Министерство образования и науки РФ
Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ"
им. В.И. Ульянова (Ленина)

VIII НАУЧНО- ПРАКТИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ

«НАУКА НАСТОЯЩЕГО И БУДУЩЕГО»

ДЛЯ СТУДЕНТОВ, АСПИРАНТОВ И МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

Сборник материалов конференции

14 – 16 мая 2020

Том I

Санкт-Петербург
2020

УДК 001.2

VIII НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ «НАУКА НАСТОЯЩЕГО И БУДУЩЕГО» ДЛЯ СТУДЕНТОВ, АСПИРАНТОВ И МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ. Том I. Сборник материалов конференции. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2020. 284 с.

Организаторы:
Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), ПАО «Светлана», Национальный медицинский исследовательский центр имени В. А. Алмазова, Компания ООО «ОПТОСЕНС», АО «НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ «ВЕКТОР», ООО «Ультразвуковая техника - ИНЛАБ», ООО «ЭС ЭМ СИ Пневматик», дочерние общества и организации ПАО «Газпром»

Тематика конференции включает следующие направления

- Радиотехника и инфокоммуникационные технологии
- Электроника и оптоэлектронные приборы
- Наноматериалы и нанотехнологии
- Информатика в технических системах и вычислительная техника
- Системный анализ и информационная безопасность
- Прикладная математика и программная инженерия
- Механотроника и робототехника
- Электропривод, автоматика и энергосбережение
- Приборостроение
- Биомедицинская инженерия
- Управление качеством и инноватика

Сборник материалов содержит доклады, представленные на VIII Научно-практической конференции с международным участием «Наука настоящего и будущего» для студентов, аспирантов и молодых ученых, состоявшейся 14 – 16 мая 2020 года в Санкт-Петербурге. Основной задачей конференции является развитие творческой активности студентов, привлечение их к решению актуальных задач в области науки и техники. Все доклады проходят рецензирование.

Научно-практическая конференция проведена при финансовой поддержке СПбГЭТУ «ЛЭТИ».

ОГЛАВЛЕНИЕ

ЭЛЕКТРОНИКА И ОПТОЭЛЕКТРОННЫЕ ПРИБОРЫ 10

Параметры газового разряда с горячей титановой мишенью в среде аргона . 10

А. Е. Шабалин, А. А. Козин, А.Джандалиева, Н.Г.Егорова

Моделирование и расчет S-параметров копланарной линии передачи в среде Ansys Hfss 13

А.С. Пруцков, Н.А. Иванов

Разработка и сборка прибора для измерения удельного поверхностного сопротивления четырехзондовым методом 18

А.А. Исаева, И.В. Михайлова, В.А. Желтиков

Спектральная и энергетическая калибровка портативного спектрометра 22

А. Г. Козлова, В. С. Горяинов, А. А. Бузников

Разработка и изготовление ячейки для измерений по методу металлодиэлектрического резонатора 25

П. С. Лемешко, М. Г. Иваница

A review of perovskite solar cells: efficiency and stability improvement methods28

I.Margaryan

Сравнительный анализ влияния конструктивно-технологических параметров диодных лавинных обострителей на основе кремния и карбида кремния 32

Б. В. Иванов, В.В.Миловский, А. А. Смирнов, С. А.Шевченко

Исследование динамики изменения тока магнетрона при изменении согласования с нагрузкой 36

К.В. Рогожин, В.А. Иванов

Электрохимическое вольт-фарадное профилирование hjt и пзс структур на основе кремния 39

С.М. Соболев, Г.Е. Яковлев, В.И. Зубков

Изучение зависимости емкости и концентрации носителей заряда от частоты для легированного бором CVD алмаза 42

М.В. Тулинцев, А.В. Соломникова

НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ 46

From etanol vapour gas sensors to sensor of bacteria detection 46

D. Tz. Dimitrov

Использование реперных газов в качестве индикаторов при исследовании энергетического состояния поверхности пористых иерархических материалов на примере систем металлооксидов SnO_2-SiO_2 и ZnO-SnO_2-SiO_2 49

Е.В. Абрашова, Е.В. Мараева

Математическое моделирование и организация стенда контроля роста островковых тонких плёнок 53

О.Г. Андреасян, В.С. Журавлева

Влияние концентрации гидроксида натрия на синтез фотокаталитических материалов на основе оксида цинка 57

М.А. Аникина, Е.А. Левкевич, А.И. Максимов

Исследование электрофизических свойств фуллереновых нанопленок 62

И. Е. Ануфриев, К. А. Гаврилов, В. В. Кривицкий, Ю.М. спивак, В.И. герасимов

Новые композиты в производстве строительных материалов, полученные в условиях микроволновой активации 65

А.Х. Жакина, О.В. Арнт, Е.П. Василец

Исследование спектров фотолюминисценции композитов на основе пористого кремния и никеля 67

В.П. Безверхний

Синтез наногексаподов на основе оксида цинка гидротермальным методом 71

А.А. Бобков

Получение Fe- и Zn-содержащих композитов на основе феррита цинка (II) 73

Я.А. Висурханова, Е.А. Соболева, Н.М. Иванова

Получение наночастиц сополимера полилактид-со-гликолид, иммобилизованных изониазидом 77

А.Р. Галиева, Е.М. Тажбаев, Т.С. Жумагалиева

Пористый кремний как материал для биосенсора глюкозы 79

К.А. Ганичкина, Н.В. Латухина

Особенности нано- и микроструктурирования поверхности пленок халькогенидов свинца при плазменной обработке вблизи порога распыления 82

К.Е. Гусева, С.П. Зимин

Изучение влияния сложносоставного буферного слоя SIC на оптические, структурные и транспортные свойства GAN/SIC/SI(111) гетероструктур 86

Д.С. Золотухин, П.В. Середин, Д.Л. Голощапов, А.С. Леньшин

Флуоресцентная спектроскопия и конфокальная микроскопическая спектроскопия для исследования структуры и функционирования природных пигмент-белковых комплексов для биосенсорики 88

С.А.Иванова, А.А. Каташев, Н.Ю. Григорьева

Флуоресцентная визуализация биологических объектов, меченных наночастицами 92

М.С. Истомина

Изучение влияния облучения протонами и температуры на характеристики УФ-фотоприемника на основе 4H-SIC с диодом Шоттки 96

А.А. Каташев, С.А. Иванова, Е.В. Калинина

Разработка и исследование структурных свойств пленок оксида цинка легированные редкоземельными элементами полученные золь-гель методом..... 100

А.Е. Кемелбекова

Бактериальная биосовместимость E. COLI M-17 с образцами многостенных углеродных нанотрубок различной структуры 104

А.В. Коваленко, А.А.ШЕМУХИН, ,Д.С.ЮМАНОВ

Разработка и исследование наноматериалов для электрофоретических дисплеев..... 108

А.С. Коваленко, А.М. НИКОЛАЕВ, О.А. ШИЛОВА

Исследование влияния ионно-индуцированных дефектов на фотолюминесценцию пористого кремния при имплантации ионов аргона..... 112

А.В. Кожемяко, А.А. Шемухиня, Е.Н. Муратова

Исследование путей протонной проводимости в допированных иттербием гафнатах бария..... 115

Н. С. Котляров, М.Ю. Арсентьев

Разработка модели биполярного транзистора на основе sic для использования в современных САПР 118

Е. М. Кристюк

Многофункциональный емкостной датчик 122

Д.С. Кулманаков, Н.С. Пщелко, И.П. Костовский

Исследование морфологии поверхности слоев фосфида галлия, выращенных методом ALD на Si 126

К. Курасова, А.В. Соломникова

Квазикристаллы и апериодические метаматериалы: структура, свойства и перспективы применения в микро- и наноэлектронике 130

П.А. Мадисон

Низкотемпературный синтез полупроводниковых металлооксидов с иерархической структурой в рамках адаптированной для гибкой электроники золь-гель технологии 132

А.А. Малкин, И.А. Аверин, А.А. Карманов

Влияние структуры паоа на механизм прохождения через нее ионов гелия 135

Е.Н. Муратова, А.А. ШЕМУХИН

Методика синтеза композитов на основе серебра для получения каталитически активных слоев топливного элемента 139

Г.В. Ненашев

Оптимизация технологических приемов получение контактных окон для формирования межсоединений в МИС СВЧ 141

В.Д. Осипов, С.Д. Зинкин, В.А. Мошников

Оценка возможности сокращения продолжительности эксперимента при изучении тепловых процессов на подложке 145

В. А. Павлов, А. В. Кочин, А. В. Рудаков 145

Электретный пинцет для манипулирования миниатюрными плоскими объектами 149

Д.В. Рыченков, Н.С. Пщелко, Д.С. Кулманаков

Исследование фотопроводимости наностержней оксида цинка в видимой области спектра 153

А.А. Рябко

Анализ свойств фуллеренов и перспективы их применения 156

А.Р. Сайфулина

Синтез и исследование электрохимических свойств трисульфида титана как электродного материала для перезаряжаемых аккумуляторов 159

Е. И. Сысоев, М.Ю. Арсентьев

ВАХ магнетрона с молибденовой мишенью 163

А.А. Фисенко, Д.С. Шестаков

ИНФОРМАТИКА В ТЕХНИЧЕСКИХ СИСТЕМАХ И ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 166

Многопоточная архитектура агента реального времени для виртуального футбола 166

М.А. Золотухин

Исследование моделей оценки полезности действий агентов в виртуальном футболе 168

Д.М. Киварин, М.Г. Пантелеев

Исследование рекуррентной нейронной сети LSTM для построения эмбеддингов нуклеотидных последовательностей 172

Д.О. Комаровских, А.М. Панюков, Н.И. Трофимов

Архитектура программного обеспечения для просмотра и анализа акустических данных 176

Р.Л. Крючков

Обзор компонентов spring framework для разработки микросервисных приложений 179

О.В. Макарова, А.С. Машанин, А.С. Ястребков

Разработка архитектуры системы автоматического формирования требований на разработку программного обеспечения 182

Т.С. Карпова, С.Ю. Малышева

Использование искусственных нейронных сетей для прогнозирования изменений в системах перекачки темных нефтепродуктов 185

А.С. Машанин, А.О. Староказников, И.И. Шпаковская

Разработка кроссплатформенных мобильных приложений на SDK Flutter. основные архитектурные подходы 189

А.А. Мишанов

Применение нечётких методов в проектировании системы управления промышленным мобильным агентом при движении в недетерминированной среде 191

К. Мукешимана

Разработка модуля детектирования отраженного сигнала рефлектометрического навигационного приемника 196

Д.Г. Мюррей, С.В. Шафран

Разработка алгоритмов произвольного времени для вычисления траектории паса в виртуальном футболе 200

Б.М. Новиков, М.Г. Пантелеев

Информационная безопасность интерфейса RS-232 при реализации робототехнических систем 204

В.Н. Холмогоров, К.А. Порохненко

Отличительные возможности по для управления проектами согласно принципам методологии AGILE 206

А.А. Черных

ПРИКЛАДНАЯ МАТЕМАТИКА И ПРОГРАММНАЯ ИНЖЕНЕРИЯ 209

Разработка системы контроля передвижений сотрудников 209

С.А. Антонов

Использование самоорганизующихся карт для определения типа источника сигнала 213

Е.О. Белоусов, В.Е. Стрельников

Исследование методов интеллектуального анализа данных для улучшения показателей рекламных кампаний 216

В.Н. Вероха, К.А. Борисенко

Методы шифрования 220

П.Л. Волкова

Метод обнаружения посторонних звуков с применением нейронных сетей 223

С.Д. Гречков, Н.В. Размочаева, Д.М. Клионский

Разработка приложения для 3D моделирования в VR при помощи hand tracking 227

Т.В. Герасимова, А.С. Кузьмина

Сравнительный анализ дистанционных курсов по цифровой обработке сигналов на Python 231

Г.О. Медведев, Н.В. Размочаева, Д.М. Клионский

Исследование контролируемых алгоритмов решения задачи прогнозирования динамики розничной торговли 236

Е.С. Охримук, Н.В. Размочаева

Исследование алгоритмов снижения размерности пространства признаков в задаче анализа клиентских данных 240

Н.В. Попов, Н.В. Размочаева, Д.М. Клионский

Использование агентов машинного обучения в среде UNITY3D 244

М.И. Рымарь, Т.В. Герасимова

Эффективное применение методов машинного обучения для работы с малым количеством данных 248

М.Р. Синельников, Д.Д. Латкин

Исследование решений систем мониторинга процесса обучения студентов 252

А.А. Спас, Т.А. Берленко

Результаты апробации средств машинного обучения для задачи бинарной классификации аудиоданных океанографической обсерватории 255

В.Е. Стрельников, Е.О. Белоусов

Решение систем тропических линейных уравнений с помощью алгоритма григорьева 259

А. А. Тарасова

Асимптотика геометрических параметров типичных диаграмм Юнга для марковских процессов на графе твердых разбиений 262

Е. Тян

СИСТЕМНЫЙ АНАЛИЗ И ИНФОРМАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ 266

Способ предотвращения утечки конфиденциальных данных из информационной системы на основе метода латентно-семантического анализа 266

С.А. Краснов, Е.Б. Ашмаров, А.С. Грибовская

How to become an it-sec person? (a complete guide to security roadmap) 270

Zahra Dorostkar, Ghader Ahmadi Didehbani

Анализ потребностей сотрудников на примере департамента информационных систем 274

А.А. Пожарская, А.А. Волосюк

Анализ PE-заголовка для обнаружения вредоносных программ на основе машинного обучения 277

Фан Тхи Хай Ха

Аутентификация и авторизация пользователей в микросервисном приложении на базе протокола oauth 2.0 281

А.С. Ястребков, Я.А. Атаева, А.С. Машанин

ЭЛЕКТРОНИКА И ОПТОЭЛЕКТРОННЫЕ ПРИБОРЫ

ПАРАМЕТРЫ ГАЗОВОГО РАЗРЯДА С ГОРЯЧЕЙ ТИТАНОВОЙ МИШЕНЬЮ В СРЕДЕ АРГОНА

А. Е. Шабалин, А. А. Козин, А.Джандалиева, Н.Г.Егорова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данной работе выполнено моделирование газового разряда магнетрона с горячей мишенью в среде аргона с помощью программного пакета COMSOL Multiphysics. Результаты моделирования указывают на различия параметров разряда при использовании холодной и горячей мишеней. Концентрация электронов и атомов возбужденного аргона была выше для разряда с горячей мишенью. Но электронная температуру в этом случае оказалась ниже.

Ключевые слова: моделирование газового разряда, газовый разряд, горячая мишень

Введение. В последние десятилетия магнетронное распыление является одним из самых эффективных методов нанесения высококачественных покрытий на твердую поверхность [1]. И магнетронные распылительные системы (МРС) с холодной мишенью являются достаточно хорошо изученными [2]. Вместе с тем энергетическая эффективность МРС с холодной мишенью является низкой и не позволяет осаждать пленки с высокой производительностью [3]. Для повышения энергетической эффективности магнетронного распыления применяют МРС с горячими мишенями [4–6]. Эти устройства в настоящее время изучены в недостаточной мере.

Одной из важных задач для понимания особенностей разряда с горячей мишенью является изучение его параметров, к которым относятся электронная температура и концентрация частиц разного рода. Эту задачу решают как экспериментально, так и с помощью моделирования. Моделирование позволяет предсказывать характеристики разряда и более точно понимать физические процессы исследуемого объекта.

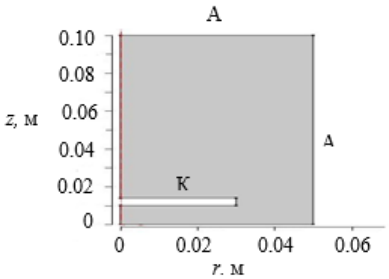


Рис. 1. Двумерная модель МРС

В данной работе наша цель состояла в создании модели разряда магнетрона с горячей титановой мишенью в программном пакете COMSOL Multiphysics, выбор которого обусловлен его универсальностью и доступностью. Моделирование выполнялось в несколько шагов: была создана двухмерная геометрическая модель, описаны физические законы, заданы граничные условия, построена конечно-элементная сетка и произведены расчеты.

Детали эксперимента. Расчет выполнялся в программном пакете COMSOL Multiphysics на персональном компьютере, имеющем следующие основные характеристики: процессор Intel(R) Core™ i5-4200M CPU @ 2.50 GHz (4CPUs), оперативная память – 6 ГБ.

Геометрическая модель разрядного блока представляет собой двумерную модель, созданную в пакете COMSOL Multiphysics, на основании которой была построена конечно-элементная треугольная сетка. Задача решалась в цилиндрической системе координат. Геометрия модели показана на рис. 1. Стенки в ней являются анодом. МРС является симметричной, поэтому на рис. 1 отображена только ее половина. Шаг сетки был выбран таким, чтобы погрешность расчетов не превышала 5%. Начальные условия эксперимента приведены в табл. 1.

Таблица 1

Параметры разряда

Параметр	Значение
Напряжение разряда (V_0)	250 В
Давление газа (p_0)	0.5 Торр
Коэффициент ионно-электронной эмиссии (γ)	0.25
Температура (T)	293.15 К
Коэффициент отражения (R)	0.33
Сопротивление балластного резистора (R_b)	$5 \cdot 10^5$ Ом

Результаты и обсуждение. На рис. 2, *а* показаны распределения электронной температуры вдоль координаты z, направленной от катода к аноду для разряда с мишенями разного типа. Приведенные на рис. 2, *а* кривые имеют как сходство, так и различия.

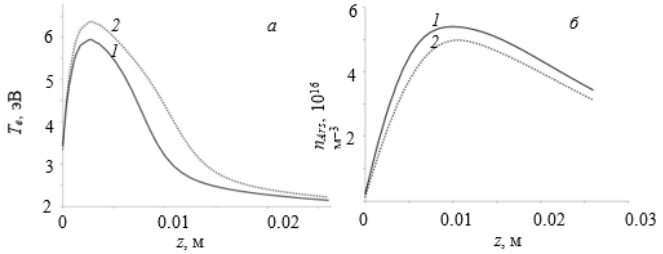


Рис. 2. Распределение при напряжении 250 В: а – электронной температуры; б – атомов возбужденного аргона для мишени: 1 – горячей; 2 – холодной

Так оба распределения увеличиваются от катода до левого края начала области катодного свечения, где и наблюдается максимум электронной температуры [7]. Далее происходит падение, которое объясняется неупругими столкновениями (процессы возбуждения и ионизации), которые испытывают энергичные электроны, теряя при этом энергию от переднего края области катодного свечения до правого края темного катодного пространства. Далее электронная температура слабо изменяется до анода. Отметим также, что уменьшение этого параметра происходит там, где увеличивается концентрация электронов, что говорит об общей тенденции поведения кривых.

Уменьшение электронной температуры для разряда с горячей мишенью может быть связано с тем, что термоэлектроны имеют меньшую энергию и, следовательно, они снижают величину общей электронной температуры. Однако, стоит отметить, что кривые на рис. 2, *а* построены в электронвольтах. Перевод этой величины в кельвины приведет к

тому, что различие в электронной температуре для разрядов с горячей и холодной мишенью будет малым. Из этого можно сделать вывод, что тип мишени слабо влияет на электронную температуру в МРС.

Распределение атомов возбужденного аргона (рис. 2, *б*) показывает область высокой интенсивности – область катодного свечения разряда [8]. Электроны, вылетая с катода, имеют энергию порядка единиц электрон-вольт, но, ускоряясь в поле, приобретают энергию, достаточную для возбуждения атомов аргона и возникает свечение.

Добавление дополнительного механизма эмиссии электронов (термоэлектронная эмиссия) сказывается на кривых на рис. 2, *б*. Видно, что в случае с горячей мишенью, концентрация атомов возбужденного аргона выше, так как происходит больше актов возбуждения, нежели в разряде с холодной мишенью.

На рис. 3. показано распределение электронов в разряде. Из рис. 3 видно, что плотность электронов возле катода значительно ниже, нежели в области темного катодного пространства. Это объясняется большим количеством актов ионизации в области темного катодного пространства, в результате которых рождается большое число электронов.

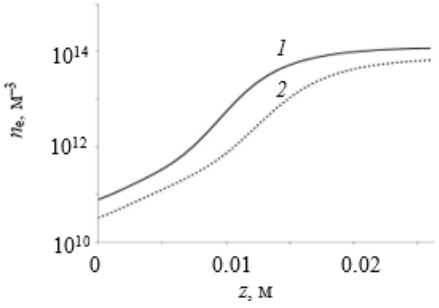


Рис. 3. Распределение электронов при напряжении 250 В для мишени: 1 – горячей; 2 – холодной

Кривая для МРС с горячей мишенью на рис. 3 имеет бóльшие значения в результате появления дополнительных термоэлектронов.

Выводы. Подводя итоги, обратим внимание на то, что форма кривых для электронной температуры, распределения атомов возбужденного аргона и распределения электронов не меняется с изменением типа мишени. Но в то же время значительно различаются концентрации и незначительно (в рамках погрешности) различается величина электронной температуры, что согласуется с исследованиями в данной области.

Авторы благодарны профессору Шаповалову В.И. за помощь, оказанную при подготовке этой работы.

Список литературы

1. Барыбин А. А., Шаповалов В. И. Пленки оксидов переходных металлов: физика и технология реактивного распыления СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2009. 176 с.
2. Komlev A. E., Shapovalov V. I., Shutova N. S. // Techn. Phys. 2012. V. 57. P. 1030–1033.
3. Anders A. // J. Vac. Sci. Technol. A. 2010. V. 28. P. 783–790.
4. Shapovalov V. I., Minzhulina E. A. // Vacuum. 2019. V. 161. P. 324–327.
5. Kozin A.A., Shapovalov V. I. // Sur. Coat. Technol. 2019. V. 359. P. 451-458.
6. Shapovalov V. I. // 2019. V. 64, No. 7. P. 926–932.
7. Tao W. H., Prelas M. A., Yasuda H. K. // J. Vac. Sci. Tech. 1996. V. 14. P. 2113.
8. Raizer Y. P. Gas Discharge Physics. Springer, Berlin, New York 1991 736 p.

МОДЕЛИРОВАНИЕ И РАСЧЕТ S-ПАРАМЕТРОВ КОПЛАНАРНОЙ ЛИНИИ ПЕРЕДАЧИ В СРЕДЕ ANSYS HFSS

А.С. Пруцков, Н.А. Иванов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Модель копланарной линии передачи, описанная в настоящей статье, была разработана в программном пакете ANSYS HFSS для предварительной оценки коэффициента поглощения электромагнитной волны в материале до его изготовления. Рассмотренная модель используется для моделирования *S*-параметров в частотном диапазоне 0–2000 МГц. Приведены основные теоретические сведения о методе моделирования.

Ключевые слова: моделирование, программное обеспечение, HFSS, диэлектрическая проницаемость, копланарная линия передачи, S-параметры.

Для получения экспериментальных данных использовался метод, основанный на копланарной линии передачи (КЛП, рисунок 1), разработанной в СПбГЭТУ «ЛЭТИ» и рассчитанной на частотный диапазон от 50 до 2000 МГц. Конструктивно КЛП представляет собой массивное латунное основание с закрепленной на нем пластиной из ситалла марки СТ-32-1 (60×48×1 мм). Диэлектрическая проницаемость пластины равна 10 (в диапазоне частот 50–2000 МГц). Металлизация пластины состоит из трех слоев общей толщиной 10 мкм: адгезионного слоя Cr, проводящего слоя Cu и защитного слоя Sn–Bi. Ширина центрального проводника КЛП составляет 1,7 мм, расстояние между центральным проводником и экраном составляет 0,7 мм [1]. Для разработки модели было использовано программное обеспечение (ПО) High Frequency System Simulator (HFSS) от компании ANSYS [2].

Рис. 1. Вид копланарной линии передачи

Моделирование может дать надёжные результаты лишь в случае соблюдения геометрического и физического подобия реального явления и его модели. Поэтому для более точного модельного описания КЛП и соответствующих параметров необходимо следовать определенному алгоритму.

Общий алгоритм моделирования и решения задач в программе HFSS представлен на рисунке 2.

Моделирование копланарной линии передачи и расчет *S*-параметров выполнялись по данному алгоритму.

Тип решения (Solution type) выбирается “Driven Terminal”. Данный тип решения предназначен для вычисления *S*-параметров многопортовой структуры, подключенной к

нагрузкам. *S*-матрица выражается в терминах отношений напряжений отраженных и падающих волн в портах многополюсника, имеющих размерность [В].

Топология модели, представленная на рисунке 3, состоит из нескольких элементов:

- Основание (подложка) – параллелепипед с размерами 60×48×1 мм.
- Центральный проводник – параллелепипед с размерами 60×1,7×0,0001 мм.
- Два боковых экрана – параллелепипеды с размерами 60×22,45×0,0001 мм, находящиеся на расстоянии 0,7 мм от центрального проводника.
- Исследуемый образец – параллелепипед с размерами 44×44×0,3 мм
- Два зазора – параллелепипеды с размерами 60×0,7×0,0001 мм, которые находятся между центральным проводником и экранами.

Рис. 2. Алгоритм решения задач в HFSS

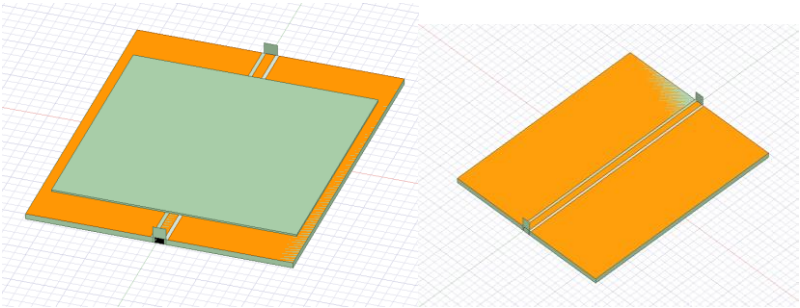


Рис. 3. Модель КЛП а) без нагрузки, б) нагруженная образцом

Материальные параметры моделируемых объектов выбирались из существующей базы данных материалов в HFSS. Кроме того, создавались новые с соответствующими материальными параметрами.

В качестве основания использовалась пластина из ситалла марки СТ-32-1. Металлизация пластины (на рисунке 3 обозначена оранжевым цветом) состоит только из проводящего слоя Cu (в отличие от реальной копланарной линии передачи, где металлизация состоит из 3-х слоев) толщиной 0,1 мкм. Характеристики Cu взяты из библиотеки материалов

HFSS. Использование только одного слоя вызвано необходимостью упростить расчеты. Считаем, что в зазорах между центральным и боковыми проводниками находится воздух. Характеристики воздуха взяты из библиотеки материалов HFSS.

