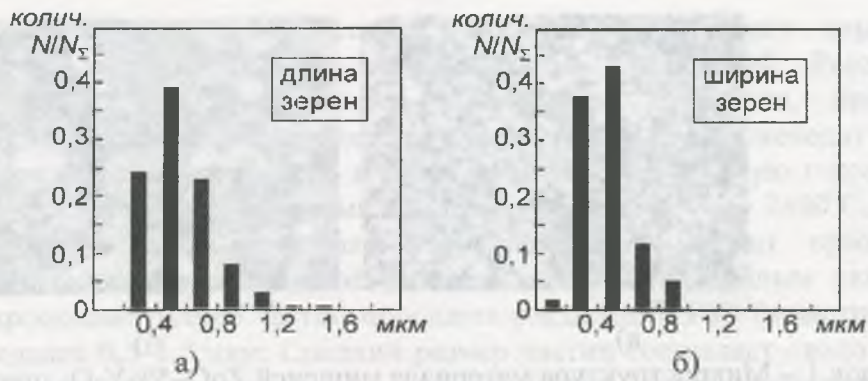


Рисунок 2 – Гистограммы распределения значений размеров зерен в материале формируемых мишеней ZnO-5% Y₂O₃: а — длина; б — ширина.

Предметом анализа является один из эффективных методов представления структуры порошковых распыляемых мишеней в виде физического объекта с фрактальной структурой, получившего название «фрактальный кластер». Фрактальный кластер образуется в результате сцепления множества твердых частиц материала между собой. Этот процесс протекает при различных условиях, что отражается на свойствах образующегося кластера. Анализ свойств кластера при разных физических условиях является основой моделирования технологических процессов, при которых формируется тот или иной тип структуры пористого материала.

Одним из свойств фрактального кластера является то, что по мере его роста падает средняя плотность вещества в объеме, занимаемом кластером. Это связано с характером процесса образования такого кластера, например при получении композиционных порошковых материалов. Так, если соединять большое число фрактальных кластеров, например, при прессовании порошка, то образуется кластер, который обладает фрактальными свойствами на относительно малых размерах и однороден при достаточно больших масштабах.

Свойство фрактальной системы можно представить как среднюю плотность кластера на расстоянии r от некоторой точки кластера. Если вокруг произвольной точки кластера провести сферу радиуса r , то среднюю плотность материала кластера внутри этой сферы можно представить зависимостью $\rho(r) = \text{const}/r^\alpha$. Отсюда получается следующая связь между размером кластера R и числом частиц в нем N (или массой кластера): $N \sim R^{D_\beta}$, $R \sim N^\beta$, $\beta = 1/D_\beta$. В качестве R может быть выбран размер фигуры заданной формы, которая ограничивает определенную область кластера (например, радиус сферы). В этом случае N является числом частиц кластера, находящихся внутри этой фигуры, или массой ограниченной области кластера.

При проведении анализа структуры распыляемых мишеней используются ниспадающие ветви гистограмм распределения частиц (пор) по размерам: длине, ширине, периметру, площади. Указанные ветви гистограмм перестраиваются в логарифмическом масштабе — в виде зависимости логарифма относительного числа частиц (пор) от логарифма их геометрического размера (рис. 3). Линейная аппроксимация полученной зависимости показывает, что для частиц и пор пригоден степенной закон распределения относительного числа структурных элементов $n(d) = \Delta N/N$ по размерам d $n(d) \sim d^{-\alpha}$ (для пор $\alpha = \alpha_c$, для частиц $\alpha = \alpha_p$). В свою очередь, степенной закон распределения структурных элементов дает основание вести речь о том, что на рассматриваемых масштабах структура керамической мишени характеризуется фрактальной геометрией.

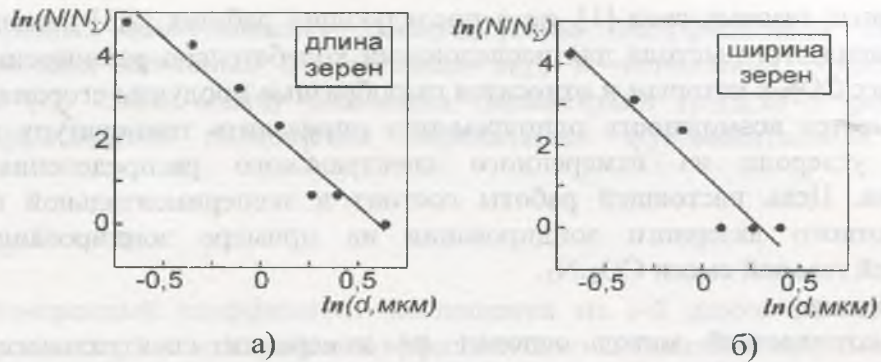


Рисунок 3 – Фрактальный характер распределения количества зерен в материале мишени ZnO-5% Y₂O₃ по размерам: а — длине; б — ширине.

Таким образом, проведены экспериментальные исследования распределения количества зерен в материале распыляемых керамических мишеней по размерам. Исследования проводились при получении мишеней из микро-нанопорошка оксида цинка с легирующими добавками редкоземельных соединений. На основе проведенных исследований предлагается оценивать структуру распыляемых керамических мишеней по фрактальным параметрам. Фрактальная геометрия структуры керамических распыляемых мишеней анализируется по ниспадающим ветвям гистограмм распределения размеров зерен и пор в материале мишени. Фрактальный параметр в данном случае представляется как количественная характеристика структуры распыляемой мишени, наследовавшая свойства всех предшествующих этапов технологического процесса получения готового изделия.

ЛАЗЕРНОЕ ЗОНДИРОВАНИЕ НАГРЕТОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ CO₂:N₂

¹Аршинов К.И., ²Невдах В.В., ¹Крапивная О.Н., ¹Линевич А.В., ¹Шедьков В.В.

¹Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь,
itaaki@yandex.ru

²Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь,
v.v.nev@bk.ru

Введение

Поиск новых способов сгорания топлив, ориентированных на защиту окружающей среды и экономию топливных ресурсов, всегда являлся актуальной задачей. Современные методы исследования горения относятся к области экспериментального, математического и численного моделирования данного процесса. Для оценки применимости новых моделей горения, необходимы экспериментальные данные о температуре, скорости горения и концентрации продуктов сгорания. Для анализа продуктов сгорания топлив можно использовать газоанализаторы, однако отбор проб газоанализаторами достаточно трудоемок и инерционен, что препятствует широкому использованию газоанализаторов для оптимизации процессов горения. Более перспективным средством контроля процесса горения представляется оптический мониторинг. Среди оптических методов особого внимания, как наиболее простой в реализации, заслуживает метод многочастотной лазерной диагностики. Применение данного метода для диагностики газовых сред, содержащих CO₂, стало возможным после разработки стабилизированных по частоте перестраиваемых CO₂-лазеров и полупроводниковых диодных лазеров, что позволило проводить прецизионные измерения коэффициентов усиления/поглощения на различных колебательно-вращательных линиях. Первоначально многочастотная лазерная диагностика использовалась для исследования колебательно неравновесных