В качестве исследуемых образцов были выбраны: пластина из керамики МСТ-10, пленки из желатина и желатина с частицами PEDOT:PSS. Физические характеристики материалов взяты из работы [1]. Граничные условия определяют поле на поверхностях объектов. Нижняя и боковые поверхности задаются как “Perfect E”. Данное граничное условие представляет собой модель заземления.

Возбуждение КЛП выполнено с помощью дискретного источника Lumped Port. Он представляет собой внутреннюю поверхность, через которую сигнал вводится или выводится из модели. Сосредоточенные порты вычисляют *S*–параметры непосредственно на портах. Также данный тип портов выбран по причине того, что есть возможность задать волновое сопротивление для модели КЛП, равное 50 Ом. Порты задаются симметрично с двух сторон от центрального проводника (рисунок 4).

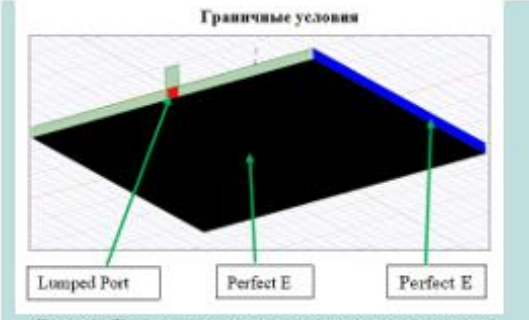


Рис. 4. Граничные условия на поверхностях модели

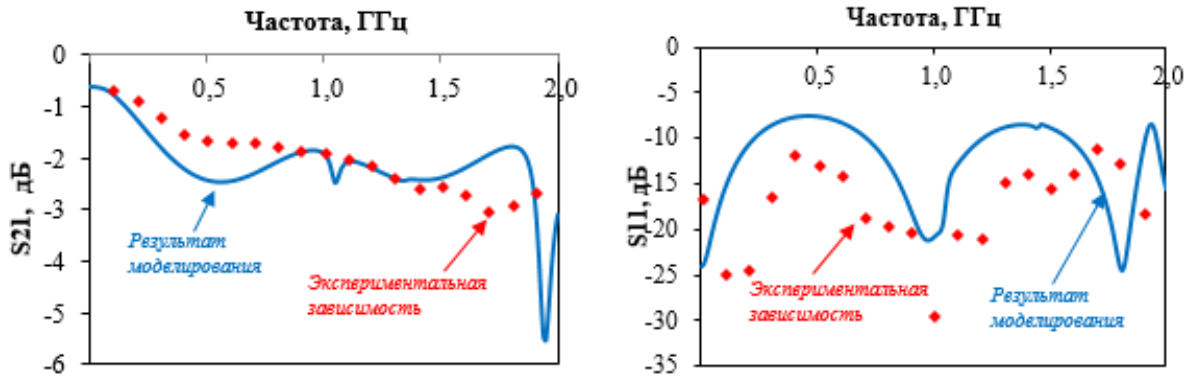


Рис. 5. Частотные зависимости модулей коэффициента передачи S_{21} и коэффициента отражения S_{11} копланарной линии передачи без нагрузки

Выбирается метод решения типа «Driven Terminal». Максимальное число уплотнений ячеек (Maximum Number of Passes) и изменение модулей *S*-параметров (Delta S) выбираются 6 и 0,02 соответственно. Остальные параметры остаются заданными по умолчанию. В дальнейшем при совершенствовании модели данные параметры могут быть изменены. Анализ выполнялся в диапазоне частот от 0 до 2 ГГц с размером шага 10 МГц.

Результаты моделирования модулей комплексных коэффициентов передачи и отражения S_{21} и S_{11} соответственно сравнивались с экспериментальными данным, полученными с использованием векторного анализатора цепей ZVB-20 (Rohde & Schwarz, Германия).

Результаты сравнения частотных зависимостей S_{21} и S_{11} для КЛП без нагрузки приведены на рисунке 5. Как видно из полученных зависимостей, *S*-параметры разработанной модели близки к экспериментальным данным.

Некоторые отклонения могут быть обусловлены тем, что экспериментальные значения *S*-параметров были получены в диапазоне частот с большим размером шага по частоте, нежели шаг, заданный для модели.

Результаты сравнения частотных зависимостей S_{21} и S_{11} для модели и реальной КЛП, нагруженной пластиной из керамики МСТ-10, показаны на рисунке 6.

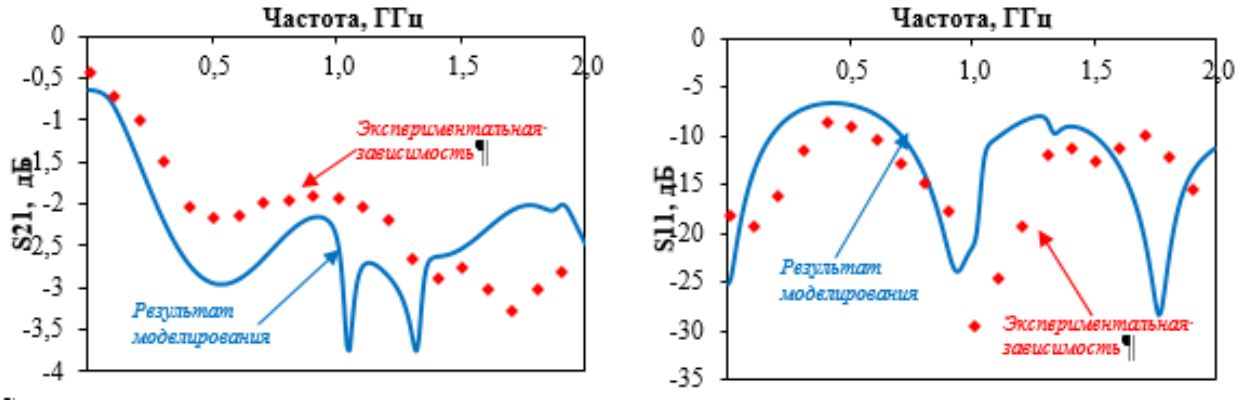


Рис. 6. Частотные зависимости модулей коэффициента передачи S_{21} и коэффициента отражения S_{11} копланарной линии передачи, нагруженной пластиной из керамики МСТ-10

Как видно из рисунка 6, *S*-параметры разработанной модели соответствуют с экспериментальным данным. Расхождения наблюдаются при частотах близких к 2 ГГц, так как эта частота является предельной для реальной КЛП. Это справедливо для всех результатов.

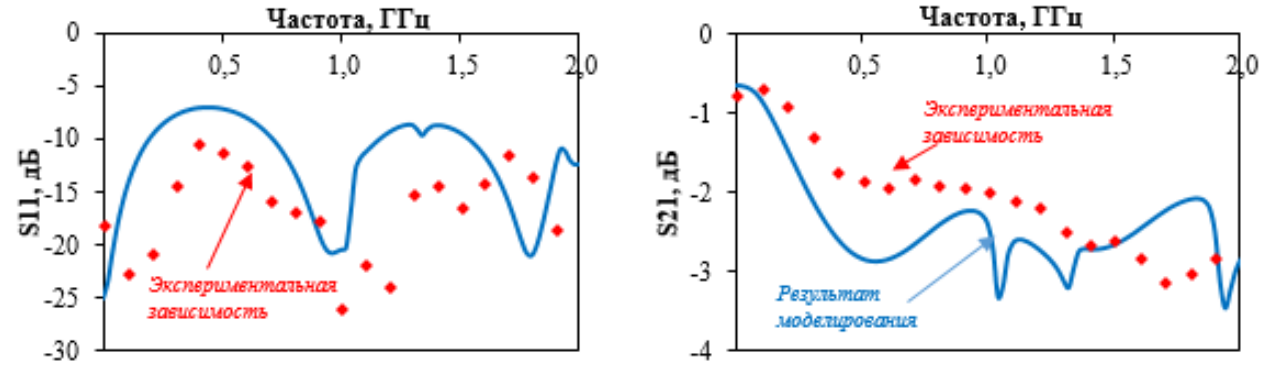


Рис. 7. Частотные зависимости модулей коэффициента передачи S_{21} и коэффициента отражения S_{11} копланарной линии передачи, нагруженной пленкой из желатина

Результаты сравнения частотных зависимостей S_{21} и S_{11} для модели КЛП, нагруженной пленкой из желатина и с частицами PEDOT:PSS, показаны на рис. 7 и 8.

Как видно из рисунка 7, сходимость между *S*-параметрами разработанной модели и реальной КЛП – наблюдается.

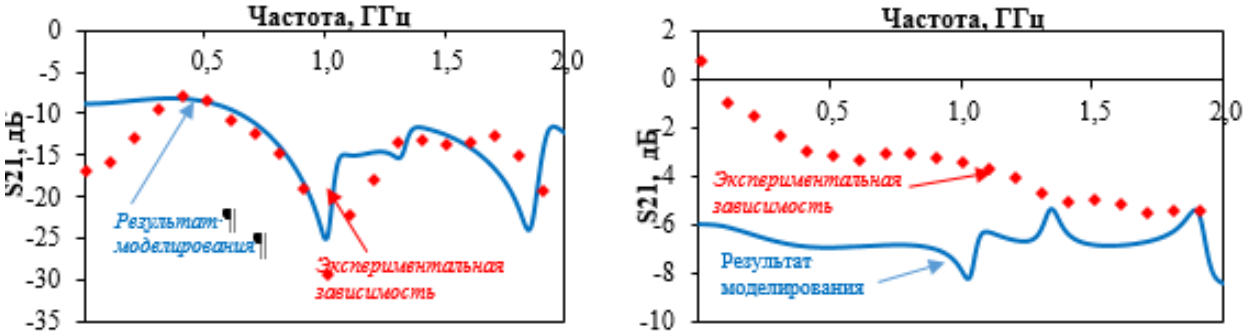


Рис. 8. Частотные зависимости модулей коэффициента передачи S_{21} и коэффициента отражения S_{11} копланарной линии передачи, нагруженной пленкой из желатина с частицами PEDOT:PSS

Для пластины с частицами PEDOT:PSS (рисунок 8) коэффициент отражения S_{11} разработанной модели отлично сходится с экспериментальной зависимостью, а коэффициент передачи S_{21} имеет существенные отклонения в начале исследуемого диапазона. Данное отклонение может быть вызвано некорректным определением физических характеристик материала, а также рядом допущений, сделанных при создании модели.

Заключение

В результате проведения работы в ПО HFSS была разработана модель КЛП. Проведено моделирование частотных зависимостей *S*-параметров КЛП, нагруженной различными образцами. Полученные результаты моделирования сходятся с экспериментальными для пластин из МСТ-10 и желатина, а для образца из желатина с частицами PEDOT:PSS наблюдается значительное отклонение коэффициента передачи. В рамках дальнейшей работы планируется усовершенствование модели для исследования образцов с высокими диэлектрическими и магнитными потерями.

Список литературы

1. Gareev K.G., Bagrets V.S., Khmelnitskiy I.K., Ivanitsa M.G., Testov D.O. Research and Development of "Gelatin–Conductive Polymer" Composites for Electromagnetic Compatibility. 2020 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus), St. Petersburg and Moscow, Russia, 27–30 Jan. 2020. IEEE, 2020. с. 1069–1072.
2. Банков С.Е., Курушин А.А. Проектирование СВЧ устройств и антенн с Ansoft HFSS. М.: Солон-Пресс, 2009. 736 с.

РАЗРАБОТКА И СБОРКА ПРИБОРА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ УДЕЛЬНОГО ПОВЕРХНОСТНОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ЧЕТЫРЕХЗОНДОВЫМ МЕТОДОМ

А.А. Исаева, И.В. Михайлова, В.А. Желтиков

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

Аннотация. В статье представлена разработка прибора для измерения удельного поверхностного сопротивления тонких пленок с возможностью изменения направления тока для повышения точности измерений. Разработаны принципиальная электрическая схема измерительного блока прибора и общая схема прибора. Описаны основные компоненты прибора и их назначение. Приведен план калибровки прибора с построением графика зависимости напряжения от поверхностного сопротивления.

Ключевые слова: удельное поверхностное сопротивление, тонкие пленки, четырехзондовый метод

Одним из ключевых параметров тонкопленочного покрытия является удельное поверхностное сопротивление (ПС). Величину удельного ПС необходимо контролировать, так как от нее зависят характеристики тонкой пленки. Например, при известном удельном ПС островковых тонких пленок (ОТП) и островковых наноструктур (ОНС) можно отследить расстояние между островками и их размеры, измеряя величину тока [1]. По значениям расстояния между островками и их размерам можно создать математические модели, позволяющие прогнозировать геометрические характеристики ОТП, а также физические процессы, такие как многократная коалесценция.

Величина удельного ПС также важна для сверхпроводниковых материалов WSi и NbN, которые используются для создания чувствительного элемента однофотонных детекторов. Проведенные исследования [2] показали, что от значения удельного ПС материала чувствительного элемента напрямую зависит квантовая эффективность - величина, определяющая качество детектора и возможность его применения.

Целью данной работы является разработка и сборка прибора для измерения удельного ПС тонких пленок.

Разработка схемы прибора

Метод для измерения удельного ПС прибором выбран четырехзондовый. Удельное ПС измеряется с помощью четырех зондов: через два из них пропускается ток заданной величины (токовые зонды), а с двух других снимается напряжение (сигнальные зонды) [3].

Для реализации данного метода составлена электрическая схема с возможностями подачи тока на образец; настройка тока пикоамперметром; изменение направления тока для повышения точности измерения; измерение потенциала на образце.

Функционал прибора находится в корпусе измерительного блока, имеющего возможность соединения с внешними измерительными приборами (рисунок 1): зондовой головкой – выход XP1, амперметром – выход XP2, вольтметром – выход XP3 и блоком питания – выход XP4.

Источник тока выполнен в виде регулируемого стабилизатора тока PCT1 и имеет пять выходов: OE, GND, VDD, in_I_–, in_I_+. При заземлении контакта OE с нулевым потенциалом источник тока выключается. По выходам in_I_+, in_I_– подается постоянный ток к измеряемому образцу.

Включение и выключение прибора осуществляется кнопкой SB1. Блок питания реализует питание стабилизатора тока PC1. Блок реле с катушкой K1, подключенный к двум тумблерам SA1 и SA2 и кнопке SB2, применяется для смены направления тока.

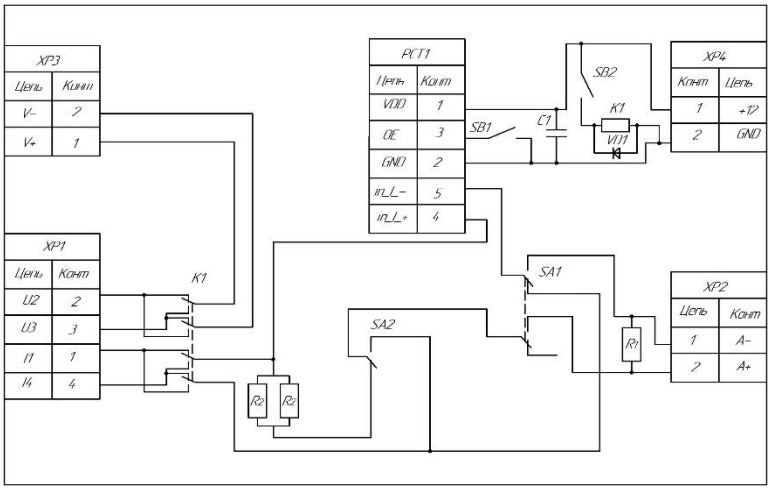


Рисунок 1 – Принципиальная схема измерительного блока

Тумблеры SA1 и SA2 обеспечивают три варианта подключения:

1. к схеме подключен только образец – измерение образца (SA1 вкл., SA2 вкл.);
2. к схеме подключены образец и амперметр – проверка подачи тока (SA1 выкл., SA2 вкл.);
3. к схеме подключены амперметр и калибровочные резисторы (R2) – настройка тока (SA1 выкл., SA2 выкл.).

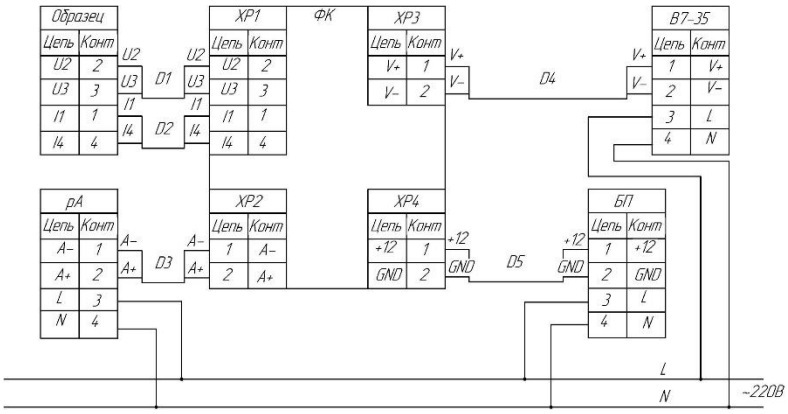


Рисунок 2 – Общая схема прибора

Резистор R1 уменьшает значение тока в 40 раз для измерения на пикоамперметре. Резисторы R2 используются как калибровочные для настройки тока от источника. Конденсатор C1 применяется для стабилизации напряжения.

Общая схема прибора состоит из функционального корпуса (ФК) измерительного блока, измерительных приборов (пикоамперметра и вольтметра) и блока питания (рисунок 2).

С помощью общих шин осуществляется связь ФК с блоком питания, измерительными приборами и образцом. D1 и D2 связывают ФК с образцом, обеспечивая подачу тока, D3 связывает ФК с пикоамперметром, D4 связывает ФК с блоком питания.

Измерительные приборы и блок питания подключаются к однофазной сети.

Для плавности и точности наведения зондов на образец, зондовая головка размещена в стакане подвижной части штатива.

Подбор компонентов

Основными составляющими прибора являются зондовая головка, вольтметр, пикоамперметр, блок питания, источник тока.

Зондовая головка состоит из стакана, который находится в подвижной части штатива прибора, и платы, к которой припаяно 4 зонда. Зонды подпружинены в собственном корпусе, благодаря чему при опускании пленку касаются все зонды. Межзондовое расстояние составляет 1,27 мм, в соответствии с рекомендацией к соблюдению интервала от 1 до 1,6 мм [4]. Через два крайних зонда проходит постоянный ток заданной величины, через два средних зонда снимается напряжение.

Для измерения удельного ПС покрытий требуется ток до 150 мА [5]. Подобранный источник тока способен регулировать ток от 20 до 600 мА. Требуемый диапазон тока будет реализован при питании 12В.

Блок питания – источник напряжения – работает от общей сети с напряжением 220 В и частотой 50 Гц. На выходе напряжение составляет 12 В и подается к источнику тока.

Для на стройки источника тока выбран пикоамперметр KEITHLEY6485, который позволяет измерять ток до 20 мА. При измерении поверхностного сопротивления пикоамперметр использоваться не будет, по этой причине его наличие в схеме не требуется.

Вольтметр В7-35 используется для измерения разности потенциалов на образце. Данная модель выбрана ввиду простоты использования и доступности.

Для подключения компонентов подобраны разъемы на панель и кабель. При подборе учитывались способ монтажа, тип кабеля, тип разъема. Для реализации измерения подобраны две кнопки и два тумблера.

Монтаж

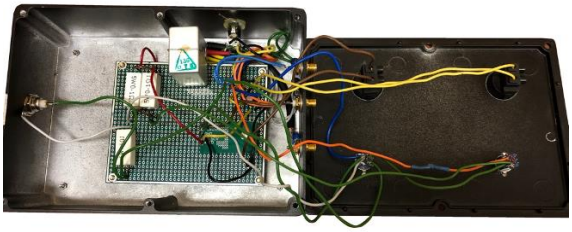


Рисунок 3 – Функциональный корпус после монтажа

Осуществлен монтаж компонентов функционального корпуса прибора для измерения удельного ПС (рисунок 3).

При монтаже к функциональному корпусу присоединены кнопки, тумблеры, также осуществлено их соединение с платой. Осуществлен монтаж разъемов внутри корпуса.

План калибровки прибора

Измерение удельного ПС на приборе будет осуществляться путем соотнесения значения напряжения на вольтметре с графиком зависимости напряжения от поверхностного

сопротивления тонкой пленки. Для построения зависимости планируется нанести на 10 подложек тонкие пленки оксида индия-олова (ITO) разной толщины от 4 до 100 нм. Материал ITO выбран для калибровки по причине того, что в его составе есть кислород, а значит он не будет окисляться на атмосфере при повторных измерениях. Далее планируется измерить поверхностное сопротивление тонких пленок ITO, а разработанным прибором – значение напряжения при токе в диапазоне до 150 мА; проанализировать полученные данные и построить график зависимости напряжения от поверхностного сопротивления. Для увеличения точности измерений прибором следует изучить влияние силы нажатия зондами на величину напряжения.

Заключение

Разработан и смонтирован прибор для измерения удельного ПС четырехзондовым методом. Блок питания подает на прибор 12 В; значение тока, проходящего через зонды – до 150 мА; расстояние между зондами 1,27 мм. Составлен план проведения калибровки прибора, который основан на измерении напряжения пленки ITO с известным удельным ПС, для построения графика зависимости напряжения от удельного ПС для пленок разной толщины.

В дальнейшем планируется провести калибровку прибора и исследовать удельное ПС тонких пленок различных материалов, толщин, структур.

Список литературы

1. Сидорова С. В. Расчет технологических режимов и выбор параметров формирования островковых тонких пленок в вакууме. Автореф. дисс. канд. техн. наук. Москва, 2016. 19 с.
2. Антипов А.В., Селезнёв В.А., Вахтомин Ю.Б., Морозов П.В., Малеванная Е.И., Васильев Д.Д., Моисеев К.М., Смирнов К.В. Исследование WSi и NbN сверхпроводниковых однофотонных детекторов в ближнем инфракрасном диапазоне // Материалы XXVI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов . М. : НОВЕЛЛА., 2019.
3. Воробьёв Ю.В. Методы исследования полупроводников: учеб. пособие/ Ю.В. Воробьёв, В.Н. Добровольский, В.И.Стриха.- К.:Выща шк. Головное изд-во, 1988. - 232 с.
4. Four-Point Probe System [Электронный ресурс]: system Ossila enabling materials science / Ossila company, Sheffield, UK, 2009. – Режим доступа: https://www.ossila.com/products/four-point-probe-system?utm_expid=94451039-11.tPRwj0vKRMCDloyXvlTdYw.0&variant=31916570945.
5. Установка для измерения электросопротивления четырехзондовым методом ВИК-УЭС [Электронный ресурс]: спутник микротехнологий, Москва. – Режим доступа: https://sputnik-micro.ru/oborudovanie/izmerenie-udelnogo-soprotivleniya/ustanovka-dlya-izmereniya-chetyrekhzondovym-metodom-vik-uehs/.

СПЕКТРАЛЬНАЯ И ЭНЕРГЕТИЧЕСКАЯ КАЛИБРОВКА ПОРТАТИВНОГО СПЕКТРОМЕТРА

А. Г. Козлова, В. С. Горяинов, А. А. Бузников

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» имени В. И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Для проведения спектральных съемок природных объектов в полевых условиях был создан модернизированный вариант портативного спектрометра РСС, в котором управление получением, обработкой и сохранением спектральных данных осуществляет Arduino-совместимая микроконтроллерная плата. В докладе приведены результаты двух лабораторных экспериментов, относящихся к калибровочным измерениям. Для уточнения спектрального разрешения и рабочего диапазона прибора была выполнена калибровка с использованием спектра излучения ртутной лампы. Кроме того, проведено сравнение энергетических характеристик (среднего пропускания и его неоднородности) трех калибровочных экранов, выполненных различными способами.

Портативный спектрометр, калибровка спектрометров, спектр излучения ртути, калибровочный экран

Ручной спутниковый спектрометр РСС был одним из первых спектральных приборов, применявшихся для дистанционного зондирования Земли из космоса [1]. Помимо размещения на космических кораблях «Союз» и орбитальных станциях «Салют» и «Мир», различные модификации спектрометра РСС использовались также в наземном и авиационном экологическом мониторинге водоемов [2] и снежного покрова [3]. Последовательные усовершенствования прибора были связаны с применением фотодиодных линеек в качестве фотоприемника (вместо регистрации спектров на черно-белую фотопленку) и внедрением микропроцессорных систем управления [4,5].

С учетом широких возможностей современной микроконтроллерной техники один из экземпляров спектрометра РСС–2 был модернизирован авторами доклада путем разработки управляющей схемы на основе Arduino-совместимой платы с AVR-микроконтроллером ATmega2560 [6]. Спектральные данные вместе с информацией о времени, месте и режиме измерений сохраняются в текстовом формате на SD-карте. Питается прибор от перезаряжаемой батареи с напряжением 9 вольт.

Модернизированный спектрометр использует исходную оптическую схему спектрометра РСС с минимальными изменениями. Лентопротяжный механизм, привод затвора и другие системы, не используемые при электронной регистрации спектров, исключены из конструкции. На рис. 1 показана итоговая оптико-механическая схема спектрометра.

Величина входного потока излучения, собранного объективом *1*, ограничивается револьверной диафрагмой *3*, вращающейся вместе с осью датчика *4*, которую поддерживает упор *2*. Светоделительный куб *5*, подвижная собирающая линза *6* и зеркало *7* составляют систему видоискателя. При регистрации спектра объекта излучение проходит щель *8* и раскладывается в спектр дифракционной решеткой *13*, дважды проходя при этом через коллимационную линзу *12* (автоколлимационная схема). Наклонное зеркало *11* направляет излучение на линейку фотодиодов *10*.

В лабораторных условиях были выполнены два вида измерений, объединяемых понятием калибровки спектрометра. Прежде всего для уточнения спектрального разрешения и рабочего диапазона прибора была проведена спектральная калибровка,

связывающая каждый из 64 каналов фотоприемной электронной схемы с определенным диапазоном длин волн.

Для спектральной калибровки использовалось излучение ртутной разрядной лампы ДРШ. На рис. 2 приведен пример спектрального распределения яркости в спектре излучения ртути $L\lambda$ и темновых шумов, зарегистрированных при закрытом объективе, Ld. Произвольные единицы по вертикальной оси соответствуют разрешению АЦП микроконтроллерной платы – 10 бит.

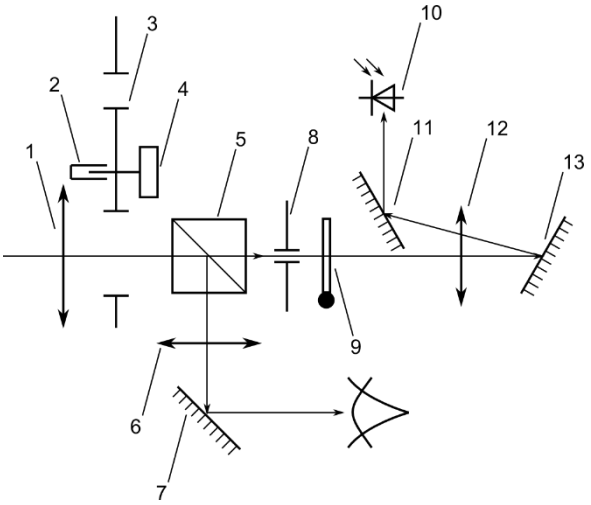


Рис. 1. Оптико-механическая схема модернизированного спектрометра РСС

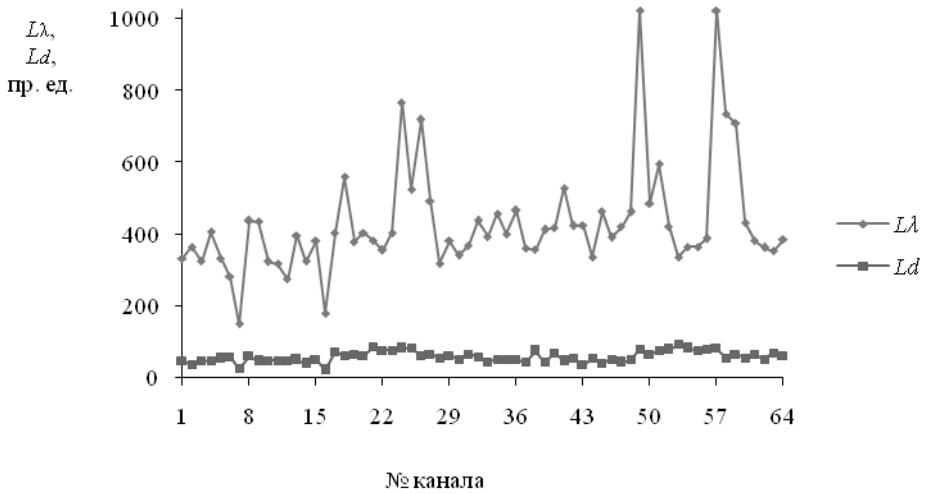


Рис. 2.Спектр излучения ртути и распределение темновых шумов

При помощи спектральных фильтров было установлено, что длины волн 365, 405 и 435 нм приходятся на 3, 8 и 12 канал соответственно, а линия 546 нм – на канал 26. С учетом этого, рабочий спектральный диапазон прибора составляет от 350 до 850 нм, а разрешение – не хуже 8 нм.

При дистанционном зондировании интерес представляет не само распределение спектральных яркостей объекта $L\lambda$, а распределение коэффициентов отражения или коэффициентов спектральной яркости $R = (L\lambda - Ld) / (Ls - Ld)$, где Ls – спектральное распределение яркостей источника излучения, освещающего объект съемки. С учетом этого перед съемкой объекта спектрометр РСС наводится на источник излучения

(например, на Солнце), и регистрируется спектр калибровочного экрана. Экран (*9* на рис. 1) жестко закреплен на своей оси и вращается рукояткой снаружи корпуса. При переходе от калибровки к спектральной съемке объекта экран выводится из оптического тракта прибора.

Так как некоторые объекты съемки (например, поверхность снега) могут обладать высоким спектральным альбедо, то и материал калибровочного экрана должен минимально ослаблять поток излучения, приходящий от источника, и только выравнивать его пространственное распределение, не искажая спектрального состава. В ходе энергетической калибровки спектрометра было проведено сравнение спектров трех калибровочных экранов, выполненных различными способами, со спектром источника, зарегистрированным напрямую, в отсутствие экрана. В качестве источника излучения использовалась галогенная лампа накаливания мощностью 1 кВт. В соответствии с динамическим диапазоном фотоприемника входной поток регулировался диафрагмой.

Первый экран представлял собой целлулоидную пленку, механически обработанную с одной стороны до непрозрачности; второй экран – стекло толщиной 1 мм, на которое с одной стороны нанесены лазером повторяющиеся насечки; третий экран – стекло толщиной 2 мм с двусторонним молочным покрытием. Среднее значение коэффициента пропускания, рассчитанного аналогично коэффициенту отражения *R*, составило 0,218; 0,404 и 0,133 для каждого из экранов соответственно. Дисперсия значений коэффициентов, отражающая неоднородность передачи спектральной яркости источника, равна 0,016; 0,018 и 0,02. Таким образом, наименее прозрачный из трех материал экрана точнее всего передает спектральное распределение яркости источника. Для двух других экранов неоднородность коэффициента пропускания оказалась слабо зависящей от его среднего значения.

В дальнейшем спектрометр будет применяться для полевых съемок растительности и водоемов.

Список литературы

1. Кондратьев, К.Я. Космическая спектрофотометрия природной среды с пилотируемых космических кораблей и орбитальных станций: опыт и перспективы / К. Я. Кондратьев, А. А. Бузников – М.: ВИНИТИ, 1981. – 42 с.
2. Тимофеев, А. А. Связь оптических характеристик с экологическим состоянием природных вод / А. А. Тимофеев, А. А. Бузников, А. В. Андреева, А. В. Буданов, А. Л. Есипов, В. В. Панфилов // Современные проблемы дистанционного зондирования Земли из космоса. – 2006. – Т. 3. – № 2. – С. 155–160.
3. Buznikov, A. A. Use of remote and ground methods to assess the impacts of smelter emissions in the Kola peninsula / A. A. Buznikov, I. I. Payanskaya-Gvozdeva, T. K. Jurkovskaya, E. N. Andreeva // The Science of the Total Environment. – 1995. – V. 160–161. – P. 285–293.
4. Бузников, А. А. Полевой фотоэлектрический спектрометр / А. А. Бузников, В. И. Леус, Н. Б. Леус // Известия ГЭТУ. – 1995. – Вып. 481. – С. 3–7.
5. Бузников, А. А. Особенности спектральной аппаратуры для проведения полевых исследований растительности / А. А. Бузников, А. В. Андреева, А. В. Буданов // Естественные и технические науки. – 2009. – Т. 40. – № 2. – С. 298–301.
6. Горяинов, В. С. Модернизация портативного спектрометра РСС / В. С. Горяинов, А. А. Бузников, Е. В. Костиков // Известия СПбГЭТУ «ЛЭТИ». – 2020. – №2. – С. 5–16.

РАЗРАБОТКА И ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЯЧЕЙКИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПО МЕТОДУ МЕТАЛЛОДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО РЕЗОНАТОРА

П. С. Лемешко, М. Г. Иваница

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Измерительная ячейка, описанная в настоящей статье, была разработана и изготовлена для реализации метода металлодиэлектрического резонатора в соответствии с ГОСТ Р. 8.623-2015. Рассмотренный метод используется для измерения диэлектрических параметров образцов цилиндрической формы в частотном диапазоне 1–20 ГГц. Приведены основные теоретические сведения о методе измерений. Установлены требования к образцам и факторы, влияющие на величину погрешности измерений при использовании ячейки данной конструкции.

Ключевые слова: диэлектрическая проницаемость, тангенс угла диэлектрических потерь, металлодиэлектрический резонатор, измерительная ячейка, цилиндрический образец, метод измерений на сверхвысоких частотах.

Контроль параметров материалов, получаемых на производстве или в лаборатории, является определяющим фактором для их дальнейшего практического применения. Измерения диэлектрических параметров (диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь) могут быть реализованы с использованием различных методов. Метод измерений выбирается в зависимости от размера, формы и типа исследуемого образца материала, а также требований, выдвигаемых к частотному диапазону исследований. Метод металлодиэлектрического резонатора относится к области измерений в диапазоне сверхвысоких частот (СВЧ). С целью реализации данного метода измерений была разработана и изготовлена измерительная ячейка, сформулированы требования к измеряемым с помощью нее образцам, а также определены возможные факторы, влияющие на значение погрешности измерений.

Метод металлодиэлектрического резонатора позволяет проводить исследования диэлектрических параметров цилиндрических образцов материалов с относительной диэлектрической проницаемостью ε от 2 до 500 и тангенсом угла диэлектрических потерь tgδ от 10^{-5} до $5\oplus10^{-3}$ [1]. Под металлодиэлектрическим резонатором подразумевается измеряемый образец, установленный между двумя металлическими отражателями. Этот метод относится к резонансным методам, в которых принцип измерений основан на изменении резонансной частоты резонатора при введении в резонансную область измеряемого образца.

На погрешность результатов измерений влияют остаточные микрозазоры между торцевыми поверхностями образца и металлическими отражателями. Наличие микрозазоров обусловлено шероховатостью поверхностей и неидеальной плоскостностью образца. Резонансные типы колебаний и соответствующие им частоты характеризуются тремя индексами: *m*, *l* и *n*. Индекс *m* показывает количество длин волн, укладывающихся по азимутальной координате; *l* отражает число вариаций поля по радиальной координате, *n* –по оси образца. Симметричные H_{0mp}-колебания наибольшим образом подходят для проведения измерений, т.к. обеспечивают минимизацию погрешности, вносимой микрозазорами [2].

Конструкция изготовленной измерительной ячейки представляет собой два диска, изготовленных из фольгированного стеклотекстолита, закрепленные на деревянных основаниях диаметром 280 мм. Толщина слоя меди на поверхности отражателей

составляет 18 мкм. Диаметр медных отражателей, сформированных в центре диска, d = 220 мм. На нижний отражатель нанесена линейная шкала для обеспечения точного соосного расположения образца в пространстве резонатора. Использование фольгированного стеклотекстолита объясняется высоким качеством металлического покрытия, удовлетворяющего требованиям к шероховатости и плоскостности. Регулирование высоты зеркал и их плоскопараллельности осуществляется с помощью пластиковых резьбовых шпилек, поддерживающих верхнюю часть конструкции.

Для ввода и вывода СВЧ-излучения в качестве элемента возбуждения используются петли, так как предполагается, что измерения будут проводить на H_{0mp}-колебаниях. Подвод энергии осуществляется через коаксиальные кабели, протянутые через титановые трубки, которые закреплены на зажимах для их устойчивости и сохранения параллельности. Зажимы, выполненные из легкого алюминиевого сплава, позволяют регулировать высоту петель ввода и вывода и их удаленность от центра конструкции. Дополнительно на них были нанесены линейные шкалы для возможности точного позиционирования.

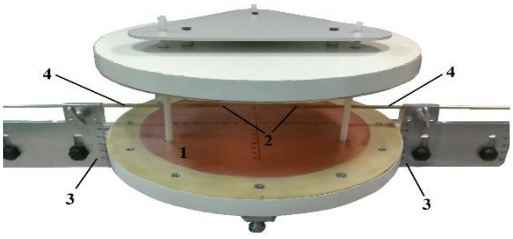


Рис. 1. Изготовленная измерительная ячейка:
1 – нижний отражатель, 2 – петли, возбуждающие СВЧ-колебания,
3 – линейные шкалы для позиционирования кабелей, 4 – титановые трубки

Размеры образцов исследуемых в разработанной ячейке материалов должны удовлетворять некоторым условиям. Диаметр образца D не должен превышать трети диаметра отражателя d, то есть $D \leq 73{,}3$ мм. Высота образца L должна удовлетворять условию: L = (0,4–0,5) D. Минимальные размеры образца конструктивно ограничены диаметром титановых трубок. В данном случае ограничение составляет $L \geq 4$ мм.

Заметим, что размеры образца влияют на частоты, на которых можно проводить измерения: чем меньше образец, тем выше нижняя граница частотного диапазона. Диаметр образца, низшая частота диапазона измерения f и допустимые значения ε связаны соотношением [1]:

$$\frac{250}{f\sqrt{\varepsilon_{min}}} \leq D \leq \frac{530}{f\sqrt{\varepsilon_{max}}},$$

где ε_{max} и ε_{min} – верхняя и нижняя границы приближенно известного значения ε соответственно.

При проведении измерений ячейка подключается к векторному анализатору цепей (ВАЦ). В центр нижнего отражателя устанавливается образец, затем регулируется высота верхнего отражателя. Важно точно выставить ее на уровень высоты образца, чтобы не допустить образования воздушного зазора между отражателем и торцом образца или возникновения механических напряжений в образце, так как это повлияет на результаты измерений, и, как следствие, на точность расчетов.

Резонатор возбуждается ВАЦ в режиме источника сигнала. Измеряемый параметр – коэффициент передачи S_{21}. Максимальные значения S_{21} указывают частоты, на которых возникает резонанс. Первый возникающий резонансный пик, как правило, связан с гибридной электромагнитной волной типа HEM_{111}, а второй – с H_{011}. Таким образом, начиная со второго резонансного пика, можно проводить расчет диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь [2, 3]. Пример результата измерения, полученного авторами в [3], представлен на рисунке 2.

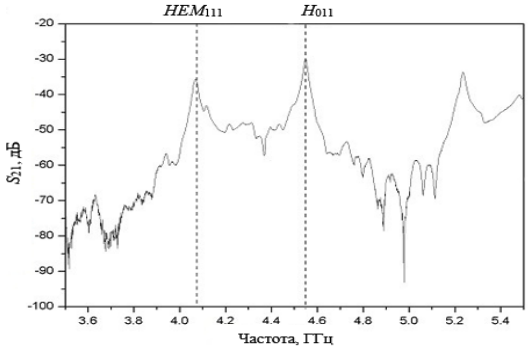


Рис. 2. Результат, полученный при измерении зависимости коэффициента передачи от частоты [3]

Расчет диэлектрических параметров происходит на основании полученных данных об измеренной резонансной частоте и ширине резонансного пика. Для расчетов необходимо воспользоваться формулами, содержащимися в [1] или [4].

Заключение

В результате проведения работы была разработана и сконструирована измерительная ячейка для проведения измерений диэлектрических параметров цилиндрических образцов материалов методом металлодиэлектрического резонатора. Конструкция измерительной ячейки предъявляет следующие требования к размерам образца: $D \leq 73{,}3$ мм, $L \geq 4$ мм, $L = (0{,}4–0{,}5)\,D$, где D – диаметр образца, L – его высота. Дальнейшая работа над данной темой предполагает практическую отработку рассмотренного метода измерений. В настоящий момент запланированы испытания измерительной ячейки с целью проверки ее работоспособности.

Список литературы

1. ГОСТ Р 8.623-2015. Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Относительная диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь твердых диэлектриков. Методики измерений в диапазоне сверхвысоких частот. М.: «Стандартинформ». – 2016.

2. Егоров В.Н. Резонансные методы исследования диэлектриков на СВЧ (обзор) // Приборы и техника эксперимента. – 2007. – №2. – с. 5-38.

3. Junqueira C. et. al. Electromagnetic Tools for Precise Ceramic Radome and Antenna Characterization // Journées scientifiques. 2015. 24/25 mars. – p. 117-131.

4. Kobayashi Y., Katoh M. Microwave Measurement of Dielectric Properties of Low-Loss Materials by the Dielectric Rod Resonator Method. // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 1985. – Vol. MTT-33 (7). – p. 586-592

A REVIEW OF PEROVSKITE SOLAR CELLS: EFFICIENCY AND STABILITY IMPROVEMENT METHODS

I.MARGARYAN

Saint Petersburg Electrotechnical University "LETI"

Abstract: With the rapid development of photovoltaic technologies variety of novel materials are emerging. Perovskites are one of the most promising ones which are going to be utilized for the fourth generation solar cells. Perovskites possess excellent optoelectronic properties such as high absorption coefficient, small exciton binding energy and high mobility. However, a number of issues relating to degradation and stability must be solved. In this report, latest advances in perovskite solar cells (PSC) and the PSCs properties development methods such as perovskite/silicon tandem and introduction of quantum dots (QDs) will be discussed.

Keywords: Perovskite; quantum dots; solar cells; perovskite/silicon tandem

Introduction

Perovskite solar cells draw much attention due to the rapid increasing of power conversion efficiency (PCE). [1] The record efficiency was set by hybrid organic-inorganic lead halide PSCs (HPSCs) with efficiency 25.2%, which is comparable with commercial solar cells. [1] This type of PSCs possesses the benefits of both organic and inorganic semiconductors. [2] However, the above-mentioned value concerns the PSCs with area smaller than 1 cm^2. The PCE of HPSCs is heavily dependent on the sizes of active area. [2] The larger active area, the lower efficiency is revealed. The relation between active area and PCE is presented in Figure 1. [2] Besides, high PCE may be achieved by improvement of the morphology and the crystalline quality in order to prepare high-quality perovskite films.

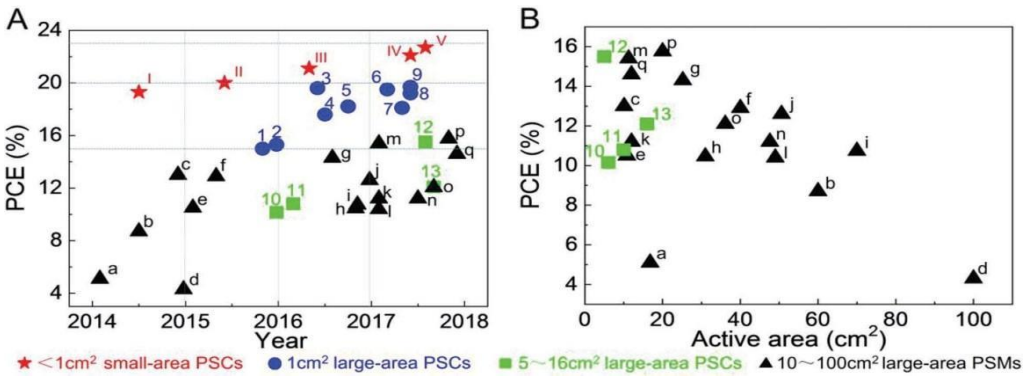


Figure 1. A) PCE over the years. B) PCE related to active area

[2] Also, enormous research is undertaken on preparation of large-area perovskite solar modules (PSMs) which are going to be commercially acceptable in future. [2] Another issue is efficiency stability since even high efficiency low-scale HPSCs reveal wide PCE distribution.

Inorganic perovskite solar cells (IPSCs) are equally worthy candidates for the fourth generation solar cells. However, IPSCs possess both advantages and drawbacks in term of stability and efficiency. Over the past view years IPSCs a number of production technologies have been developed for both HPSCs and IPSCs (solution methods, vapor deposition methods, co-evaporation deposition). $CsPbBr_3$ is the most appropriate material because of its excellent stability against thermal and humidity environmental conditions. The PCE of IPSCs is 10.91%. The storage stability under moisture (80% relative humidity) and heat 80°C is more than 2000 h. Inherently instability of organic materials under moisture, heat and oxygen is a challenging issue for commercial applications of organic PSCs. The instability is caused by volatility of the organic compo-

nents such as MA^+, FA^+ and by the weak chemical bonding energies between metal cations (Pb^{2+}) and halide anions (I^-, Br^-, Cl^-). The benefits of IPSCs are obtained by substituting the organic cation (MA^+/FA^+) with inorganic ones (Cs^+). There are three basic types based on different halides, i.e. $CsPbI_3$, $CsPbBr_3$, $CsPbCl_3$. [3] $CsPbI_3$, despite the suitable bandgap, is unacceptable for the solar cells because of phase transition from the black cubic phase to the yellow non-perovskite phase at room temperature. [4]

Optical bandgap for $CsPbCl_3$ (3 eV) is unsuitable for application in solar cells, whereas $CsPbBr_3$ with bandgap 2.3 eV, better stability, excellent light absorbing properties leads to the remarkable improvement of the solar cells characteristics being incorporated into them.

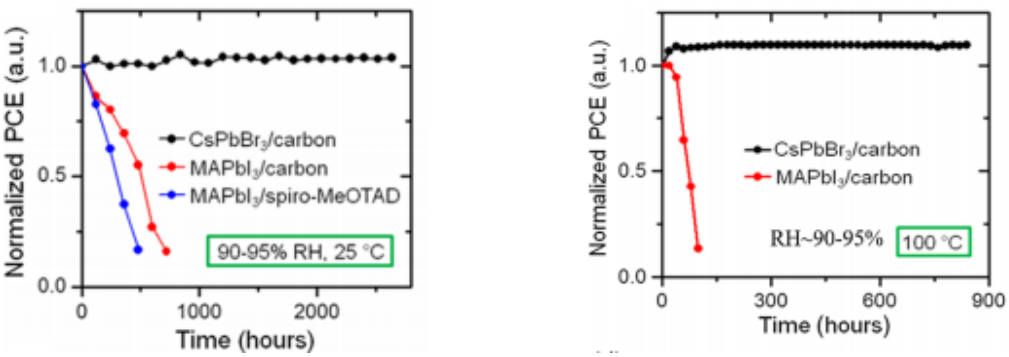


Figure 2. Normalized PCE of HPSCs and IPSCs in different conditions related to time

Stability of HPSCs heavily depends on temperature and humidity, whereas inorganic PSCs reveal much better stability in high humid air (90-95% RH) for more than 2500 h. Carbon-electrode-based $CsPbBr_3$ retain 87% of initial stability in moisture conditions. Use of spiro-OMeTAD or other organic films as a HTL impair stability of PSCs due to the sensitivity to water. However, substituting of organic HTLs with inorganic ones as NiO_x followed by better moisture stability. Besides, IPSCs possess better stability at high temperatures (350°C) and decompose at higher than 350 °C temperatures. In contrast, HPSCs decompose at 85°C. For carbon-electrode-based $CsPbBr_3$ stability is obtained due to the absence of organic HTL and lack of inward diffusion of metal atoms into perovskite. $CsPbBr_3$/carbon – based PSCs reveal no degradation at 100°C high humidity environment without encapsulation (90-95% RH, 25 °C) for 840 h. Equally suitable performances for carbon-electrode-based $CsPbBr_3$ are achieved in a heated environment at a constant temperature 100°C. 85% of initial PCE of $CsPbBr_3$/carbon – based PSCs was maintained for more than 800 h. [3]

Introduction of quantum dots (QDs)

Despite the fact that enormous efforts have been dedicated towards improving the stability and efficiency of PSCs, their performance has been far lower than expected. One way to further enhancement of stability and efficiency is introduction of QDs as an interface layer between perovskite film and the hole transport material (HTM). Figure 4 illustrated the improvement of PSCs properties by introducing stable $CsPbI_3$ QDs between the $FAMAPbI_3$ perovskite film and HTM layer forming $FAMAPbI_3$/ $CsPbI_3$ QDs/ HTM device structure. Research indicate that this is a new strategy to achieve both high efficiency and stability in ambient air.

Figure 3 shows significant enhancement of the PCE of PSCs W/ QDs after storage in ambient air, whereas PSCs W/O QDs almost entirely lost their initial PCE getting yellow which indicates the loss of cubic structure. Furthermore, PSCs with QDs showed enhanced stability under

continuous light radiation declining to 81% of initial performance after 100 h. In contrast, PSCs W/O QDs show much more considerable fall reaching 50%. [3]

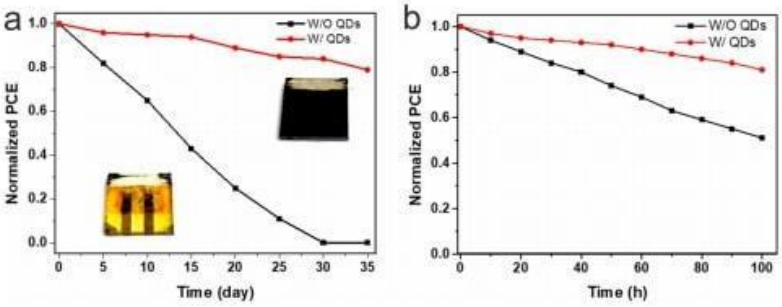


Figure 3. a) Dark storage stability of PSCs W/ and W/O $CsPbI_3$ QD interface layer. b) Normalized performance evolution under continuous light irradiation

In order to achieve a stable cubic phase of $CsPbI_3$ at room temperature Cs_2Ac and PbI_2 as the precursor and methyl acetate as the shape regulator are utilized. $CsPbI_3$ QDs reveal excellent absorption in the visible light region, extending up to 700 nm. [5] Moreover, inserting of $CsPbI_3$ with valence band (VB) located between VB of the $FAMAPBI_3$ and the HUMO of the HTM facilitate hole transfer, reducing recombination during the transport process. Consequently, remarkable rise of PCE occurs from 15.17% to 18.56% caused by significant increases of V_{OC} and J_{SC} from 1.049 V and 20.94 mA/cm^2 to 1.092 V and 24.42 mA/cm^2, respectively. [3]

$CuInS_2$ quantum dot – modified TiO_2 nanoarrays (TiO_2 – $CuInS_2$ QD – NAs) considerably improve stability and efficiency of $CH_3NH_3PbI_3$ PSCs increasing initial PCE of 8.2% by 38.3% achieving PCE of 13.3%. This growth is due to excellent light absorption and suitable bandgap (1.6 eV) of $CuInS_2$ QDs. For the TiO_2 – NA – based device the performance with an V_{OC} of 0.93V and J_{SC} of 13.4 mA/cm^{-2} was obtained while V_{OC} and J_{SC} of TiO_2 – $CuInS_2$ QD – NAs were as high as 0.98V and 19.2 mA/cm^{-2}, respectively. The TiO_2 – NA – based PSCs reach the EQE of 62% whereas TiO_2 – $CuInS_2$ QD – NAs devices achieve almost 95%. [4]

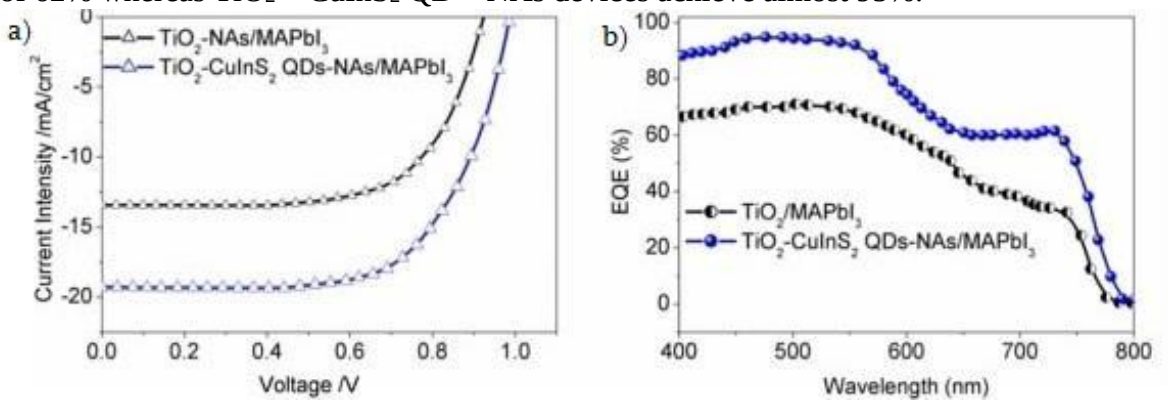


Figure 4. a) J – V characteristics of TiO_2 – NA – based and TiO_2 – $CuInS_2$ QD – NAs; b) EQE spectra

Perovskite/silicon tandem solar cells

Tandem solar cells can reach energy conversion efficiency exceeding 40% if an ideal combination is selected for the top and bottom solar cell. In recent years, the perovskite material system has been investigated as potential material for perovskite/silicon tandem solar cells. The realization of perovskite/silicon tandem solar cells with record efficiency is only possible if the perovskite top solar cell and silicon bottom solar cell operate very close to the theoretical limit.

Nevertheless, perovskite/silicon tandem solar cells with 27% energy conversation efficiency have been demonstrated.

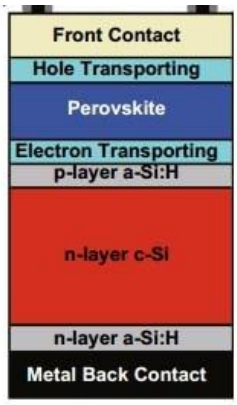


Figure 5. Perovskite/silicon tandem solar cell

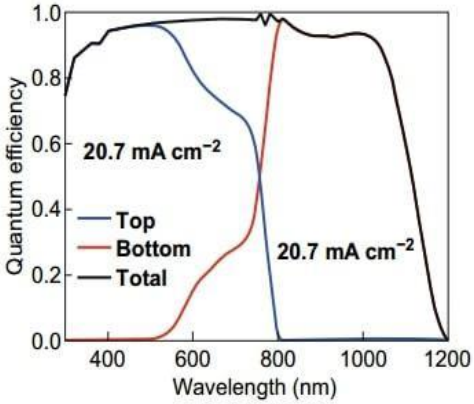


Figure 6. Quantum efficiency of top (perovskite), bottom (Si) and total perovskite/Si solar cell.

Based on the best experimentally realized crystalline silicon solar cells it can be expected that the short – circuit current of the best perovskite/silicon tandem solar cells is in the range from 20 to 21 mA/cm^2. [5]

Conclusion

Technology of perovskite solar cells is rapid evolving branch of photovoltaics. It stands a good chance to become PV technology of the fourth generation substituting widely used silicon solar cells. Through the development of the quality of the films and fabrication methods continuous improvement of stability and efficiency occurs. Nowadays, PSCs are in the process of commercialization.

References

1. Xianfeng Dai, Ke Xu & Fanan Wei (2020). Recent progress in perovskite solar cells: the perovskite layer
2. Fangfang Wang (2018). Materials toward the upscaling of perovskite Solar cells: progress, challenges and strategies
3. Guiqing Tong (2019). Recent progress of all-Bromide inorganic perovskite solar cells
4. Chang Liu (2018). Efficiency and stability enhancement of perovskite solar cells by introducing $CsPbI_3$ QDs
5. Mohammad I. Hassain (2019). Perovskite/Silicon Tandem solar cells: from detailed balance limit to photon management

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ КОНСТРУКТИВНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ДИОДНЫХ ЛАВИННЫХ ОБОСТРИТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И КАРБИДА КРЕМНИЯ

Б. В. Иванов, В.В.Миловский, А. А. Смирнов, С. А.Шевченко

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Объектом исследования является полупроводниковый диодный лавинный обостритель (ДЛО) высоковольтных импульсов с субнаносекундным быстродействием, в основе работы которого лежит принцип образования волны задержанной ударной ионизации. Методом математического моделирования в пакете Synopsys TCAD в работе изучается влияние на процессы переключения ДЛО на основе кремния и карбида кремния таких параметров как концентрации легирующей примеси в базе и площади p-n перехода. Показана принципиальная возможность коммутации напряжения более 3 кВ за времена 60 и 120 пикосекунд на карбид-кремниевом и кремниевом приборах соответственно.

Ключевые слова: диодный лавинный обостритель импульсов, кремний, карбид кремния, субнаносекундная коммутация больших мощностей.

Введение

Одним из наиболее актуальных вопросов современной сверхширокополосной электроники является вопрос генерации сверхкоротких импульсов напряжения нано- и субнаносекундной длительности, что обусловлено необходимостью проведения процедуры корреляции на стороне получателя, однако основным фактором, ограничивающим полосу рабочих частот генератора является субнаносекундный ключ, формирующий сам импульс [1].

Открытие в 1979 году новых принципов коммутации сигналов [2] позволило увеличить переключаемые мощности полупроводниковых приборов. Так, диодный лавинный обостритель импульсов (ДЛО) является прибором, принцип действия которого основан на коммутации с помощью волны задержанной ударной ионизации, и способен коммутировать большие мощности (от мега– до тераватт) за нано– и пикосекундные времена.

Так как кремниевые приборы приближаются к своему практическому пределу, налагаемому свойствами материала, при проектировании приборов необходимо переходить к новым широкозонным материалам, в частности, к карбиду кремния, отличающегося от кремния большей шириной зоны, напряженностью поля лавинного пробоя, скоростями насыщения носителей, а также лучшей термостабильностью в силу высокой теплопроводности [3].

Целью работы является сравнительный анализ влияния основных конструктивно-технологических параметров ДЛО на основе кремния и карбида кремния на их переходные процессы переключения. К таким параметрам, в частности, относятся концентрация легирующей примеси в базе, а также площадь *p-n* перехода.

Исследование проводилось посредством физико-топологического моделирования структур с использованием пакета Synopsys Sentaurus TCAD в одномерном приближении

при учете эффектов лавинной генерации носителей в сильных полях и, в случае с *4H-SiC*, неполной ионизации легирующих примесей.

Оценочные параметры моделируемых структур

За основу для кремниевого ДЛО были взяты значения, описанные в работе [4]. Модель представляет из себя высоковольтную кремниевую диодную n^+-N_0-p^+ – структуру, которая имеет напряжение статического пробоя в запорном направлении 2 кВ. Толщина базы составила 120 мкм, толщины p^+– и n^+–эмиттеров составили 55 мкм и 5 мкм соответственно.

Модель карбидокремниевой структуры была построена исходя из масштабируемости карбид-кремниевых структур относительно структур на кремнии при учете того факта, что критическая напряженность поля в *4H-SiC* десятикратно превышает тот же параметр в кремнии ($E_{br,\ 4H\text{-}SiC} = 2\cdot10^6$ В/см). Так, толщина базы в *4H-SiC* ДЛО составила 12 мкм, толщины p^+– и n^+–эмиттеров составили 5 мкм и 1 мкм соответственно.

Обе структуры были изучены в схеме, состоящей из последовательно соединенных источника напряжения, испытуемой структуры и нагрузки 50 Ом. К структурам прикладывался импульс напряжения со скоростью нарастания на переднем фронте 10^{12} В/с.

Площади поперечного сечения *S* и концентрации легирующей примеси в базе N_0 рассчитывались по оценочным формулам, в сущности аналогичным приведенным в [5].

Так, значения толщин базовых областей в структурах ДЛО на основе кремния и карбида кремния приведены в таблице 1, где *W* – толщины баз, N_{p+} и N_{n+} – концентрации легирующих примесей в p^+– и n^+– эмиттерах, *R* – сопротивление нагрузки, $(dU/dt)_u$ – скорость нарастания запускающего импульса.

Таблица 1

Параметры исследуемых структур

Материал	N_{n+}, см$^{-3}$	N_{p+}, см$^{-3}$	N_0, см$^{-3}$	E_{br}, В/см	*R*, Ом	*W*, мкм	$(dU/dt)_u$, В/с	*S*, мкм^2
Si	10^{20}	10^{21}	$6.5\cdot10^{13}$	$2\cdot10^5$	50	120	10^{12}	$0.38\cdot10^6$
4H–SiC			$5.4\cdot10^{15}$	$2.2\cdot10^6$		12		$0.46\cdot10^6$

Результаты физического моделирования структур ДЛО

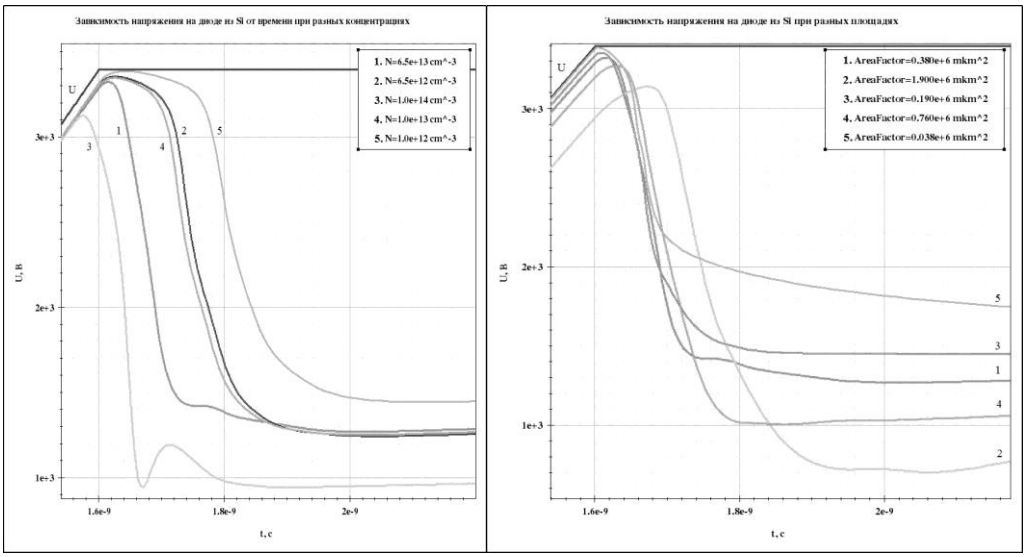
Переходные процессы переключения обеих структур были смоделированы при различных концентрациях легирующей примеси базы N_0 и площадях поперечного сечения *S*. По результатам расчетов для обеих структур были выявлены компромиссные комбинации параметров N_0 и *S*, при которых обеспечиваются максимальные значения размаха коммутируемого напряжения ΔU, напряжения переключения приборов $U_{пр}$ и скорости изменения напряжения в процессе коммутации $(dU/dt)_к$ при минимальном времени переключения Δt.

Таблица 2

Параметры наилучших сравнимых процессов переключения обострителей

Материал	*S*, мкм^2	N_0, см$^{-3}$	ΔU, *В*	$U_{пр}$, В	$(dU/dt)_к$, *В/нс*	Δt, *нс*
Si	$0.38\cdot10^6$	$6.5\cdot10^{13}$	1800	3325	15	120
4H–SiC	$0.23\cdot10^6$	$1\cdot10^{14}$	2800	3220	46	60

Параметры процессов переключения кремниевого и карбид-кремниевого обострителей при значениях площади и концентрации легирующей примеси в базе, обеспечивающих наилучшие сравнимые характеристики обострителей, сведены в таблицу 2. На рисунках 1–2 представлены переходные процессы переключения структур при различных концентрациях N_0 и площадях S.



(а) *(б)*

Рис. 1. Процесс переключения ДЛО на кремнии при изменении концентрации легирующей примеси базы (а) и площади поперечного сечения (б)

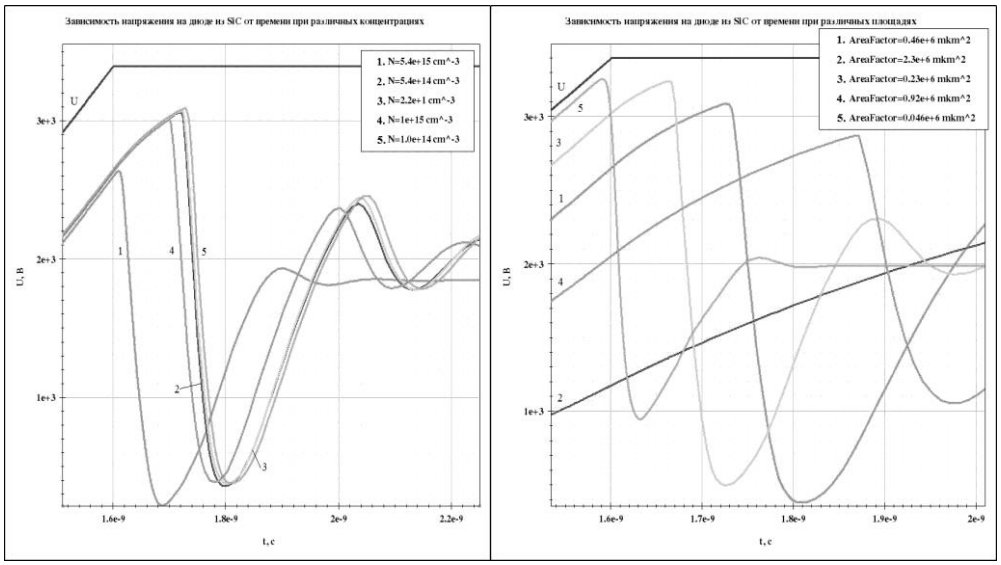


Рис. 2. Процесс переключения ДЛО на карбиде кремния при изменении концентрации легирующей примеси базы (а) и площади поперечного сечения (б)

Из приведенных рисунков видно, что карбид-кремниевый обостритель обеспечивает больший размах коммутируемого напряжения ΔU, что свидетельствует о лучшей модуляции его базы сгенерированными носителями заряда по сравнению с кремниевой структурой. Более того, обостритель на основе *4H-SiC* обеспечивает втрое большую скорость коммутации, чем кремниевый обостритель при меньшем времени коммутации.

Из приведенных зависимостей также видно, что увеличение концентрации легирующих примесей в обоих приборах приводит к снижению напряжения переключения $U_{пр}$, что вызвано нарушением токового условия формирования волны ударной ионизации [6]. Аналогичным образом проявляется влияние площади *p-n* перехода *S* на переходные процессы переключения приборов.

Так, времена переключения кремниевых структур лежат в диапазоне 120-240 пс при скоростях изменения напряжения 5-15 В/пс, тогда как в случае с карбидом кремния времена переключения варьируется в пределах от 60 до 120 пикосекунд при обеспечении более высокой (10-46 В/пс), чем в кремнии, скорости изменения напряжения на структуре.

Заключение

Сравнительный анализ процессов переключения диодных лавинных обострителей на основе кремния и карбида кремния выявил в целом сходный характер влияния площади *p-n* перехода *S* и концентрации легирующей примеси базы N_0 на переходные процессы их переключения.

Учитывая многочисленные преимущества *4H-SiC* перед кремнием, его свойства обуславливают потенциальную возможность повышения надежности силовых приборов, в частности их температурной стабильности и устойчивости к радиации, воздействие которой приводит к деградации электронных свойств кристалла.

Список литературы

1. Месяц Г. А. Введение в наносекундную импульсную энергетику и электронику / Г. А. Месяц, И. В. Пегель – М.: ФИАН, 2009. – 789 с.;
2. Тучкевич В. М. Новые принципы коммутации больших мощностей/ В. М. Тучкевич, И. В. Грехов – Л.: Наука, 1988. – 117 с;
3. Пасынков В. В., Сорокин В. С., Материалы электронной техники: Учеб. Для студ. Вузов по спец. Электронной техники. 3-е изд. /СПБ: Издательство «Лань», 2001. – 368 с;
4. Грехов И. В. Мощный полупроводниковый обостритель импульсов с субнаносекундным быстродействием / Грехов И. В., Любинский А. Г., Юсупова Ш. А., Письма в ЖТФ. 2017. Т. 87 – В. 5 – С. 793-796.
5. Грехов И. В., Кардо-Сысоев А. Ф. — ПЖТФ, 1979. — Т. 5 — В. 15 — С. 950–953.
6. Power Drift Step Recovery Diodes (DSRD) / I. V. Grekhov, V. M. Efanov, A. F. Kardo-Sysoev, et al. // Sol. St. El., 1985. — Vol. 28 — No. 6 — pp. 597–599.

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИКИ ИЗМЕНЕНИЯ ТОКА МАГНЕТРОНА ПРИ ИЗМЕНЕНИИ СОГЛАСОВАНИЯ С НАГРУЗКОЙ

К.В. Рогожин, В.А. Иванов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В статье представлено исследование закона изменения анодного тока магнетрона при изменении согласовании с нагрузкой. На временной зависимости тока магнетрона наблюдается как скачкообразное, так и плавное изменение, связанное с установлением равновесного температурного режима. Представлена аналитическая модель изменения тока в таких условиях. Проведено сравнение экспериментальных данных и разработанной модели.

Ключевые слова: магнетрон, анодный ток, моделирование, согласование, КСВ, промышленные микроволновые установки.

Магнетрон, электровакуумный прибор, генерирующий СВЧ излучение высокой мощности. Современной промышленностью выпускаются широкий спектр магнетронов, работающих на частоте до 10 ГГц и мощностью от сотен ватт до десятков киловатт. Магнетроны находят свое применение в устройствах связи, научных исследованиях, в бытовых микроволновых печах и установках нагрева материалов.

В промышленных микроволновых установках зачастую используются магнетроны средней мощности, и типовые блоки питания входящие в состав бытовых микроволновых печей. Такой подход к построению промышленных микроволновых установок позволяет снизить общую стоимость микроволновой энергии и создавать многогенераторные установки суммарной микроволновой мощностью свыше 30 кВт. В таких установках энергетическая доза, получаемая обрабатываемым продуктом, определяется в предположении идеального согласования магнетрона с нагрузкой. Однако при таком подходе не учитывается возможное изменение согласования, а следовательно и уровня мощности, передаваемой в нагрузку, в процессе обработки. Таким образом, контроль мощности, переданной в нагрузку и отслеживание изменения согласования при работе магнетронов, является важной задачей для создания современных промышленных установок.

Для исследования работы магнетрона при различном уровне согласования с нагрузкой, разработан стенд [1] который позволяет проводить измерения анодного тока магнетрона при широком изменении уровня согласования. Как было сказано [1] для определения отдаваемой магнетроном энергии следует оценивать форму анодного тока, которая зависит от уровня согласования [2].

Изменение тока магнетрона при различном согласовании во времени показано на рисунке 1.

Анализируя графики поведения тока при постоянном согласовании, видно, что ток меняется. Это свидетельствует о динамических процессах, протекающих при работе магнетрона, в частности, саморазогрев магнетрона.

Для учёта изменения тока магнетрона во времени, при постоянной нагрузке, определим аналитическую функцию изменения тока. Для этого, построим динамическую модель на основании экспериментальных исследований реакции объекта на ступенчатое входное воздействие. Экспериментальный метод определения динамических характеристик объекта заключается в снятии экспериментальной передаточной характеристики h(t) и аппрок-

симации ее решением линейного дифференциального уравнения с постоянными коэффициентами.

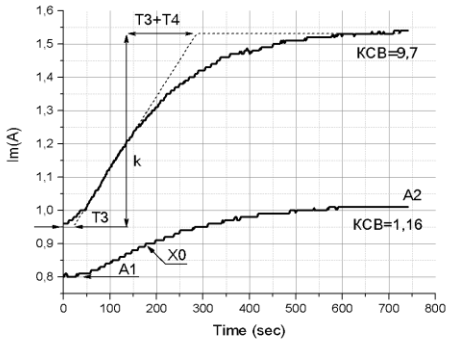


Рис. 1. Изменение анодного тока при разном уровне согласования с нагрузкой

Анализируя передаточную характеристику магнетрона при постоянном коэффициенте стоячей волны (КСВ) (рис. 1), изменение тока магнетрона можно описать инерциальным звеном второго порядка [3], для которого переходная характеристика имеет вид:

$$h(t) = k*[1 - e^{-t/T3}*T3/(T3-T4) + e^{-t/T4}*T4/(T3-T4)] \quad (1)$$

где, T3, T4 – параметры, полученные по экспериментальным данным (рис. 1).

Так же передаточную характеристику динамики изменения анодного тока магнетрона можно описать следующим уравнением:

$$h(t) = A2 + (A1 - A2)/(1 + (t/X0)^P) \quad (2)$$

где,

A1 – начальный ток;

A2 – конечный ток;

X0 – точка перегиба кривой;

P – коэффициент.

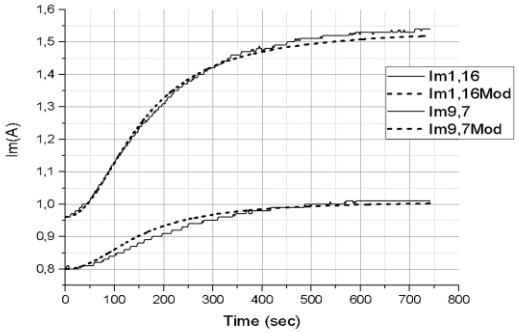


Рис. 2. Результаты сравнения эксперимента и модели

Естественно, аппроксимация тока магнетрона для каждого КСВ будет иметь разные коэффициенты. Для предварительного анализа положим, что коэффициенты будут одинаковыми и постоянными. Сравнение динамики изменения анодного тока (Im) при разном уровне КСВ (1,16 и 9,7) и результаты моделирования тока (Mod) по формуле 2 показаны на рисунке 2.

Как видно, что экспериментальные значения тока магнетрона и результаты моделирования имеют малое различие. Поэтому можно считать что представленные уравнения с высокой точностью описывают динамическое изменение анодного тока магнетрона.

При работе магнетрона уровень согласования может изменяться, при этом будет изменяться форма анодного тока. На рисунке 3 представлено сравнение динамики изменения формы анодного тока магнетрона при изменении согласования и результаты моделирования.

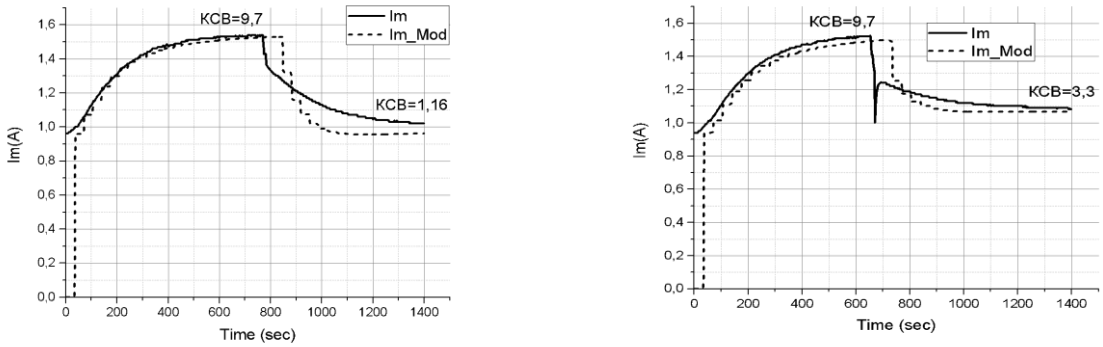


Рис. 3. Сравнение формы анодного тока магнетрона, полученной экспериментально, и по модели.

Ошибка в моделировании вызвана спецификой алгоритма моделирования, при котором расчётное значение тока осуществляется после накопления и усреднении значения рассчитываемых коэффициентов формулы 2. На рисунке 3 пауза на усреднение составила 28 секунд.

Проведенный анализ показывает, что на практике необходимо учитывать такие особенности работы магнетрона:

1. Изменение формы анодного тока связано с изменением уровня согласования;
2. Динамика изменение анодного тока при постоянном согласовании связана с процессами саморазогрева;
3. Учёт скачкообразного и плавного изменения формы тока позволяют определить актуальную мощность, идущую в нагрузку.

Список литературы

1. Иванов В. А., Рогожин К. В., Сидоренко Д. С. Исследование энергетической эффективности магнетронного генератора в устройствах микроволнового нагрева // Изв. вузов России. Радиоэлектроника. 2017. № 6. С. 5–11.

2. Rogozhin K. V., Ivanov V. A., Sidorenko D. S. Pulse Form of Magnetron Anode Current Based Determination of Microwave Power Transferred to Reactor. Journal of the Russian Universities. Radioelectronics. 2018, no. 4, pp. 24–31.doi: 10.32603/1993-8985-2018-21-4-24-31 (In Russian).

3. Вадутов О.С. Теория автоматического управления. Лабораторный практикум: учебное пособие / О.С. Вадутов, М.В. Тригуб; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2014. – 112 с.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ВОЛЬТ-ФАРАДНОЕ ПРОФИЛИРОВАНИЕ HJT И ПЗС СТРУКТУР НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ

С.М. Соболев[1,2], Г.Е. Яковлев[1], В.И. Зубков[1,2]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова(Ленина)*

[2]*АО "ЦНИИ "Электрон"*

Аннотация. В работе методом электрохимического вольт-фарадного профилирования исследованы образцы HJT-элементов и ионно-имплантированных ПЗС структур на основе кремния. Исследовано влияние слоя ITO на результирующее распределение концентрации ОНЗ в HJT структурах. На основе данных ECV измерений и численного моделирования оценена напряжённость электрического поля, необходимая для преодоления электронами «мёртвого слоя» в образцах ПЗС структур.

Ключевые слова: кремний, солнечные элементы, ПЗС, профиль концентрации, ионная имплантация

Несмотря на распространённые тенденции в дизайне и материалах современных фотопреобразователей УФ-чувствительного диапазона, солнечные элементы (СЭ) на основе кристаллического и аморфного кремния на сегодняшний день востребованы в качестве эффективных фотоэлектрических преобразователей. Среди них высоким КПД обладают СЭ на основе многослойных гетероструктур с комбинацией аморфных и микрокристаллических слоёв кремния (HJT-элементы). Эффективность фотоэлектрического преобразования таких гетероструктур зависит от ряда технологических факторов и по величине может составлять более 25 % [1, 2].

Другим примером использования кремния являются ионно-имплантированные структуры, предназначенные для работы в гибридных фотоэлектронных приборах в качестве электронно-чувствительных ПЗС матриц с обратной засветкой [3]. В данных приборах измерение распределения концентрации основных носителей заряда (ОНЗ) в ПЗС структуре позволяет оценить распределение напряжённости электрического поля, создаваемого имплантируемой примесью. Знание последнего определяет влияние так называемого «мёртвого слоя» на эффективность сбора носителей заряда в ПЗС матрицах, о чём подробно изложено в [4].

Высокая эффективность фотоэлектрического преобразования многослойных гетероструктурных СЭ, а также эффективность сбора сгенерированных носителей заряда в объёме ПЗС матриц во многом определяются качеством выращиваемых структур, а также минимальными потерями на объёмную и поверхностную рекомбинацию. В этой связи контроль распределения ОНЗ по глубине приобретает ключевую роль на этапе диагностики рабочих характеристик структур. Среди широко распространённых методов диагностики часто применяются емкостные методы исследования, в частности, в последнее время, электрохимические вольт-фарадные измерения (ECV). Последние отличаются использованием жидкого электролита в качестве контакта Шоттки, позволяющего проводить прецизионное травление (вплоть до 1 нм) совместно с измерением концентрации в широком диапазоне (10^{14} – 10^{22} см$^{-3}$), и тем самым снимают ряд ограничений классического C-V метода [5]. В работе исследовались тестовые образцы HJT структур, схематическое изображение которых приведено на *рис.1.* Образцы были выращены в ООО «НТЦ тонкоплёночных технологий в энергетике» при ФТИ им. А. И. Иоффе методом плазмохимиче-

ского осаждения путём реакции разложения тетрахлорсилана (SiH_4) в плазме высокочастотного разряда при температуре 200 ℃. В качестве легирующей примеси для *p*- и *n*-типа слоёв использовались атомы бора и фосфора. Образцы отличались наличием на поверхности просветляющего покрытия из оксида индия-олова (ITO) и фактически рассматриваются как единая рабочая структура в конфигурации так называемого фронтального эмиттера, облучаемого со стороны слоя *p*-типа [6].

n^+-μm-Si	10 нм
i-*a*-Si	7 нм
n-*Si* подложка	180 мкм
i-*a*-Si	7 нм
p^+-*a*-Si	15 нм

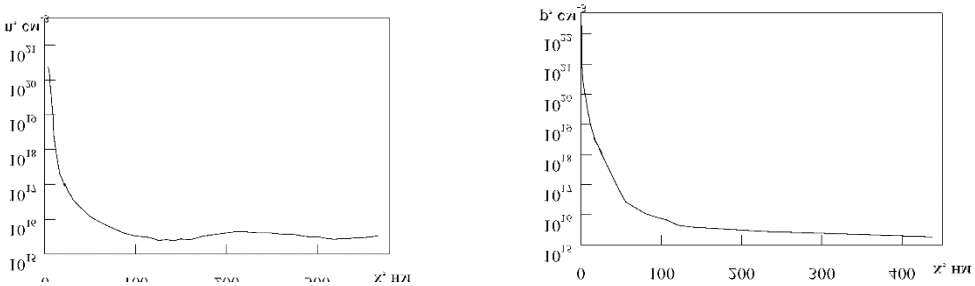
Образец № 1

ITO	60 нм
n^+-μm-Si	10 нм
i-*a*-Si	7 нм
n-*Si* подложка	180 мкм
i-*a*-Si	10 нм
p^+-*a*-Si	7 нм
ITO	100 нм

Образец № 2

Рис. 1. Исследуемые образцы HJT структур

В работе также исследовались образцы ионно-имплантированных структур, используемые в качестве ПЗС матриц в гибридных фотоэлектронных приборах. Ионная имплантация производилась в образцы эпитаксиальных структур (100) 20КДБ-12/525КДБ-0.015 с дозой вводимой примеси бора $8 \cdot 10^{14}$ см^2. Для исследования влияния распределения напряжённости поля, создаваемой примесью бора, на рабочие характеристики ПЗС структур примесь вводилась с энергией 13 и 25 кэВ (образцы № 3, 4). Измерение профилей распределения концентрации ОНЗ образцов производилось на установке электрохимического вольт-фарадного профилирования ECVPro (Nanometrics). В качестве травителя использовался водный 0.2М раствор бифторида аммония (NH_4HF_2) с добавлением раствора изопропилового спирта в размере 20% от объёма электролита. Подробное описание метода ECV измерений кремниевых структур с резко неоднородным профилем легирования представлено в [7].

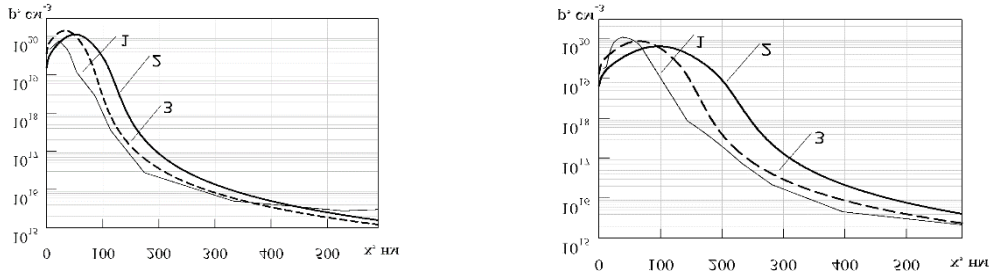


Образец № 1 *Образец № 2*

Рис. 2. Профили распределения концентрации ОНЗ образцов HJT структур

На *рис. 2* приведены профили распределения концентрации ОНЗ образцов HJT структур, полученные в результате ECV измерений. В пределах 300 нм отмечается монотонное снижение концентрации от $5 \cdot 10^{20}$ см$^{-3}$ до уровня концентрации примеси в подложке, составившей $5 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$ для образца № 1 и $2 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$ - для образца № 2. В виду наличия слоя ITO в образце № 2 концентрация на поверхности составляет порядка 10^{22} см$^{-3}$. На всей измеряемой глубине профилирования отмечается влияние дебаевского размытия, характерного для метода ECV измерений.

На *рис. 3* приведены результаты ECV измерений образцов ионно-имплантированных структур в сравнении с данными численного моделирования. Численный расчёт проводился в программном пакете TRIM на основе метода Монте-Карло. С целью получения более полной информации о распределении концентрации примеси в исследуемых структурах дополнительно произведён расчёт концентрационного профиля примеси с использованием функции Гаусса на основе на основе физической модели ионной имплантации. Полученные результаты с помощью уравнения Фредгольма первого рода пересчитаны в профили распределения концентрации ОНЗ [8].



Образец № 3 *Образец № 4*

Рис. 3. Концентрационные профили ОНЗ кремниевых ПЗС структур с ионной имплантацией: 1 – ECV измерения, 2 – численный расчёт методом Монте-Карло, 3 – расчёт по упрощённой модели с использованием функции Гаусса

Согласно полученным экспериментальным данным ECV измерений на расстояниях 20 нм и 50 нм от поверхности отмечаются максимумы концентрации ОНЗ с амплитудой $1 \cdot 10^{20}$ см$^{-3}$. Соответствующие этим данным амплитудное значение напряжённости электрического составляет 2.2 мВ/нм и для исследуемых образцов ПЗС структур по величине оказывается больше критического значения поля, необходимого для преодоления «мёртвого слоя». Ширина последнего при этом составляет 60 нм для образца № 3 и 100 нм – для образца № 4. Измеренная фоновая концентрация примеси с учётом дебаевского размытия на глубине 500 нм составила $2 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$.

Таким образом, в результате работы получены профили распределения концентрации ОНЗ образцов HJT-элементов и ионно-имплантированных структур на основе кремния. По результатам ECV измерений образцов HJT структур концентрация электронов в слое ITO составила порядка 10^{22} см$^{-3}$. На протяжении 300 нм отмечено влияние дебаевского размытия с оценкой концентрации примеси в подложке на уровне $5 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$ и $2 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$ для образцов № 1 и 2, соответственно. Профили распределения концентрации ОНЗ для ионно-имплантированных ПЗС структур находятся в согласии с данными численного расчёта, а измеренная фоновая концентрация примеси $2 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$ в эпитаксиальном подтверждается паспортными данными на структуры. Последнее свидетельствует о достоверности данных, полученных в результате ECV измерений.

Список литературы:

1. И. И. Марончук Энергетика. Изв. высш. учеб. заведений и энерг. объед. СНГ. 2019. Т. 62, № 2 С. 105–123.
2. Lucio Claudio Andreani Advances in Physics: X, 4:1,1548305, DOI: 10.1080/23746149.2018.1548305.
3. Айнбунд М. Р Успехи прикладной физики. 2018, Т.6, вып. № 5. С. 401-408.
4. Г.Е. Яковлев и др. ФТП. 2016, Т.50, вып. № 3, С. 324-330.
5. Зубков В.И., Кучерова О.В., Зубкова А.В. Методы диагностики структур наноэлектроники и фотоники: учеб пособие. – СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2015. – 67 с.
6. Г.Е. Яковлев Письма в ЖТФ. 2019, Т. 45, вып. № 17. С. 39 – 42.
7. Д.С. Фролов ФТП. 2019, Т.53, вып. № 2, С. 281-286.
8. Sobolev S. Journal of Physics: Conf. Series 1199 (2019) 012036, DOI:10.1088/1742-6596/1199/1/012036.

ИЗУЧЕНИЕ ЗАВИСИМОСТИ ЕМКОСТИ И КОНЦЕНТРАЦИИ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА ОТ ЧАСТОТЫ ДЛЯ ЛЕГИРОВАННОГО БОРОМ CVD АЛМАЗА

М.В. Тулинцев, А.В. Соломникова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова(Ленина)

Аннотация. В работе исследовался образец монокристаллического алмаза, легированного бором. Вольт-фарадные характеристики образца были получены при низкой ($250K$) и высокой ($445K$) температурах. В рассматриваемом образце при высокой температуре наклон ВФХ характеристик не зависит от частоты, рассчитанная наблюдаемая концентрация свободных носителей заряда $p \approx 3 \cdot 10^{18}$ $^{-3}$. При низкой температуре наблюдается существенное различие в емкостях, измеренных на разных частотах, рассчитанная *p* изменяется от $8 \cdot 10^{17} см^{-3}$ до $10^{15} см^{-3}$ в доступном диапазоне частот при $250K$. Обсуждаются причины возникновения частотной дисперсии вольт-фарадных характеристик.

Ключевые слова: широкозонные полупроводники, монокристаллический алмаз, частотная дисперсия вольт-фарадных характеристик, концентрация основных носителей заряда

В настоящее время широкозонные полупроводниковые материалы активно применяются в средствах связи, устройствах передачи информации, для приборов космической и специальной техники, работающих в агрессивных средах, при повышенных температурах и в области ионизирующего излучения [1-3]. Однако, несмотря на их потенциальные достоинства, до сих пор не решены все проблемы их выращивания и легирования примесями [4,5].

Самым перспективным из широкозонных полупроводников для приборных применений является монокристаллический алмаз (ширина запрещенной зоны $5.45 эВ$), ввиду его уникальных электрофизических характеристик. И хотя технология роста и легирования алмаза в настоящее время находится на очень высоком уровне и в России, и за рубежом, готовые приборы пока находятся только в стадии лабораторных разработок, т.к. еще не до конца изучены все физические процессы, протекающие в данном материале.

Алмаз, как и другие широкозонные полупроводники, отличается от «классических» полупроводников (Si, $GaAs$) большой глубиной залегания примеси и, соответственно, невысокой степенью ее ионизации в обычных условиях. Так, например, в $GaAs$ степень ионизации основной донорной примеси (Si) при комнатной температуре составляет около 65%. В нитриде галлия акцепторная примесь Mg ионизована примерно на 1%, а акцепторной примесь B в алмазе степень ионизована менее чем на 0.1%. Расчетная температурная зависимость концентрации свободных носителей заряда (НЗ) в полупроводнике, содержащем один тип примеси, Рис.1 [6], показывает, что приборы на основе «классических» полупроводников работают на участке полного истощения примеси, для них концентрация свободных носителей заряда почти полностью равняется концентрации примеси. В то время как потенциальный прибор на алмазе будет иметь рабочий участок на этой кривой, соответствующий существенно неполной ионизации примеси. Одним из следствий неполной ионизации является частотная зависимость экспериментальных вольт-

фарадных характеристик (ВФХ) в определенном диапазоне температур, которая исследовалась в данной работе на примере полупроводникового алмаза, легированного бором.

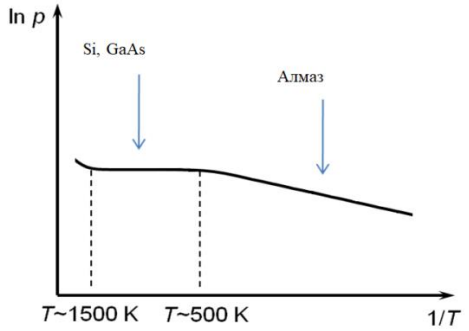


Рис. 1. Общий вид температурной зависимости концентрации НЗ в полупроводнике.

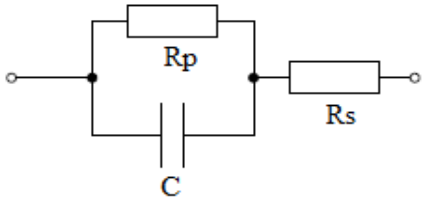


Рис.2. Эквивалентная схема барьера Шоттки.

Для возникновения эффекта неполной ионизации примеси в полупроводнике *p*-типа достаточно двух условий: в квазинейтральной области уровень Ферми должен находиться ниже глубокого уровня, а частота тестового сигнала должна быть больше обратной скорости эмиссии носителя заряда с ловушки. Эти условия приводят к уменьшению амплитуды и сдвигу фазы отклика обедненной области на приложенное переменное поле, и, как следствие, частотно-зависимое уменьшение измеряемой барьерной ёмкости. Иными словами, при фиксированной температуре с увеличением частоты всё меньше примеси может быть ионизовано за положительный полупериод тестового сигнала. В терминах эквивалентной трёхкомпонентной схемы (рис.2) зависимость емкости от частоты описывается так: на низких частотах тестового сигнала угол между током и напряжением стремится к π/2, т.е. адмиттанс структуры носит исключительно емкостной характер ωC. При повышении частоты из-за неполной ионизации примеси падает значение барьерной емкости, и на фоне неизменного R_S уменьшается фазовый угол, а тангенс угла диэлектрических потерь растёт. Параллельное сопротивление R_P, отражающее токи утечки, хоть и имеет малые порядки, но в первом приближении от частоты не зависит, и далее освещаться не будет.

В данной работе экспериментально исследовался образец монокристаллического алмаза, выращенный методом химического осаждения из газовой фазы (CVD) на подложке, выращенной методом температурного градиента. Толщина алмазного CVD слоя $2.5 мкм$, концентрация бора в образце $1.4 \cdot 10^{19} см^{-3}$ по данным вторично-ионной масс-спектрометрии ($ВИМС$). Для проведения электрических измерений были нанесены омические и выпрямляющие контакты из платины, которая наносилась методом магнетронного распыления. Омические контакты наносились при $300^{o}C$, Pt выпрямляющие контакты наносились при $70^{o}C$ через маску диаметром $420 мкм$.

Экспериментальные исследования проводились на автоматизированном комплексе спектроскопии адмиттанса, включающем измеритель иммитанса Agilent E4980A, криогенную зондовую станцию замкнутого гелиевого цикла Janis с турбомолекулярным вакуумным постом Pfeiffer, контроллер температуры LakeShore 336, оптическую систему контроля положения зондов микроманипуляторов. Комплекс позволяет проводить измерения полупроводниковых структур в широком диапазоне температур ($15K - 475K$), приложенных смещений и частот тестового сигнала ($100 кГц - 2 МГц$) [7,8]. Зависимость ёмкости от

напряжения в однородно легированном полупроводнике *p*-типа с барьером Шоттки записывается следующим образом [9, стр. 22]:

$$C \equiv \frac{|\partial Q_{sc}|}{\partial V} = S\sqrt{\frac{\varepsilon\varepsilon_0 e N_A}{2(V_b - V - kT/q)}} \qquad (1)$$

где N_A - концентрация акцепторов (в нашем случае – концентрация примеси бора), V_b - высота барьера Шоттки, S - площадь контакта Шоттки. Наблюдаемая концентрация носителей заряда получается дифференцированием емкости по напряжению [9, стр. 83]:

$$p = 2\left[\varepsilon\varepsilon_0 e S^2 \frac{d}{dV}\left(\frac{1}{C^2}\right)\right]^{-1} \qquad (2)$$

Вольт-фарадные характеристики образца снимались на различных частотах тестового сигнала ($1кГц$, $10кГц$, $50кГц$, $100кГц$, $1МГц$) при пониженной ($250K$) и высокой ($445K$) температурах, рис.3. Полученные экспериментальные зависимости были продифференцированы с использованием формулы (2) и построены частотные зависимости наблюдаемой концентрации основных носителей заряда *p* для рассматриваемых температур, рис.4.

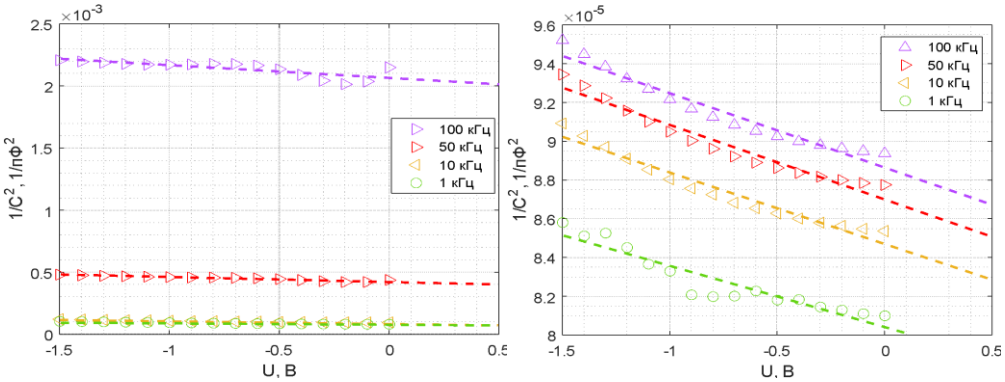


Рис.3. Вольт-фарадные характеристики образца алмаза в координатах Мотта-Шоттки при температуре: а) 250K, б) 445K. Точки – экспериментальные данные, штриховые линии - аппроксимация.

Полученные ВФХ алмаза демонстрируют наличие принципиальных особенностей этого широкозонного материала, описанные выше. При высоких температурах (выше $400K$) наклон зависимости $1/C^2 - V$ совпадает для всех частот (рис.3, б), основной вклад в измеряемый адмиттанс вносит барьерная ёмкость. Рассчитанная для этой температуры концентрация $p \approx 3\cdot10^{18}$ $^{-3}$ оказывается одинаковой для всех частот в пределах экспериментальной погрешности, рис. 4. Эта концентрация примерно соответствует оцененной с помощью ВИМС полной концентрации бора, (без учёта электрически неактивной [10]), с учетом компенсации азотом.

При температуре $250K$ (рис.3, а) измеренные на разных частотах емкости различаются на несколько порядков, а тангенс угла наклона ВФХ с ростом частоты увеличивается. Изменение наклона ВФХ отражает влияние неполной ионизацией примеси, т.е. для данной температуры при частотах больших $10кГц$ скорость эмиссии с ловушки в валентную зону не успевает за частотой тестового сигнала, поэтому всё меньшая доля примеси может быть ионизована с ростом частоты. Для низкочастотной области (от $1кГц$ до $10кГц$) измеренная концентрация свободных носителей заряда составляет $8\cdot10^{17}см^{-3}$, рис.4. На вы-

соких частотах ($1МГц$) наблюдаемая концентрация свободных носителей заряда падает до $10^{15} см^{-3}$.

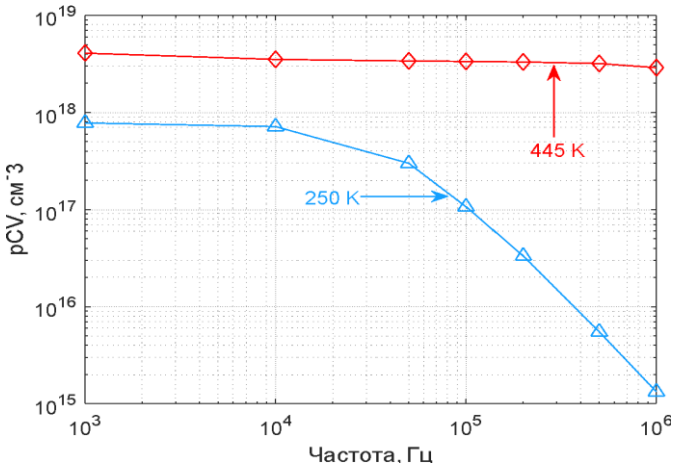


Рис. 4. Зависимость наблюдаемой концентрации свободных носителей заряда от частоты при разных температурах: 250К и 445К.

Таким образом, в данной работе показано, что анализ и интерпретация вольт-фарадных характеристик широкозонных полупроводников, в том числе алмаза, требует расширения существующей теории и отхода от квазистатического приближения. При определенных условиях измерения и учёте таких паразитных эффектов как R_S и R_P, измерения частотной дисперсии ВФХ могут дать точную количественную информацию как о концентрации примеси, так и о равновесной концентрации носителей заряда.

Список литературы:

1. Edgar J. H. Prospects for device implementation of wide band gap semiconductors //Journal of materials research. – 1992. – Т. 7. – №. 1. – С. 235-252.
2. Roccaforte F. et al. Emerging trends in wide band gap semiconductors (SiC and GaN) technology for power devices //Microelectronic Engineering. – 2018. – Т. 187. – С. 66-77.
3. Васильев А. Г., Колковский Ю. В., Концевой Ю. А. СВЧ приборы и устройства на широкозонных полупроводниках. – 2011.
4. Зубков В. И. и др. На пути к дельта-легированному полупроводниковому алмазу //Нано-и микросистемная техника. – 2015. – №. 12. – С. 22-31.
5. Jin H. et al. Review of wide band-gap semiconductors technology //MATEC Web of Conferences. – EDP Sciences, 2016. – Т. 40. – С. 01006.
6. Г. Н. Виолина, В. И. Зубков, Физика полупроводников. Учеб. пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. 115 с.
7. Кучерова О. В. и др. Неразрушающая диагностика наногетероструктур с множественными квантовыми ямами InGaN/GaN методом температурной спектроскопии адмиттанса //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – Т. 76. – №. 3. – С. 24-28.
8. Zubkov V. I. et al. Temperature admittance spectroscopy of boron doped chemical vapor deposition diamond //Journal of Applied Physics. – 2015. – Т. 118. – №. 14. – С. 145703.
9. Зубков В. И. Диагностика полупроводниковых наногетероструктур методами спектроскопии адмиттанса //СПб.: Элмор. – 2007. – Т. 162.
10. Howell D. et al. Automated FTIR mapping of boron distribution in diamond //Diamond and Related Materials. – 2019. – Т. 96. – С. 207-215.

НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ

FROM ETANOL VAPOUR GAS SENSORS TO SENSOR OF BACTERIA DETECTION

D. TZ. DIMITROV

Sofia University St. Kliment Ohridski

Annotation. Metal oxide semiconductor sensors have many advantages. But their working temperature is still high and their sensitivities are frequently low. The main goal of this work is investigation of the temperature dependence in the flow of air and in ethanol vapour mixture of the investigated junction structures. Also, we investigated at fixed temperature the dependence of the thermoelectric force from the ethanol vapour concentration at possible low operation temperature. For the structure, which shows the lowest operation temperature to ethanol vapour, we investigate the ability to detect *Pseudomonas putida* suspension.

Key words: Nanostructured ZnO thin films, Ga and Cu doped ZnO thin films, CuO doped ZnO nanowires, Fe doped ZnO thin films, Ethanol gas sensor and Bacteria detection.

The basic principle of operation of the solid state ethanol sensors are the changes of the electrical properties of ZnO layer under adsorption of ethanol molecules on the ZnO surface. Metal oxide semiconductor sensors have many advantages. But their working temperature is still high and their sensitivities are frequently low. The interaction of ethanol molecules with ZnO surface is investigated and understood quite well. Taking into account very poor selectivity of ZnO gas sensors, the molecules of ethanol gas could be used as a probe for checking sensing properties of the ZnO gas sensors.

In the current work, I present the results from investigation of sensing ability of new kind of potentiometric solid state gas sensors, which are having nonlinear response towards the ethanol vapour concentration. In this work:

1) The sensing structures were constructed by overlapping of pure ZnO and doped with Cu or Ga nanostructured ZnO layers and their sensing properties investigated in the temperature range from 240 to 350 °C. By using thus constructed by us apparatus [1, 2], we investigated first the temperature dependence in the flow of air and in ethanol vapour mixture. Second, we investigated at fixed temperature the dependence of the thermoelectric force (the potential difference) appearing on the junctions from the ethanol vapour concentration.We have found that for the ZnO/ZnO:Cu junction structures ability to detect ethanol vapour, the top layer must be formed of three dip-coatings into the sol, containing 3 at.% Cu and the lower layer must be pure ZnO. In this case the maximum of sensitivity to ethanol vapour is at temperature of 278 °C [1, 2].

2) Described the synthesis of ZnO/ZnO:CuO structures in the form of overlapping layers of nanowires of pure and copper oxide doped zinc oxide. The obtained structures were tested as a sensor to the vapour of ethanol. Interaction of the obtained sensor structures with vapour of ethanol is investigated by measuring the potential difference between the layers of pure and CuO modified ZnO nanowires in the temperature range from 190 to 300˚C .The response of ZnO/ZnO:CuO nanowires junction structures formed upon four immersions under the action of ethanol vapors is significantly higher than in the case of six immersions in the $Cu(NO_3)_2$ solution. In this case the maximum of sensitivity to ethanol vapour is at temperature of 268 °C [3,2].

3) Ivestigate the nostructured layers ZnO/ZnO:Fe junctions, obtained by the sol-gel technology. The best sensing performance was obtained for the structure with upper layer produced by two dip-coatings in the sol containing 3 at.% of Fe into it in the temperature range from 180 to 360 ˚C [4,2]. Taking into account that ZnO/ZnO:Fe junction structures has significant sensitivity to ethanol vapour at lowest operation temperature and that during sensing of ethanol, there is a chemical interaction between oxygen of ethanol and zinc of ZnO:Fe thin film and the fact that leaching of Zn ions has a minor influence on the antibacterial activity, we concluded that ZnO/ZnO:Fe junction structures can be used for detection of bacteria. We use an experimental investigation of the sensing properties towards *Pseudomonas putida* suspension of the ZnO/ZnO:Fe junctions.

The sensing properties of these structures towards *Pseudomonas putida* suspension are investigated in a newly constructed experimental set-up for bacterial detection. Observed properties depend on the relation of the concentration of charge carriers into the top and the bottom layers of the sensing junction and the nature of analyte. The sensitivity to bacterial suspension of ZnO/ZnO:Fe sensing structures, with upper (working) layer produced by two dip-coating cycles, is much higher than the sensitivity of ZnO/ZnO:Fe structures, with upper (working) layer produced by three dip-coatings. When dealing with ZnO/ZnO:Fe junction structure which upper (working) Fe modified ZnO layer is produced by two dip-coating cycles into the Fe modified sol, the potential difference has a negative value and decreases with increasing the amount of the pulverized bacteria [6,5,2].

For investigating sensing properties of ZnO/ZnO:Fe junction structures to bacteria the thermoelectric potential difference is measured at constant temperature (37 °C) under exposure to air, pulverized water, and pulverized *Pseudomonas putida* suspension. The temperature of the experiment was chosen as intermediate between the most suitable temperature for bacteria to survive and the existing of big enough for detecting potential difference at our sensing structure. The aseptic standards are maintained as all operations are performed in the laminar Bio-hood, which provides a sterile atmosphere. The quantity of live bacteria was determined on nutrient agar medium and every time the purity of the culture was checked by microscope before the experiment with the biosensor.

The electrical measurement is performed at least one hour after turning the equipment on. This time was enough for warming up the equipment and stabilization of voltage values on the screen of the potential difference measuring device and the temperature in the box as well. It is established that the response of ZnO/ZnO:Fe junction structures to water vapor is insignificant in comparison to the bacteria’s response. In addition of that the amplitude and half-width of the peaks are much smaller in comparison with those under bacterial suspension exposure. It should also be mentioned that both the response and the recovery time in the case of bacterial detection are much slower than in the case of water vapor exposure.

The results show that alteration of the potential difference of ZnO/ZnO:Fe junction structures under *Pseudomonas putida* suspension exposure depends strongly on the amount of bacteria suspension. The sensor response of the sensing structures depends on the surface morphology of the ZnO:Fe films used as working layers of the ZnO/ZnO:Fe junctions. The morphology changes drastically as a function of a number of dip-coating of substrate in the Fe containing sol, as shown in the case, where the response of only geometrically different structures to ethanol vapors is investigated [6,2].

It is clear that in our case we are not dealing with the interface phenomena,because the changing the number of dip-coatings does not changethe conditions of the interface between the

pure and Fe modified ZnO, but changing only structure and morphology, which changing the concentration of charge carriers, affecting by this way the thermoelectric properties of the layers. That is the reason why with changing the number of dip-coating for producingthe upper layer of investigated structures we are able to change even sign of the value of the potential difference. In case of ZnO layer doped with Fe, deposited by two dip-coatings on pure ZnO, the ganglia-like-hills are uniformly situated. Moreover, when ZnO doped with Fe is deposited by three dip-coatings, the average thickness of the ganglia-like-hills is in much larger range in comparison with layer of ZnO doped with Fe produced by two dip-coating in Fe containing sol. Such functional nanostructures with dimensions comparable to Debye's length (~0.3 μm for undoped ZnO at room temperature [7]) are some of the advantages of sol-gel technology, in additional to smoothness, continuity, and a homogeneity of the composition [4,2].

As expected, the response to bacterial suspension is completely different in the cases of different surface morphology. For the ZnO/ZnO:Fe junction structure which has upper (working) Fe modified ZnO layer produced by three dip- coating cycles into the Fe modified sol, the potential difference has a positive value and increases with increasing the amount of the bacteria is 60, 150, 157 CFU for volume bacterial suspension of 10, 500, 1000 μL, respectively [6,2]).

References

1.Dimitrov D. Tz., Nikolaev N. K., Papazova K. I., Krasteva L. K., Pronin I. A., Averin I. A., Bojinova A. S., Georgieva A. Ts., Yakushova N. D., Peshkova T. V., Karmanov A. A., Kaneva N. V., Moshnikov V. A. Investigation of the Electrical and Ethanol-Vapour Sensing Properties of the Junctions Based on ZnO Nanostructured Thin Film Doped with Copper. Appl. Surf. Sci. 2017, vol. 392, pp. 95–108. doi: 10.1016/j.apsusc.2016.08.049

2.D. Tz. Dimitrov "From Gas Sensors to Detection of Etanol Vapour to Sensor of Bacteria Detection" J. Russ. Uni. Radioelectronics. 2019 22 5 93-106.
DOI: 10.32603/1993-8985-2019-22-5-93-106

3.Peshkova T. V., Dimitrov D. Ts., Nalimova S. S., Kononova I. E., Nikolaev N. K., Papazova K. I., Bozhinova A. S., Moshnikov V. A., Terukov E. I. Structures of Nanowires with ZnO–ZnO:CuO Junctions for Detecting Ethanol Vapors. Tech. Phys. 2014, vol. 59 (5), pp. 771–776. doi: 10.1134/S1063784214050259

4.Pronin I. A., Dimitrov D. Tz., Krasteva L. K., Papazova K. I., Averin I. A., Chanachev A. S., Bojinova A. S., Georgieva A. Ts., Yakushova N. D., Moshnikov V. A. Theoretical and Experimental Investigations of Ethanol Vapour Sensitive Properties of Junctions Composed from Produced by Sol– Gel Technology Pure and Fe Modified Nanostructured ZnO Thin Films. Sens. Actuators A. 2014, vol. 206, pp. 88–96. doi: 10.1016/j.sna.2013.11.035

5.Dimitrov D. Tz., Krasteva L. K., Lyutov L. G., Pronin I. A., Ivanova I. A., Kaneva N. V., Papazova K. I., Averin I. A., Bojinova A. S., Yakushova N. D., Georgieva A. Ts., Moshnikov V. A. Experimental Investigation and Modeling of Bio-Sensitive Properties of ZnO/ZnO:Fe Junctions Based on Nanostructured Films Produced by Sol-Gel Technology. Part I. Mater. Sci. Technol. 2016, vol. 24 (2), pp. 77–91.

6.Dimitrov D. Tz., Krasteva L. K., Lyutov L. G., Pronin I. A., Ivanova I. A., Kaneva N. V., Papazova K. I., Averin I. A., Bojinova A. S., Yakushova N. D., Georgieva A. Ts., Moshnikov V. A. Experimental Investigation and Modeling of Bio-Sensitive Properties of ZnO/ZnO:Fe Junctions Based on Nanostructured Films Produced by Sol-Gel Technology. Part II. Mater. Sci. Technol. 2016, vol. 24 (3), pp. 127–142.

7.Ri S., Hamano K., Nakagawa Z. Debye Length and Gas Sensor Mechanism of Undoped and Sm2O3-Doped ZnO Ceramics. Ceram. Soc. Jpn. 1986, vol. 94, pp. 419–424. doi: 10.2109/jcersj1950.94.1088_419

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕПЕРНЫХ ГАЗОВ В КАЧЕСТВЕ ИНДИКАТОРОВ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПОРИСТЫХ ИЕРАРХИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ПРИМЕРЕ СИСТЕМ МЕТАЛЛООКСИДОВ SNO_2-SIO_2 И ZNO-SNO_2-SIO_2

Е.В. Абрашова, Е.В. Мараева

Санкт-Петербургский Государственный Электротехнический Университет им. В.И.Ульянова(Ленина) «ЛЭТИ»

Аннотация. В работе предложена методика использования различных газов в качестве индикаторов для исследования для исследования поверхности пористых материалов методом спектроскопии импеданса. Показано, что применение реперных газов разной природы позволяет выявить особенности энергетического состояния поверхности пористых иерархических материалов на предмет конкурирующего действия центров адсорбции и десорбции различного типа на примере системы ZnO-SnO_2-SiO_2.

Ключевые слова: спектроскопия импеданса, газочувствительность, металлооксидные материалы

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ проект № 18-32-00712\19

Введение

На современном этапе развития наноэлектроники синтез и исследование многокомпонентных металлооксидных пористых сред получило широкое развитие в различных областях наук и техники, а диагностика таких материалов приобретает все больший интерес и актуальность для понимания процессов, происходящих в объеме и на поверхности сложных неоднородных структур, в частности, полученных методом золь-гель [1,2,3]. Таким образом, особую актуальность приобретает развитие новых методик исследования таких материалов.

При изучении электрофизических характеристик пористых материалов необходимо учитывать особенности взаимодействия сложной иерархической поверхности с окружающей газовой средой. При этом требуется развитие дополнительных методик, учитывающих конкурирующее влияние центров адсорбции на поверхности.

Среди методов анализа, позволяющих определять особенности функционально-химического состава поверхности, безусловно, следует выделить метод адсорбции кислотно-основных индикаторов [4], применяемый при модифицировании сенсорных свойств газочувствительных слоев [5], а также при электронно-лучевом модифицировании поверхности и диспергировании материалов.

Как известно, при использовании метода кислотно-основных индикаторов в процессе взаимодействия с поверхностью происходит частичная адсорбция индикатора на активных центрах с соответствующим значением pK_a, приводящая к изменению интенсивности окраски, которое можно зафиксировать спектрофотометрически, что позволяет количественно охарактеризовать содержание активных центров адсорбции данного типа (основных льюисовских, бренстедовских кислотных, бренстедовских основных, льюисовских кислотных).

Использование большого количества индикаторов (14–18 и более) с различными значениями pK_a позволяет дифференцировать близкие по природе и энергетике типы

поверхностных функциональных групп, в частности, имеющих идентичный химический состав и отличающихся лишь окружением в поверхностном слое, с количественным определением их содержания, что труднодостижимо при использовании других методов исследования (ИК-спектроскопии и термодесорбции).

Целью данной работы является развитие альтернативного метода диагностики поверхности. При этом, если в методе адсорбции кислотно-основных индикаторов взаимодействие происходит в водном растворе индикатора и оценивается по оптическим спектрам, то в развиваемом подходе поверхность взаимодействует с различными реперными газами, а аналитическим откликом является изменение сигнала спектроскопии импеданса.

Методы синтеза и исследования

Для понимания процессов, протекающих на поверхности структур, на контактах, внутри поверхности зерен, в пористых нанокомпозитах с фрактально-перколяционной структурой, может быть эффективен метод спектроскопии импеданса [6,7]. Этот метод позволяет провести всестороннее исследование влияния процессов синтеза на механизмы переноса зарядов в материале, такие как миграция ионов или поляризационные эффекты, их природу возникновения, а также отклик на различные внешние воздействия.

Для исследования электрофизических характеристик материалов были проведены измерения для тонкопленочных образцов на основе систем оксидов SnO_2-SiO_2 и ZnO-SnO_2-SiO_2 и построены диаграммы Найквиста (зависимость мнимой части комплексного сопротивления от ее действительной части).

Объектом исследования выступали тонкопленочные образцы, полученные методом золь-гель. Технология получения подробно описана в работах [8,9,10]. Тонкие пленки исследовались комбинированным методом спектроскопии импеданса с применением газов индикаторов [11,12,13]. В качестве газов индикаторов были выбраны этанол и ацетон.

В качестве подложки использовалось предметное стекло, как относительно прочный материал, позволяющий получить хорошую адгезию исследуемого материала. Размеры образца составляли 1×1 см , толщина – порядка 100 нм. Контакты были получены с использованием контактола. Измерения спектроскопии импеданса при воздействии реперных газов и оценка газочувствительности проводились на модернизированных установках, ранее подробно описанных в [14,15].

Результаты и обсуждения

На рис 2 и 3 приведены зависимости мнимой части комплексного сопротивления от ее действительной части для тонких пленок на основе систем Sn-Si-O и Zn-Sn-Si-O соответственно, полученных методом золь-гель.

На спектре могут быть выделены две характерные области: полуокружность и прямая, характеризующая влияние ионных процессов. Как правило, импедансный спектр поликристаллических материалов имеет две полуокружности в комплексной плоскости, говорящие о вкладе в общую проводимость объема зерен и межзеренных границ. Если наблюдается одна полуокружность, как в исследуемом материале, это говорит о высокой однородности исследуемых образцов.

Исследования показали, что для состава на основе оксидов олова и кремния при воздействии газов реагентов активное сопротивление уменьшалось (Рис. 1).

При воздействии тех же газов реагентов на полную систему оксидов цинка, олова и кремния – активное сопротивление увеличивалось (Рис.2). Такое поведение характеристик

можно объяснить конкурирующим влиянием процессов сорбции и десорбции на поверхности материала.

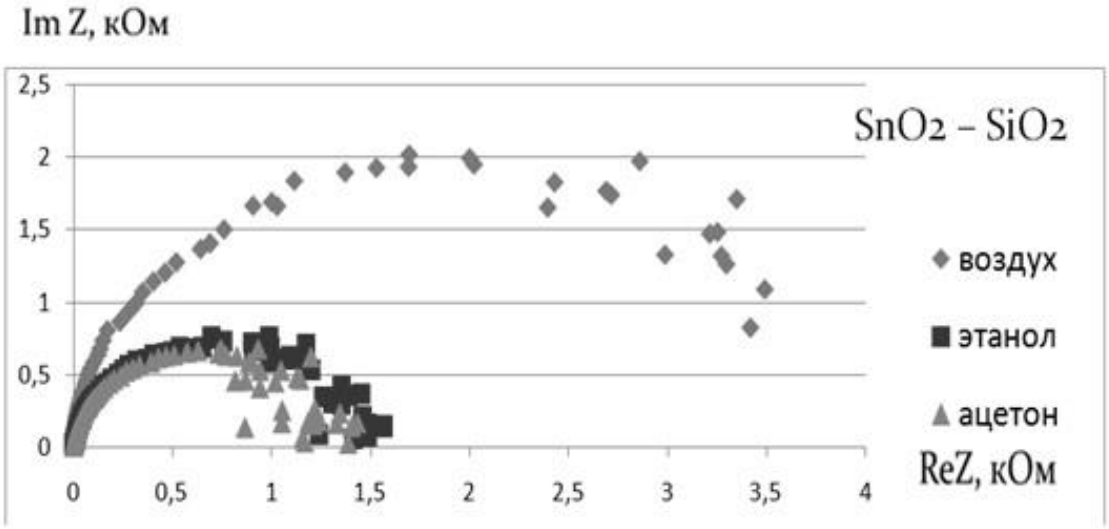


Рис. 1. Диаграмма Найквиста для системы оксидов SnO_2 – SiO_2 при подаче в качестве газов – индикаторов воздуха, этанола и ацетона.

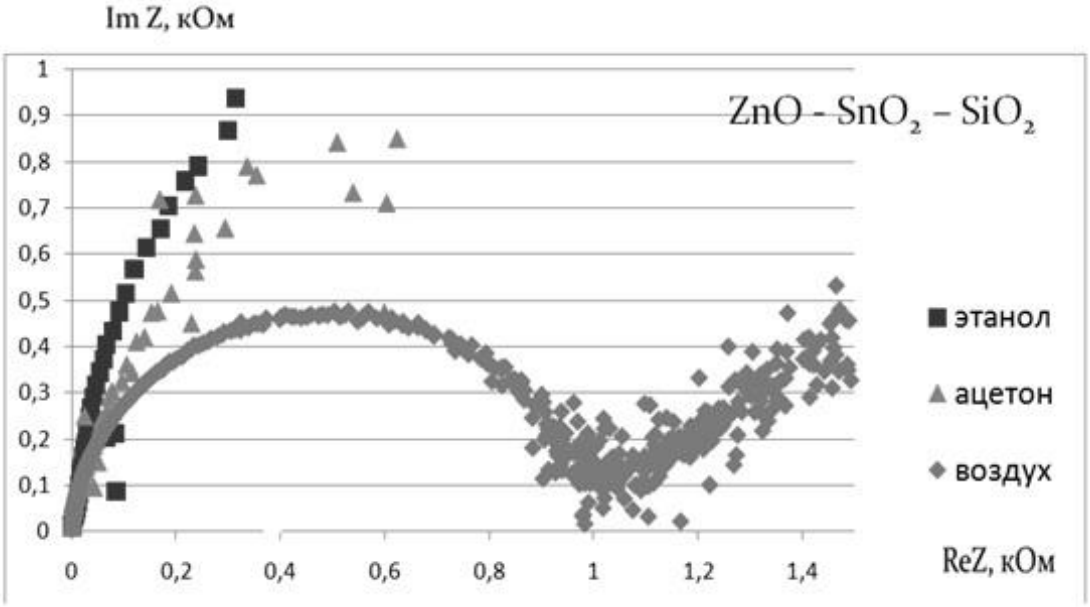


Рис. 2. Диаграмма Найквиста для системы оксидов ZnO - SnO_2 – SiO_2 при подаче в качестве газов – индикаторов воздуха, этанола и ацетона.

В случае проводимого опыта при уменьшении сопротивления анализируемой пленки преобладающим являлся процесс десорбции продуктов реакции, а в случае увеличения сопротивления – реакции взаимодействия и , соответственно, десорбции их продуктов были угнетены.

При этом по результатам исследований можно сделать важный вывод: комбинированный метод спектроскопии импеданса при вариации температуры и газа-индикатора позво-

ляет выявить особенности энергетических характеристик материалов с фрактальной структурой по изменению их аналитического отклика вплоть до смены его характера.

Список литературы

1. Мошников В.А., Таиров Ю.М., Хамова Т.В., Шилова О.А. Золь-гель технология микро- и нанокомпозитов: Уч. Пособ. Под ред. О.А.Шиловой, СПб, Изд.Лань, 2013, 304с.
2. Новые наноматериалы. Синтез. Диагностика. Моделирование: лаб. практикум / под ред. В. А. Мошникова, О. А. Александровой. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2015. 248 с.
3. Abrashova E V, Gracheva I E, Moshnikov V A , Functional nanomaterials based on metal oxides with hierarchical structure // Journal of Physics: Conference Series 461 (2013) 012019 doi:10.1088/1742-6596/461/1/012019
4. Танабе К., Твердые кислоты и основания/ М.: Мир, 1973. – 183 с.
5. Румянцева М.Н., Химическое модифицирование и сенсорные свойства нанокристаллического диоксида олова// Диссертация на соискание учёной степени доктора химических наук, М.: МГУ, 2009. -329 с
6. Gopel W. Solid -state chemical sensors: atomistic models and research trends//Sensors and Actuators. 1989. Vol. 16. P. 167-197
7. Ed. E. Barsoukov, J. Ross Macdonald , Impedance Spectroscopy. Theory, Experiment and Applications, N.Y., Wiley. 2005.
8. Абрашова Е.В., Изменение морфологических и структурных свойств тонких пленок на основе системы SnO2- SiO2, полученным золь-гель методом при модификации их оксидом цинка// Известия ЛЭТИ/ 04, 2014г, с. 3-7
9. Abrashova E.V., Kononova I.E., Moshnikov V.A., Metal oxide SnO_2 – ZnO – SiO_2 films prepared by sol-gel, Chapter, Nanoscale-Arranged systems for nanotechnology, Nova Science Publishers, Inc., 2015, p. 39-45
10. Пермяков Н.В., Абрашова Е.В., Мараева Е.В., Получение пористых наноструктур на основе оксидов металлов системы ZnO–SnO2–SiO2 золь-гель методом // Технология наноматериалов и наноструктур , ООО «Издательство «Радиотехника»», «Наноматериалы и наноструктуры − XXI век». № 2., Т. 9, 2018г, с. 28-31
11. Абрашова Е.В, Золь-гель синтез и анализ нанопористых фрактальных композиций на основе системы ZnO-SnO_2-SiO_2 для газочувствительных элементов// Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / СПб: СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2016, 156 с.
12. Абрашова Е.В., Мараева Е.В. , Исследование процессов адсорбции тонкопленочных материалов методом спектроскопии импеданса с использованием реперных газов, В материалах III Всероссийской конференции с международным участием «Актуальные проблемы теории и практики гетерогенных катализаторов и адсорбентов» , Иваново, 26-30 июня, 2018г., с. 42-44
13. Мараева Е.В. , Абрашова Е.В. , Мошников В.А. , Разработка компьютерной программы для моделирования процессов адсорбции газов в пористых системах и исследование их электрофизических характеристик , // В материалах 15-ой Конференции «Физико – химические проблемы возобновляемой энергетики» , г. Санкт-Петербург, 18-20 ноября, 2019г
14. Грачева И.Е., Мошников В.А., Аньчков М.Г., Автоматизированная комбинированная установка для исследования газочувствительности полупроводниковых наноматериалов в постоянном и переменном электрических полях/ Приборы и техника эксперимента. 2013. № 2. С. 93.
15. Абрашова Е.В. , Диагностика наноструктурированных тонких пленок на основе титаната бария методом спектроскопии импеданса// В сборнике: Диагностика наноматериалов и наноструктур, Труды VII всероссийской школы-семинара студентов, аспирантов и молодых ученых по направлению. 2014. С. 50-53.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ И ОРГАНИЗАЦИЯ СТЕНДА КОНТРОЛЯ РОСТА ОСТРОВКОВЫХ ТОНКИХ ПЛЁНОК

О.Г. Андреасян, В.С. Журавлева

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Аннотация. В статье раскрыта актуальность применения островковых тонких плёнок. Проанализированы проблемы получения островковых наноструктур. Разработана программа для расчёта расстояний между островковыми наноструктурами в процессе их формирования. Организован стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных и островковых плёнок, а также проведена пуско-наладка стенда.

Ключевые слова: островки, островковые тонкие плёнки, островковые наноструктуры, туннельный ток, MATLAB, математическая модель, визуализация

Введение

Научные исследования, проводимые для изучения тонких пленок – тонких слоев материала, толщина которых находится в диапазоне от долей нанометра до нескольких микрон, – выявили их отличие от объемных объектов, заключающееся в наличии размерных и субструктурных эффектов. Эта особенность приводит к появлению у тонкопленочных покрытий свойств, не характерных для «массивного» материала [1]. Такая разновидность тонких пленок, как *островковые тонкие пленки* (ОТП) – пленки, образование которых завершили на этапе слияния островков, – имеют преимущество и в том, что размер островков в одном из трех измерений лежит в нанометровом диапазоне. Это влечет за собой появление нетипичных электронных, оптоэлектронных и других свойств.

Ввиду этого можно выделить следующие области применения ОТП. Например, свойство усиления электрического поля вблизи поверхности резонансно возбуждаемой частицы по сравнению с полем падающей световой волны при взаимодействии света с металлическими частицами, имеющими размеры от единиц до десятков нанометров, используется в фотодинамической терапии раковых заболеваний, химических и биологических сенсорах, а также в спектроскопии комбинационного рассеяния [2].

Экспериментально установлено, что процесс синтеза углеродных нанообъектов идет эффективнее при напылении углерода не на сплошную металлическую пленку, а на пленку, имеющую островковую структуру, что предположительно связано с большим числом центров начала роста [3].

Кроме того, островковые пленки за счет своей полусферической формы позволяют увеличить эффективную площадь конденсатора в 1,5–2 раза [4].

Описание проблемы

Для того, чтобы получить *островковую наноструктуру* (ОНС), необходимо определить момент времени, в который следует прервать процесс роста пленки. Поскольку еще не существует общей модели, с помощью которой можно было бы смоделировать процесс формирования пленки, то каждое исследование островковой тонкой пленки новой конфигурации требует большого количества предварительных экспериментов. Это сильно усложняет исследование ОТП.

Поэтому задача создания общей модели, которая позволит исследователю предварительно смоделировать процесс нанесения островковой тонкой пленки и впоследствии предсказать свойства получаемой структуры, является актуальной в настоящее время.

Показателем процесса роста пленки на диэлектрической подложке является изменение проводимости.

Моделирование процесса роста островковой тонкой пленки

Существует несколько различных механизмов проводимости в островных тонких пленках. При комнатной температуре туннелирование является доминирующим процессом проводимости, который проявляется на расстоянии между островками до 5 нм [5].

На каждой стадии формирования тонкой пленки сопротивление (или ток на поверхности при приложении потенциала) изменяется в соответствии со своим собственным законом [5]. Следовательно, выбрав за контролируемый параметр силу туннельного тока, становится возможным определять стадию роста плёнки в каждый момент времени.

Авторами была получена упрощённая модель проводимости на поверхности островковой пленки. Зависимость туннельного тока от времени роста, рассчитанная по этой модели, отличалась от реальной зависимости [6] линейным видом.

Одним из основных возможных причин этого может быть особенность процесса роста островков – в результате коалесценции общая площадь поверхности двух островков отличается от площади одного, полученного при их слиянии [6, 7].

Чтобы устранить эту проблему, было решено уточнить модель, введя в ее расчет учет нелинейной зависимости расстояния между островками от длительности нанесения.

Задача была решена с помощью программного обеспечения MATLAB R2019a.

Запустив программу, мы получим результат (среднее расстояние между островками) в нанометрах и визуализацию распределения островков на поверхности подложки.

На основе этого распределения была получена диаграмма роста ОНС, которая демонстрирует поэтапный процесс формирования островковой тонкой плёнки на поверхности подложки (рис. 1).

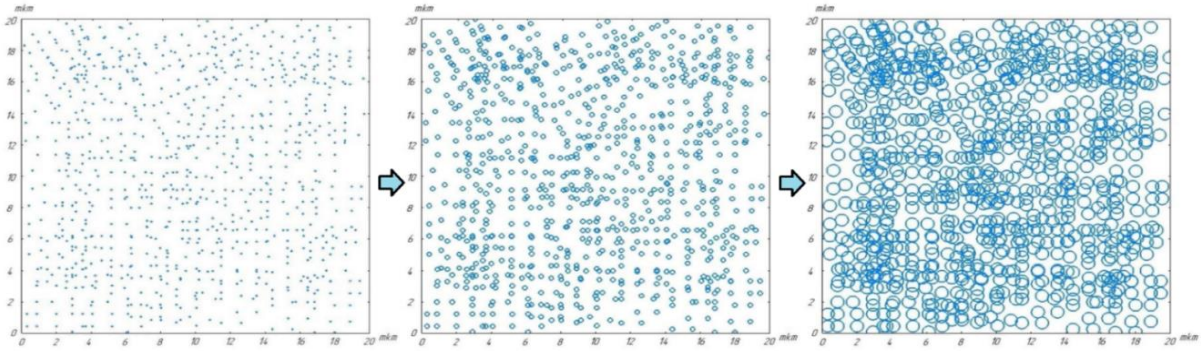


Рис. 1. Визуализация распределения островков на поверхности подложки

Используя разработанную программу, было рассчитано расстояние между островками на всём интервале [40..65] с, который был определен ранее в результате исследований научной группы.

Используя расчетные в программе значения была получена новая зависимость туннельного тока на поверхности пленки от времени роста структуры (рис. 2).

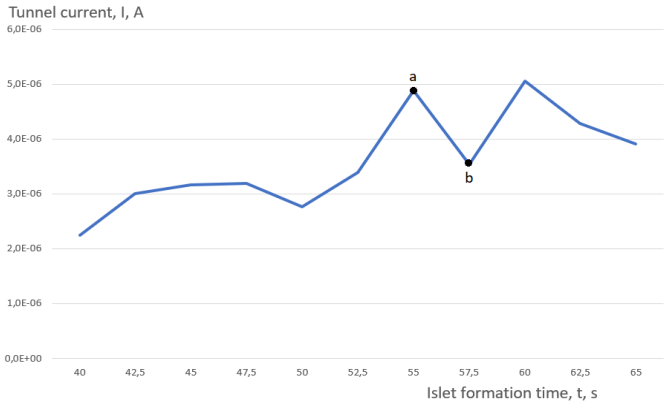


Рис. 2. Уточненная зависимость туннельного тока на поверхности пленки от времени роста

Здесь точка «a» указывает на резкое увеличение проводимости пленки, что характеризует уменьшение расстояния между островками. Точка «b» указывает на скачкообразное увеличение сопротивления, которое характеризует резкое увеличение расстояния между островками.

В результате исследования была получена уточненная модель электропроводности на поверхности пленки. Теперь она состоит из математической зависимости, а также программы, на основе ПО MATLAB, которая позволяет более точно рассчитать расстояние между островками. Теперь рассчитанная по модели зависимость ещё ближе к экспериментальной, однако она немного потеряла в точности. Это, в первую очередь, связано с тем, что модель все еще содержит много допущений.

Исходя из скачкообразного характера изменения расстояния между островками, следует более точно описать зависимость этого расстояния от времени нанесения.

Для решения выше описанной проблемы была поставлена новая задача – спроектировать стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий и островковых наноструктур, принцип работы которого заключается в контроле туннельного тока во время формирования ОНС.

Стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий

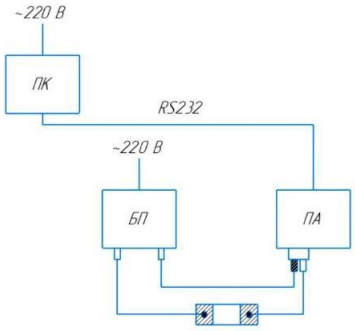
Для определения момента времени, когда островковая пленка становится сплошной, а также для контроля этапов роста пленки, был организован стенд (рис. 3).

Работа проводится на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н. Э. Баумана на вакуумной установке – МВТУ-11-1МС [8].

Кроме самой установки в состав экспериментального стенда контроля вошли:

- Пикоамперметр Keithley 6485 – предназначен для измерения сверхмалых токов, а также для задач тестирования, требующих точного взаимодействия источников и измерителей тока и напряжения [9].
- Блок питания амперметра QJ1803C – обеспечивает питание электронных устройств и схем постоянным напряжением в диапазоне от 0 до 18В и током в диапазоне от 0 до 3А [10].
- ПК – для записи и хранения экспериментальных данных.

Пуско-наладка стенда проведена с использованием метода магнетронного распыления в вакууме – нанесение медного покрытия на ситалл. В результате проведения тестовых экспериментальных исследований был определен временной порог формирования островковой тонкой пленки – до 30 с.



ПА – пикоамперметр, БП – блок питания пикоамперметра, ПК - компьютер для записи данных

Рис. 3. Стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий

Заключение

В результате теоретических и экспериментальных исследований улучшена ранее разработанная математическая модель роста островковых пленок в вакууме. Организован стенд контроля роста островковых наноструктур в вакууме. Тестовые экспериментальные исследования позволили определить временной порог роста ОТП (30 с).

В дальнейшем следует провести ряд экспериментов по измерению туннельного тока в процессе роста ОНС. Планируется разработка математической модели зависимости расстояния между островками от времени нанесения и ее интеграция в общую модель роста ОНС. Авторы считают, что это приведёт к положительным изменениям в работе программы и качественно улучшит результат моделирования.

Список литературы

1. Маскаева Л.Н. Технология тонких плёнок и покрытий: учебное пособие. - Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2019. - 240 с.
2. Вартанян Т.А., Леонов Н.Б. Изменение морфологии и оптических свойств островков плёнок серебра на прозрачных диэлектрических подложках под действием лазерного облучения // Физическая оптика. - 2016. - №4. - С. 662-667.
3. Способ формирования электронных нанообъектов на ситалловых подложках: пат. 2601044 Рос. Федерация N 2015103713/02; заявл. 04.02.15; опубл. 27.10.16.
4. Турцевич А.С., Ануфриев Л.П., Наливайко О.Ю., Лесникова В.П. Пленки поликристаллического кремния с полусферическими зернами // Доклады БГУИР. - 2005. - №1. - С. 87-92.
5. Сидорова С.В. Расчёт технологических режимов и выбор параметров оборудования для формирования островковых тон-ких плёнок в вакууме: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.27.06. - М., 2016.
6. Андреасян О.Г., Сидорова С.В. Математическое моделирование электропроводности островковых тонкоплёночных наноструктур // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXVI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. - М.: НОВЕЛЛА, 2019. - С. 177-179.
7. Трусов Л.И., Холмянский В.А. Островковые металлические плёнки. - М.: Металлургия, 1973. - 320 с.
8. МВТУ-11-1МС // Лаборатория «Элионные процессы и нанотехнологии» URL: http://nanoelion.ru/equipment/mvtu-11-1mc/ (дата обращения: 09.04.2020).
9. ПИКОАМПЕРМЕТР KEITHLEY 6485 // SERNIA ИНЖИНИРИНГ URL: https://sernia.ru/catalog/pikoampermetry/pikoampermetr_keithley_6485/ (дата обращения: 09.04.2020).
10. QJ1803C, Источник питания, 0-18V-3A 2xLCD // cpipdip. URL: https://www.chipdip.ru/product/qj1803c (дата обращения: 09.04.2020).

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРОКСИДА НАТРИЯ НА СИНТЕЗ ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДА ЦИНКА

М.А. Аникина, Е.А. Левкевич, А.И. Максимов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет им. В.И. Ульянова (Ленина) «ЛЭТИ»

Аннотация. В настоящее время большое внимание уделяется фотокаталитическим системам, способным предотвратить загрязнение окружающей среды токсичными органическими веществами, в основном отходами химической и фармацевтической промышленности. В работе рассмотрено влияние концентрации гидроксида натрия (NaOH) на процессы, протекающие при низкотемпературном гидротермальном синтезе и фотокаталитические свойства полученных наноматериалов на основе оксида цинка. Полученные структуры были использованы в качестве катализатора реакции разложения метилового оранжевого при облучении УФ-светом. Увеличение концентрации NaOH в исследуемом диапазоне улучшает фотокаталитические свойства структур. Наиболее эффективными оказались структуры, синтезированные в течение 60 минут при концентрации NaOH 0,075 М.

Ключевые слова: оксид цинка, фотокаталитические свойства, гидроксид натрия

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект №17-79-20239).

Введение

Оксид цинка (ZnO) является одним из наиболее востребованных полупроводниковых соединений благодаря уникальным электронным, оптическим, пьезоэлектрическим, химическим и термическим свойствам [1]. Материалы на его основе нашли широкое применение в различных приборах электроники: в фотоприёмниках, фотодиодах, в датчиках газа и давления, в солнечных элементах и варисторах [2, 3].

В последнее время большое внимание уделяется фотокаталитическим свойствам ZnO. Оксид цинка, наряду с другими металлоксидными полупроводниками, такими как TiO_2, CdTe, ZnSe, GaAs, GaP, используется в качестве высокоэффективного материала для фотокатализа. Важными преимуществами ZnO для данной области являются низкая стоимость, механическая и температурная стабильность наноструктур, высокая подвижность носителей заряда, а также возможность получать структуры с большой удельной площадью поверхности [4].

Востребованность металлоксидных структур в качестве фотокатализаторов возникла с обострением проблемы загрязнения окружающей среды. Появилась необходимость очистки сточных вод от токсичных органических веществ, органических красителей, которые используются в промышленности [5]. Одним из них является метиловый оранжевый (МО), с помощью которого проводилась оценка фотокаталитической активности полученных структур ZnO.

Существует несколько способов получения наноструктур ZnO. Наиболее востребованными являются методы химического осаждения из растворов, в том числе гидротермальный метод [6,7].

Такой способ не требует дорогостоящего оборудования, при этом он обеспечивает удобство контроля условий синтеза, что позволяет получать наночастицы с необходимыми свойствами: большей удельной поверхностью, высокой кристалличностью, малой концентрацией примесей [8].

Эксперимент

Прекурсоры: ацетат цинка ($Zn(CH_3COOH)_2$) (0,0216 М), поливинилпирролидон (PVP) (0,05 г на 50 мл раствора), гидроксид натрия (NaOH) (0,025 М, 0,0375 М, 0,05 М, 0,075 М).

В дистиллированную воду добавлялись PVP и ацетат цинка. Полученный раствор устанавливался на магнитную мешалку на 10 мин. при температуре 70°С. Далее в раствор добавлялось требуемое количество NaOH, после чего данный раствор помещался в термостат, поддерживающий температуру 70°С, где в течение 30 мин и 60 мин происходил синтез. Добавление NaOH немедленно приводит к формированию $Zn(OH)_2$.

По завершении синтеза раствор остужался до комнатной температуры, после чего осажденные частицы промывались и высушивались при комнатной температуре.

Исследование фотокаталитической активности полученных материалов на основе ZnO массой 0,02 г проводилось в объёме дистиллированной воды 100 мл с концентрацией красителя 10 ppm. Перед облучением раствор МО с фотокатализатором устанавливался на магнитную мешалку, где в течение 1 ч. перемешивался в темноте. Затем раствор начинал освещаться УФ источником (λ = 365 нм). С момента начала облучения через равные промежутки времени из раствора отбирались пробы объемом 3 мл, которые центрифугировались при 4000 об/мин в течение 5 мин и помещались в кварцевую кювету. Для снятия спектров использовался спектрофотометр ПЭ-5400УФ, куда помещалась кювета с раствором МО.

Результаты и обсуждение

При исследовании образцов, полученных в результате синтеза с участием 0,025 М NaOH в течение 30 и 60 мин, разложение метилоранжа не наблюдалось в обоих случаях. При проверке остальных образцов оптическая плотность раствора в процессе фотокатализа уменьшалась с течением времени при облучении раствора с фотокатализатором УФ лампой, что связано с минерализацией красителя и указывает на наличие фотоактивных частиц ZnO в растворе. Следовательно, в процессе синтеза были сформированы фотокаталитические структуры ZnO, так как без катализатора разложение МО под действием УФ-излучения не наблюдается. Пример изменения оптической плотности приведен на рис. 1 для образца ZnO, синтезированного при концентрации 0,05 М NaOH в течение 30 мин.

Зависимости оптической плотности раствора от времени проведения фотокатализа для каждого образца представлены на рис.2. Как видно из рисунков, при данной концентрации МО зависимости носят линейный характер.

Образец, в синтезе которого участвовало меньшее количество NaOH (0,025 М) не проявлял фотокаталитичсеких свойств, что можно объяснить отсутствием сформированных наноструктур ZnO.

Предполагается, что ZnO получается при термическом разложении $Zn(OH)_2$. На рис.3 показано соотношение концентрации ионов цинка и значения pH [9,10]. Гидроксид цинка образуется преимущественно в щелочной среде при pH = 9 ÷ 12, рассчитанные pH растворов приведены в таблице 1. Все полученные значения соответствуют указанному промежутку, исходя из этого можно утверждать, что в растворах в основном образуется $Zn(OH)_2$, однако это не исключает нахождение в растворе других продуктов реакции ацетата цинка и NaOH, концентрации которых заметно ниже.

Основные реакции, протекающие при низкотемпературном гидротермальном методе синтеза можно записать следующим образом:

$$Zn(CH_3COOH)_2 + 2NaOH \rightarrow Zn(OH)_2 + 2CH_3COONa \quad (1)$$

$$Zn(OH)_2 \rightarrow ZnO + H_2O \quad (2)$$

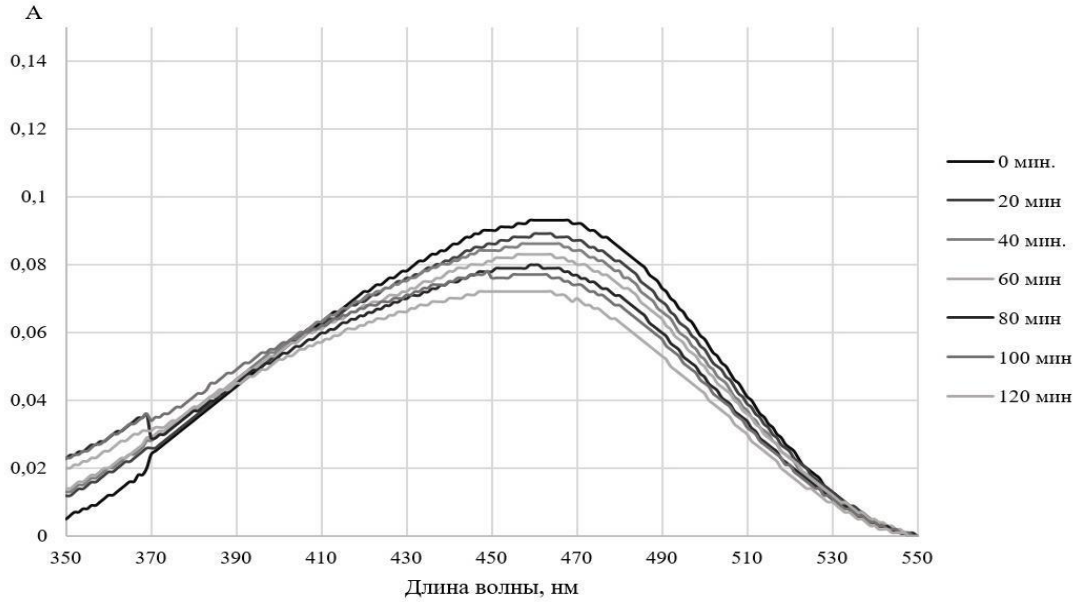


Рис.1. Фотодеградация метилоранжа в присутствии структур ZnO

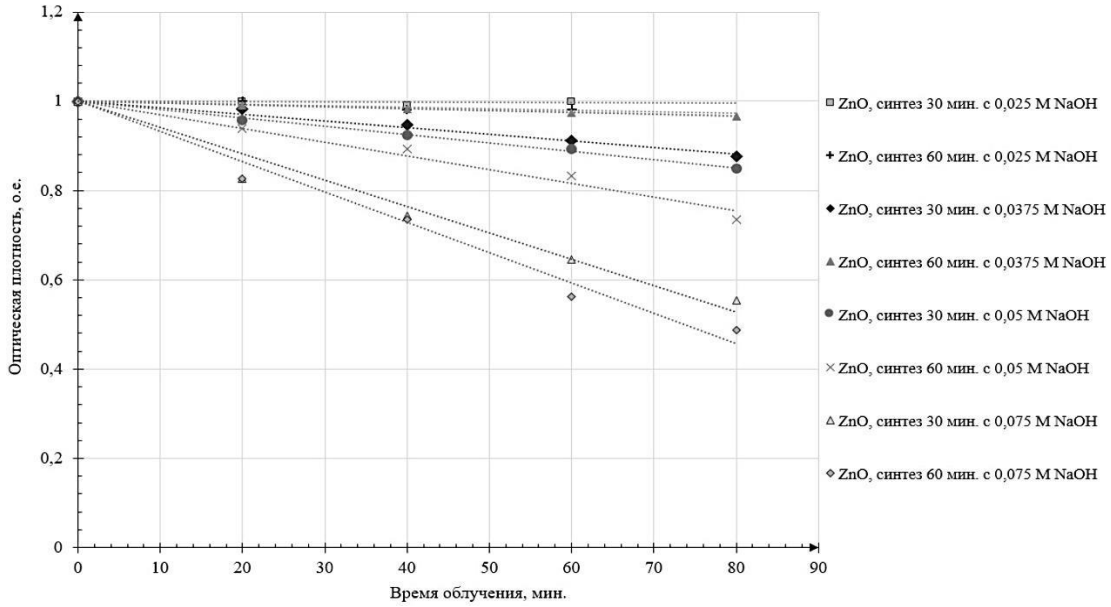


Рис.2. Зависимость оптической плотности раствора от времени проведения фотокатализа

Реакция (2) протекает при температурах 100-250°C в нейтральной среде, однако в щелочном растворе реакция может протекать и при комнатной температуре. Этого можно добиться подбором соотношения ионов цинка и гидроксильных групп. Таким образом, оптимальное соотношение концентраций при синтезе с участием 0,025 M NaOH не было достигнуто, что объясняет отсутствие в полученном образце фоточувствительных структур ZnO. Для синтеза остальных образов отношение концентраций «источник цинка – ис-

точник гидроксильных групп» было достаточным, что привело к успешному образованию наночастиц ZnO.

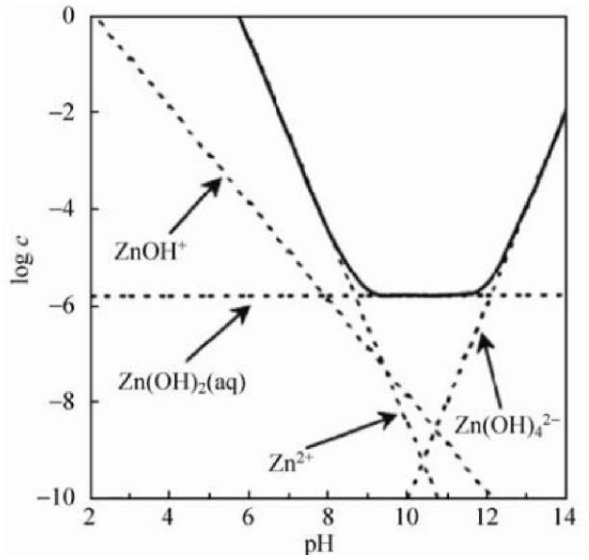


Рис.3. Формирование соединений гидроксида цинка при изменении концентрации Zn^+ и pH [9]

Таблица 1

C_M(NaOH), M	0,025	0,0375	0,05	0,075
Значение *pH* раствора	9,77	9,95	10,08	10,25

Эффективность разложения МО при облучении УФ-светом напрямую связана с состоянием поверхности используемого фотокатализатора. Реакция разложения красителя происходит непосредственно вблизи поверхности фотокатализатора за счет образуемых при облучении радикалов с сильной окислительной способностью [11]. Поэтому одной из наиболее важных характеристик будет являться площадь поверхности фотокатализатора, с которой контактируют молекулы красителя. На рис. 2 видно, что фотокаталитическая активность полученных структур ZnO возрастает при увеличении концентрации NaOH. Дополнительно была обнаружена зависимость фотокаталитических свойств частиц ZnO от времени их синтеза. При больших концентрациях NaOH (0,05 M, 0,075 M) с увеличением продолжительности синтеза наблюдается увеличение фотокаталитической активности.

Наблюдаемые изменения фатокаталитической активности определяются тремя факторами: суммарная площадь поверхности наночастиц, которая в свою очередь зависит от их числа и формы; степень совершенства полупроводниковых кристаллов, от которой зависят вероятность генерации носителей заряда и скорость их рекомбинации; геометрические и энергетические свойства поверхности, которые оказываются наиболее сложными для исследований, так как зависят от плоскостей огранки нанокристаллов, шероховатости поверхности, типа и концентраций поверхностных примесей и адсорбированных веществ. Практически единственным методом, позволяющим интегрально изучать последний фактор является индикаторный метод [12].

Заключение

Структуры ZnO были синтезированы низкотемпературным гидротермальным методом с участием разного количества NaOH и использованы для фотокатализа. Установлено, что

увеличение концентрации NaOH в исследуемом диапазоне улучшает фотокаталитические свойства структур. В случае недостатка NaOH формирование частиц ZnO не происходит. Наиболее эффективными оказались структуры, синтезированные в течение 60 минут при концентрации NaOH 0,075 М. Фотокатализ с их участием был продлён до 120 минут, за это время концентрация МО в растворе уменьшилась на 67%. Данные исследования могут способствовать получению частиц ZnO с заданными свойствами через контроль параметров синтеза.

Список литературы

1. Chan Oeurn Chey, Hatim Alnoor, Mazhar Ali Abbasi, Omer Nur, Magnus Willander. Fast synthesis, morphology transformation, structural and optical properties of ZnO nanorods grown by seed-free hydrothermal method. //Phys. Status Solidi A. – 2014. – V.211. – I.11. – P. 2611-2615.
2. Mohammad R. Alenezi, Simon J. Henley, and S. Ravi P. Silva. Controlled Hydrothermal Synthesis of ZnO Nanostructures. – 2011.
3. Baruah, S.; Dutta, J. Hydrothermal growth of ZnO nanostructures. Sci. Technol. Adv. Mat. – 2009. – 10 013001.
4. Low-temperature synthesis of ZnO quantum dots for photocatalic degradation of methyl orange dye under UV irradiation / Khan R. Shamshi Hassan M., Jang L.W. // Ceramics international. – 2014. – V. 40. – I. 9B. – P. 14827 – 14831.
5. Rizwan Khan, M. Shamshi Hassan, Han-Su Cho, Alexander Y.Polyakov, Myung-Seob Khil, In-Hwan Lee. Facile low-temperature synthesis of ZnO nanopyramid and its application to photocatalytic degradation of methyl orange dye under UV irradiation. //Materials Letters. – 2014. – V. 133. – P. 224-227.
6. Lashkova N.A., Maximov A.I., Ryabko A.A. et al. The synthesis of zinc oxide nanostructures for creating a heterostructured photovoltaic elements. Semiconductors. 2016. Vol. 50. № 9. P. 1276-1282
7. Nalimova S. S., Maximov A. A., Moshnikov V. A., Bobkov A. A., Mazing D. S., Ryabko A. A., Levkevich E. A., Semenova A. A. Synthesis and Study of Zinc Oxide Layers Sensitized by Colloidal Nanocrystals //2019 IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics (EExPolytech). – IEEE, 2019. – С. 223-225.
8. Jun Zhang, Sun, Yin, Su, Liao and Yan. Control of ZnO Morphology via a Simple Solution Route. //Chem. Mater. – 2002. – V.14. – P. 4172-4177.
9. Yamabi S., Imai H. Growth conditions for wurtzite zinc oxide films in aqueous solutions //Journal of materials chemistry. – 2002. – Т. 12. – №. 12. – С. 3773- 3778.
10. Semenova A. A. et al. Cys-modified zinc oxide 1D-nanostructures formation for gas sensors application //EAI Endorsed Transactions on Energy Web. – 2019. – Т. 6. – №. 22.
11. Kisch H. Semiconductor photocatalysis—mechanistic and synthetic aspects//Angewandte Chemie International Edition. – 2013. – Т. 52. – №. 3. – С. 812-847.
12. Karpova S. S. et al. Study of the effect of the acid-base surface properties of ZnO, Fe 2 O 3 and ZnFe 2 O 4 oxides on their gas sensitivity to ethanol vapor //Semiconductors. – 2013. – Т. 47. – №. 8. – С. 1026-1030.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ФУЛЛЕРЕНОВЫХ НАНОПЛЕНОК

И. Е. Ануфриев[1], К. А. Гаврилов[1], В. В. Кривицкий[1], Ю.М. Спивак[1], В.И. Герасимов[2]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И.Ульянова (Ленина)*

[2]*Санкт-Петербургский политехнический университет им. Петра Великого (СПбПУ)*

Аннотация. Исследованы локальные электрофизические свойства электроформованных зёрен фуллереновых наноплёнок, изготовленных по технологии термовакуумного напыления (подложка КДБ-1).

Ключевые слова: Фуллерен, спектроскопия импеданса, емкостные характеристики, вакуумное напыление, индий-галиевый анод, нанопленки, суперконденсатор.

В настоящее время наноматериалы вызывают большой интерес со стороны промышленности, медицины и электроники. Эти области нуждаются в приборах все меньших размеров и в тоже время обладающих лучшими свойствами, чем их нынешние аналоги. Один из перспективных представителей таких материалов, фуллерен, известен с 80-ых годов прошлого столетия, но до сих пор представляет интерес для исследования. Получение чистого (99,999%) фуллерена является дорогой, сложной и наукоемкой задачей. Самый эффективный на данным момент способ получения - синтез фуллерена из спектрально чистых графитовых стержней с помощью дугового разряда. Скорее всего, в дальнейшем процесс получения упростится, а объемы производства увеличатся. Сейчас фуллерены чаще всего используются в области эмиссионной электроники, фармакологии и медицины [1-3], но в данной работе изучаются электрические свойства твердой модификации фуллеренов (фуллерит), а именно нанопленки фуллерита С60. В ходе наших исследований было установлено, что фуллереновая пленка локально проявляет аномальные электрофизические свойства (зависимость емкости от напряжения). Благодаря этому эффекту становится возможным создание суперконденсатора, применимого в области электротехники в качестве достойного конкурента ионисторам. Для использования эффекта в этих целях необходимо определить оптимальный режим работы фуллерита для достижения максимальной эффективности по накоплению заряда, выявить преимущества и недостатки конденсатора из этого материала.

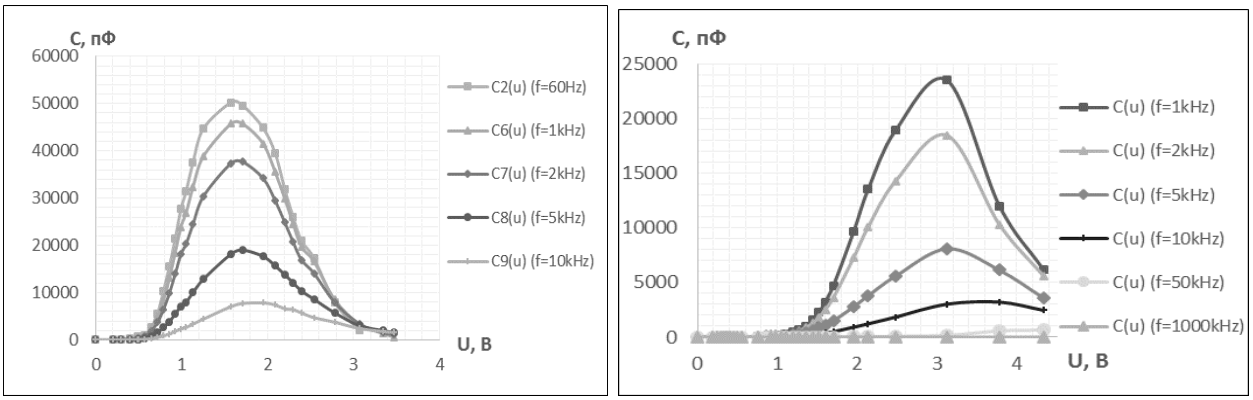
В связи с этим целью данной работы является исследование аномальных емкостных свойств фуллереновых нанопленок под воздействием переменного напряжения различной частоты.

В данной работе исследовались образцы фуллереновых плёнок, полученных методом вакуумного напыления на подложку КДБ-1. Толщина такой пленки составляет 200 (нм). Снимались показания емкости и тангенса угла диэлектрических потерь. Исследования электрофизических свойств наноплёнок фуллерита проводились при помощи изучения зависимости ёмкости от напряжения и тангенса угла диэлектрических потерь от частоты. Измерения проводились при помощи прибора «Измеритель иммитанса Е7-20» и мультиметра.

В качестве анода выступает индий-галлиевый эвтектический сплав, который вытягивается в иглу и точечно контактирует с фуллереновой плёнкой. В свою очередь

КДБ-1 контактирует с никелевой пластиной, обработанной индий-галлиевой эвтектикой, что позволяет считать контакты омическими. При помощи прибора Е7-20 на образец подается входное напряжение различных частот (в диапазоне от 25 Гц до 1 МГц); напряжение определяется с помощью мультиметра. Фуллереновая плёнка, а точнее фуллерит, из которого она состоит, считается поликристаллической структурой [1], однако в работе исследовались электрофизические свойства не всей структуры в целом, а лишь локальных «активных» кластеров.

Для получения «активного» кластера необходимо провести процесс электроформовки. Электроформовка заключается в подаче на контакт анод/фуллерен нарастающего напряжения частоты 1 кГц, до момента утраты фуллереном в месте контакта, электрической прочности (Измеритель иммитанса (RLC) Е7-20). После этого напряжение уменьшается до нуля, и отформованный кластер готов к измерениям. Такая технологическая обработки плёнки позволяет добиться возникновения аномальной зависимости емкости от напряжения (рис. 1). В ходе выполненной работы было проведено пять лабораторных измерений, в которых наблюдались зависимости, подобные приведенным на рис. 1.



а) б)

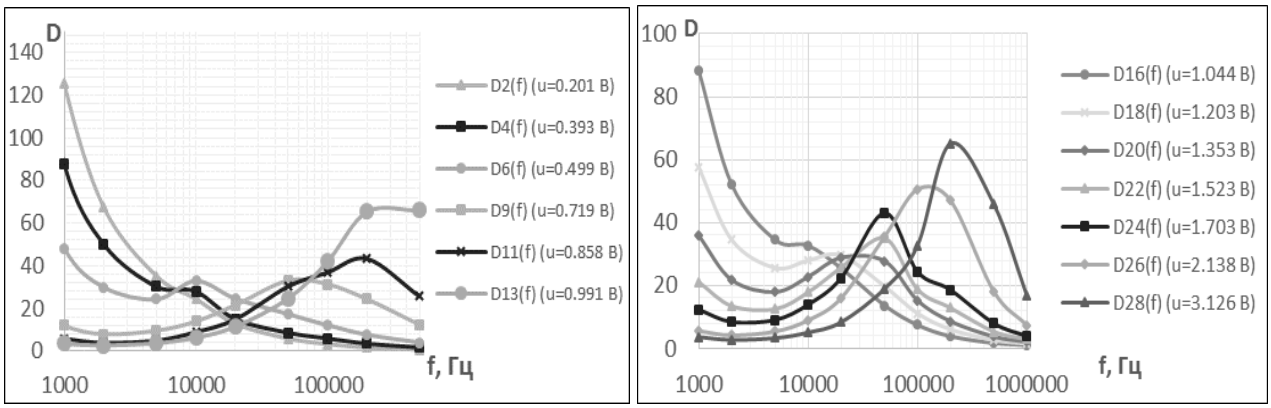
Рис. 1. Зависимость емкости от напряжения на фуллереновой наноплёнке.

На графиках представлены зависимости ёмкости от напряжения при изменении частоты напряжения в диапазоне от 25 Гц до 1 МГц. Эксперименты показали, что процесс обратим, то есть создается устойчивая зависимость как по мере увеличения напряжения (прямой ход регистрации), так и при уменьшении напряжения (обратный ход). На графике видна колоколообразная зависимость $C = f(U)$. Следует отметить, что ёмкость на определенном «пиковом» напряжении отличается от ёмкости при 0,2 В три порядка. Также можно заметить, что максимальное значение ёмкости уменьшается по мере увеличения частоты напряжения.

Обратимся к зависимости тангенса угла диэлектрических потерь от частоты.

На рис. 2 приведены зависимости тангенса угла потерь от частоты, в области напряжений ниже «пикового» (каждой кривой соответствует своё напряжение). Анализируя кривые (с учётом емкостной зависимости), можно заключить, что практический интерес представляет интервал частот от 2 кГц до 5 кГц, так как для повышенных (в рамках эксперимента) напряжений, в этом интервале сохраняется свойство увеличения ёмкости на порядки, при низких диэлектрических потерях.

В заключении анализа зависимостей, приведенных выше, можно предположить, что емкостные характеристики фуллереновых зёрен связаны с протеканием двух конкурирующих физических процессов, связанных с накоплением и стеканием заряда. До некоторого напряжения фуллереновое зерно служит акцептором электронов (в силу высокой электроотрицательности фуллерена [1] и по предположению, высокой электроотрицательности фуллеренового кластера-зерна), заряд накапливается, ёмкость возрастает, при определённом напряжении электростатических сил зерна не хватает на удержание зарядов, происходит туннелирование электронов, (прыжковая проводимость). При дальнейшем увеличении напряжения начинает протекать ток порядка мА.



а) б)

Рис. 2. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь от частоты

Что касается практического применения фуллереновых пленок в качестве суперконденсаторов, основываясь на экспериментальных данных, можно сказать, что конденсаторы будут оптимально работать на частотах от 2 кГц до 5 кГц с минимальными диэлектрическими потерями.

Авторы выражают глубокую благодарность к.ф.-м.н. Бородзюле В.Ф. за предоставление образцов, помощь в проведении экспериментов и поучительные наставления, а также проф. Мошникову В.А. за полезную дискуссию при обсуждении полученных данных.

Список литературы

1. Фуллерены: Учебное пособие /Л.Н. Сидоров, М.А. Юровская, А.Я. Борщевский, И.В. Трушков, И.Н. Иоффе – М.: Издательство "Экзамен", 2005. — 688 с.

2. Graphene and porous silicon structures for novel nanoelectronic systems. Smerdov, R.S., Mustafaev, A.S., Spivak, Y.M., Moshnikov, V.A. 439-447 p. In book: Topical Issues of Rational Use of Natural Resources, February 2019. Ed. V. Litvinenko. Publisher: CRC Press/Balkema Schipholweg 107C, 2316 XC Leiden, The Netherlands. ISBN 978-0-367-02743-8.

3. Nanostructured porous silicon and graphene-based materials for PETE electrode synthesys . Smerdov, R.S., Mustafaev, A.S., Soukhomlinov, V.S., Spivak, Y.M., Moshnikov, V.A. // Proc. 2019 IEEE Conf. of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering, ElConRus 2019. 8657196, p. 786-790

НОВЫЕ КОМПОЗИТЫ В ПРОИЗВОДСТВЕ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫЕ В УСЛОВИЯХ МИКРОВОЛНОВОЙ АКТИВАЦИИ

А.Х. Жакина, О.В. Арнт, Е.П. Василец

ТОО «Институт органического синтеза и углехимии РК»

Аннотация. Получены композиты из отхода угля в виде горелой породы и синтетического полимера – мочевиноформальдегидной смолы с использованием микроволнового воздействия. Изучены некоторые физико-механические и физико-химические характеристики полученных композитов. Отмечен положительный эффект влияния микроволновки на синтез и свойства полученных композитов.

Ключевые слова: горелая порода, мочевиноформальдегидная смола, микроволновка.

Работа выполнена по теме целевой программы BR05236438 при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан.

Одним из методов «Зеленой химии» является синтез в условиях микроволновой активации. Это новое, чрезвычайно бурно развивающееся направление в науке. Коммерческий интерес к этому направлению связан, прежде всего, с возможностью сокращения времени протекания химических реакций в десятки, сотни и даже десятки тысяч раз. В некоторых случаях, с нескольких суток до нескольких секунд [1-2].

Пополняется число примеров, когда в условиях микроволновой активации реализуются реакции, ранее считавшиеся не возможными. Объемный и безынерционный нагрев, более полное и более селективное протекание реакции, легкий контроль течения процесса, возможность проведения многих химических реакций без растворителя сделало этот метод привлекательным для промышленности.

На сегодняшний день карбамидоформальдегидные смолы являются важнейшим материалом в деревообрабатывающей промышленности. Благодаря своим отличным адгезионным свойствам, богатой сырьевой базе и низкой токсичности продукт нашел широкое применение. Однако процесс их получения сопровождается невысокой скоростью и большими затратами на энергию, по этой причине разработка технологии получения данных смол, их модификация углеотходами и получение под действием микроволнового излучения является актуальным [3-4].

Нами в предыдущих исследованиях уже отмечено, что сама исходная карбамидоформальдегидная смола относится к низковязким реакционноспособным олигомерам, при этом во время введения горелой породы достигается лучшее смачивание и более равномерное распределение породы в композиции, что способствует получению более качественной ячеистой структуры. Составляющие основу композиционного материала отход угледобычи горелая порода относится к высокодисперсным частицам, которые в процессе образования полимерного композита встраиваются в элементы ячеистой структуры, т.е. являются внутриструктурными, что должно привести к улучшению физико-механических характеристик, за счет армирования силовых элементов ячеистой структуры.

Известно, что микроволновое облучение способствует синтезу различных органических соединений, где химические реакции ускоряются из-за избирательного поглощения микроволн полярными молекулами. В рамках данного эксперимента по отношению к нестандартному подходу к органическим реакциям для быстрого, устойчивого и

эффективного синтеза использовался микроволновой метод синтеза. Микроволновый органический синтез привлек внимание в последние годы из-за повышенной скорости реакции, высоких выходов, высокой чистоты, легкости обработки после реакции и проведение реакции в экологически чистых условий по сравнению с традиционными способами нагрева [5].

Для синтеза новых композитов в строительной отрасли как уже говорилось, был задействован отход угля в виде горелой породы и синтетический полимер - мочевиноформальдегидная смола. После проведения синтеза композитов с карбамидоформальдегидной смолой в условиях воздействия микроволнового излучения и без его использования, полученные продукты реакции были подвергнуты сравнительному анализу. Проводились такие испытания как определение времени желатинизации, свободного формальдегида, массовой доли сухого остатка, условной вязкости (таблица 1).

Таблица 1

Физико-химические и физико-механические характеристики полученных композитов

Композит	Условная вязкость, сек	Время отвер-ждения, сек (20^oC, H_3PO_4)	Сухой остаток, %	Содержание сво-бодного формаль-дегида, %	Насыпная плотность, г/см^3
МФС	30	60	64,5	0,9	0,5
МФС (МВИ=1 мин)	30	55	66,0	0,8	0,52
ГП +МФС (1:1)	45	75	95,9	0,75	0,81
ГП +МФС (1:1; МВИ=1 мин)	40	70	96,5	0,72	0,84

Результаты физико-механических и физико-химических свойств были получены согласно стандартным методикам ГОСТ 14231-88 [6]. Наиболее оптимальное значение мощности, при которой процесс получения карбамидоформальдегидной смолы максимально эффективен для каждой стадии, было выявлено опытным путем и составило 70 Вт и не более 1 минуты. Такое значение мощности также является и наименее энергетически затратным по сравнению с другими устанавливаемыми мощностями. Особенно сильно проявляется разница в сравнении с затратами на проведение синтеза в условиях конвективного нагрева.

Насыпную плотность определяли по ГОСТ 19440-94, она характеризует количество порошка (сыпучего продукта), которое находится в свободном засыпанном состоянии в определенной единице объема. Она определяется отношением массы свободного засыпанного порошка к объему этого порошка. Зная насыпную плотность применяемых сыпучих материалов можно рассчитать их объем и соответственно площадь засыпки. В результате, качественные характеристики полученных композитов, полученных под воздействием микроволнового излучения, отличались от соответствующих характеристик, полученных без микроволнового способа нагрева.

Таким образом, химический синтез, проведенный при участии микроволнового излучения – уже давно известная технология, которая не перестает удивлять разнообразием свойств получаемых продуктов и результатами проводимых экспериментов. Применение микроволновой активации на производстве при правильном использовании поможет сделать человечеству огромный шаг вперед во многих отраслях промышленности и сэкономить огромное количество ресурсов. В ходе выполнения исследования был выполнен синтез карбамидоформальдегидных полимеров при участии микроволнового излучения, определены

оптимальные условия синтеза, изучены их физико-химические и физико-механические характеристики.

Список литературы

1. Мендаулетова А.Т., Ибраев М. К. Разработка технологий получения водорастворимых карбамидоформальдегидных смол с использованием микроволновой активации // Наука, техника и образование. - 2016. - №9(27). – С. 10-13.
2. Тальшинский Р.М., Третьяков В.Ф., Гюльмалиев Э.А. Химические аспекты развития технологии СВЧ. // История науки и техники. – 2016. – №3. – С. 33–38.
3. Бегунков О.И. Испытание жидких клеевых материалов: методические указания к лабораторной работе «Испытание карбамидоформальдегидной смолы». – М.: ХГТУ, 2002. – 28 с.
4. Кербер М.Л., Виноградов В.М., Головкин Г.С., Горбаткина Ю.А., Крыжановский В.Н., Халиулин В.И., Бупаков В.А. Полимерные композиционные материалы. Структура. Свойства. Технологии: учебное пособие. – СПб.: Профессия, 2008. – 560 с.
5. Sumitra Nain, Ruchi Singh, Subramanian Ravichandran. Importance of Microwave Heating in Organic Synthesis // Advanced Journal of Chemistry-Section A. – 2019.- № 2(2).- P. 94-104.
6. ГОСТ 14231–88. Смолы карбамидоформальдегидные.

ИССЛЕДОВАНИЕ СПЕКТРОВ ФОТОЛЮМИНИСЦЕНЦИИ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ И НИКЕЛЯ

В.П. Безверхний

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. С помощью методов электрохимического травления и импрегнации получены никельсодержащие слои пористого кремния. Исследуется влияние условий обработки пористого кремния никельсодержащим электролитом и удаления скин-слоя на спектр фотолюминесценции таких материалов.

Ключевые слова: композиционные материалы, пористый кремний, никель, фотолюминесценция

Цель работы.

В данной работе стоит задача получить композиты на основе пористого кремния и никеля при различных технологических условиях, исследовать спектры их фотолюминесценции и сравнить их с чистыми образцами кремния, а также изучить влияние скин-слоя на фотолюминесценцию.

Введение.

Пористый кремний и композиты на его основе находят широкое применение во многих областях науки и техники [7], благодаря своим качествам, в частности фотолюминесценции. Будучи к тому же нетоксичным, пористый кремний может применяться в медицине, как люминесцирующий маркер или для адресной доставки лекарств в организм. Модифицируя пористый кремний другими веществами, можно добиться изменения оптических свойств и усилить его фотолюминесценцию.

Композиты пористого кремния и никеля.

Для модификации пористого кремния в данной работе был выбран никель. Никель может изменять оптические свойства пористого кремния[3]. Вдобавок никель и его оксид имеют каталитические свойства и гораздо дешевле и распространеннее в природе благородных метал-

лов[2], а также, будучи ферромагнетиком, никель может быть использован для получения магнитных композитов[4].

Получение композитов por-Si-Ni.

Пористый кремний получен электрохимическим анодным растворением монокристаллического кремния марки КДБ-10 (111) в водно-спиртовом растворе фтороводорода[5].

Пористый кремний функционализировался методами импрегнации и электрохимического катодного осаждения никеля. Эти методы были выбраны как наиболее простые и производительные[6]. В обоих случаях был использован водно-спиртовой раствор хлорида никеля. В ходе импрегнации образцы находились в растворе заданное время и затем сушились на воздухе. Электрохимическое катодное осаждение проводилось в двухэлектродной химической ячейке, потенциал осаждения регулировался потенциостатом-гальваностатом Elins ПИ-50-Pro-3 (ООО «Элинс»). Скин-слой удалялся 20% раствором плавиковой кислоты в воде. Полные данные о получении образцов представлены в таблице 1.

Таблица № 1.

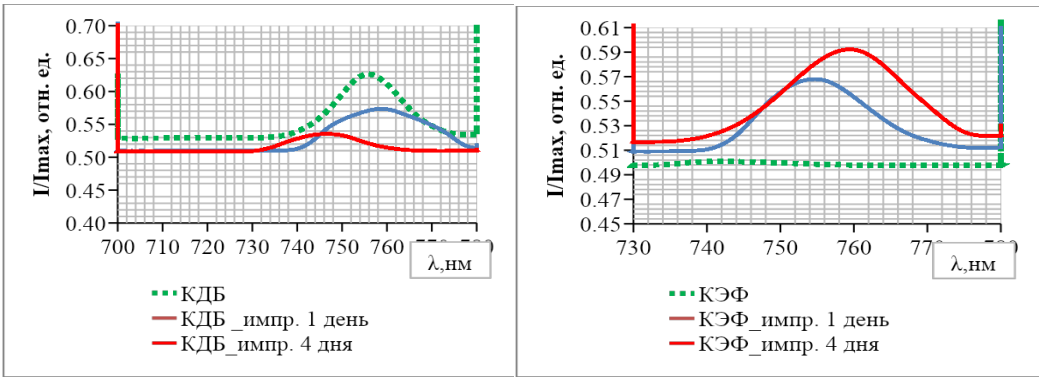
Параметры получения образцов пористого кремния, функционализированного никелем

<table>
<tr><th>№</th><th>Основа por-Si</th><th>Параметры травления Si</th><th>Метод осаждения Ni на por-Si</th><th>Параметры обработки</th><th>Время обработки</th></tr>
<tr><td>1</td><td rowspan="6">КЭФ-4,5 (111)</td><td rowspan="12">ЭХТ 20 мА/см^2, 10 мин.</td><td rowspan="3">ЭХО</td><td rowspan="3">0,8 В</td><td>5 имп. по 2 с.</td></tr>
<tr><td>2</td><td>20 имп. По 2 с.</td></tr>
<tr><td>3</td><td>100 имп. По 2 с.</td></tr>
<tr><td>4</td><td rowspan="2">Импрегнация</td><td>-</td><td>1 сутки</td></tr>
<tr><td>5</td><td>-</td><td>4 суток</td></tr>
<tr><td>6</td><td>ЭХО + снятие скин-слоя 20% HF, 2 мин</td><td>0,8 В</td><td>20 имп. По 2 с.</td></tr>
<tr><td>7</td><td rowspan="6">КДБ-10 (111)</td><td rowspan="3">ЭХО</td><td rowspan="3">1 мА</td><td>5 имп. по 2 с.</td></tr>
<tr><td>8</td><td>20 имп. По 2 с.</td></tr>
<tr><td>9</td><td>100 имп. По 2 с.</td></tr>
<tr><td>10</td><td rowspan="2">Импрегнация</td><td>-</td><td>1 сутки</td></tr>
<tr><td>11</td><td>-</td><td>4 суток</td></tr>
<tr><td>12</td><td>ЭХО + снятие скин-слоя 20% HF, 2 мин</td><td>1 мА</td><td>20 имп. По 2 с.</td></tr>
</table>

Исследование спектров фотолюминесценции полученных композитов

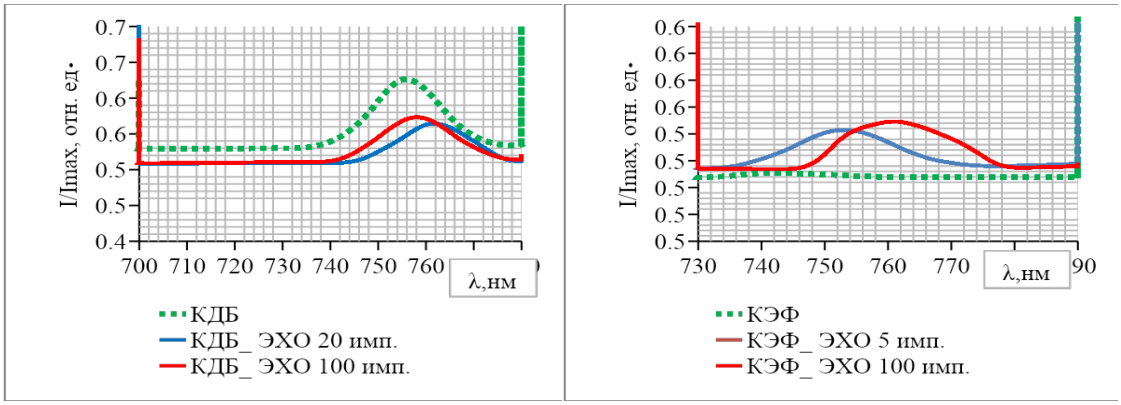
Для изучения фотолюминесценции в работе применялся монохроматор марки МДР-206, а для возбуждения – лазер на нитриде галлия (GaN), излучение которого находится в фиолетовой и ближней УФ спектральной области с длиной волны 400 нм.

Измерения проводились при температуре 21ºС, без использования охлаждения до сверхнизких температур.



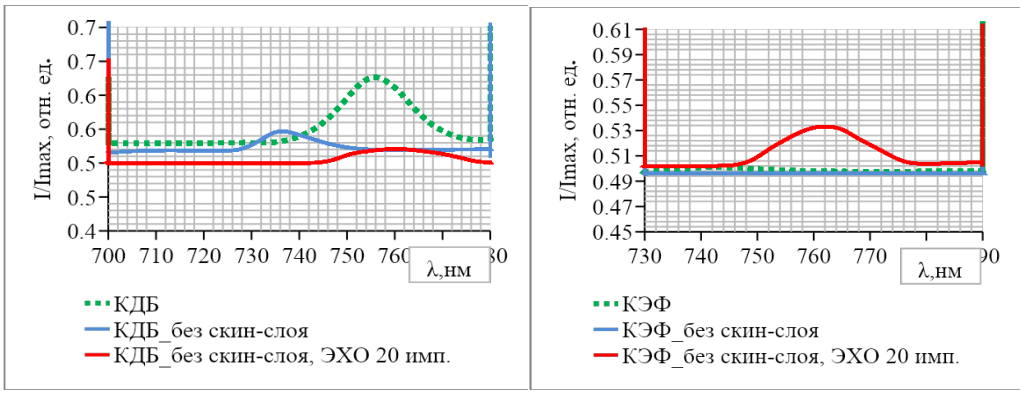
а) б)

Рис.1 Спектры фотолюминесценции а) por-Si (КДБ), por-Si-Ni (КДБ импр. 1 день) и por-Si-Ni (КДБ импр. 4 дня) б) por-Si (КЭФ), por-Si-Ni (КЭФ импр. 1 день) и por-Si-Ni (КЭФ импр. 4 дня)



а) б)

Рис.2 Спектры фотолюминесценции а) por-Si (КДБ), por-Si-Ni (КДБ ЭХО 20 импр.) и por-Si-Ni (КДБ ЭХО 100 им.) б) por-Si (КЭФ), por-Si-Ni (КЭФ ЭХО 5 импр.) и por-Si-Ni (КЭФ ЭХО 100 импр.)



а) б)

Рис.3 Спектры фотолюминесценции а) por-Si (КЭФ), por-Si-Ni (КЭФ ЭХО 5 импр.) и por-Si-Ni (КЭФ ЭХО 100 импр.). б) por-Si (КЭФ), por-Si-Ni (КЭФ ЭХО 5 импр.) и por-Si-Ni (КЭФ ЭХО 100 импр.)

Были получены спектры фотолюминесценции образцов por-Si марок КДБ-10 (111) и КЭФ-4,5 (111), таких же образцов со снятым скин-слоем и образцов por-Si-Ni, полученных из них разными методами при различных условиях. Полученные спектры представлены на

рисунках 1-6. Для наглядности спектр фотолюминесценции образца КЭФ-4,5 (111) представлен отдельно на рис. 7.

Выводы

Исходя из данных рисунков 1 – 6 видно, что por-Si и por-Si-Ni имеют два пика фотолюминесценции в районе длин волн 580-630 нм и 720-760 нм (около 2,05 эВ и 1,66 эВ). Замечено, что наличие никеля и его концентрация в порах сильно меняет фотолюминесцентные свойства por-Si. При этом на воздействие на марки КЭФ и КДБ оказывается различным.

Исходя из рисунка 1 видно, что увеличение времени импрегнации приводит к повышению концентрации никеля в порах. С увеличением времени импрегнации растет интенсивность фотолюминесценции образцов por-Si-Ni на основе КЭФ-4,5 (111). Увеличение времени импрегнации для por-Si-Ni (КДБ-10(111)) наоборот ведет к уменьшению интенсивности.

Результаты исследования для ЭХО отражены на рисунке 2. Из него видно, что поведение пиков при увеличении времени воздействия (числа импульсов) такое же, как и при импрегнации. Происходит увеличение интенсивности в случае КЭФ, а также смещение в длинноволновую область, и уменьшение интенсивности в случае КДБ тоже со смещением в длинноволновую область.

При рассмотрении образцов без скин-слоя на рис. 3 видно, что на por-Si и por-Si-Ni на основе КЭФ влияние не заметно. При рассмотрении образцов на основе КДБ заметно, что удаление приповерхностного слоя ведет к ухудшению фотолюминесценции и смещению в сторону коротких волн. И опять видно, что функционализация никелем смещает пик в сторону более длинных волн и уменьшает его интенсивность.

В конечном счете, видно важное значение именно приповерхностного скин-слоя для фотолюминесцентных свойств por-Si. Без него фотолюминесценция сильно ослабевает. Воздействие никелем противоположным образом проявляет себя в случае n- и p-типов образцов пористого кремния: усиливает фотолюминесценцию в p-типе и ослабляет в n-типе.

Список литературы

1. Handbook of porous silicon. Ed. by L. Canham // Springer International Publishing Switzerland. 2014. P. 1017.
2. Magnetically interacting low dimensional Ni-nanostructures within porous silicon. K.Rumpfa, P.Granitzera, G.Hilscherb, M.Albuc, P.Poelt // Microelectronic Engineering. 2012. Vol. 90. P. 83–87
3. Magnetic Characteristics of Ni-Filled Luminescent Porous Silicon // Front. Chem., 29 January 2019 | https://doi.org/10.3389/fchem.2019.00041
4. Magnetic interactions between metal nanostructures within porous silicon // Nanoscale Research Letters. 2014| https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-412
5. Наноструктурированные материалы. Особенности получения и диагностики. Ю.М. Спивак // Известия высших учебных заведений России. Радиоэлектроника. 2013. Т.9. С. 54-64.
6. Nanostructured Materials in Electrochemistry. Ed. by A.Eftekhari. // WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2008. P. 463.
7. Porous silicon with embedded metal oxides for gas sensing applications. Moshnikov V.A., Gracheva I., Lenshin A.S., Spivak Y.M., Anchkov M.G., Kuznetsov V.V., Olchowik J.M.// Journal of non-crystalline solids. 2012. Vol. 358. №3. P. 590-595.

СИНТЕЗ НАНОГЕКСАПОДОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДА ЦИНКА ГИДРОТЕРМАЛЬНЫМ МЕТОДОМ

А.А. Бобков

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

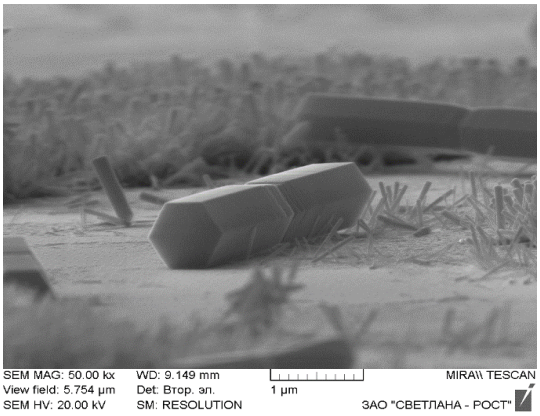
Аннотация. В статье рассматривается метод получения функциональных наноструктур на основе оксида цинка. В качестве метода использовался низкотемпературный гидротермальный синтез. Управление морфологией получаемых структур производилось на этапе зародышеобразования. Полученные структуры исследовались на газочувствительные свойства.

Ключевые слова: наностержни, наночастицы, оксид цинка, наногексапод

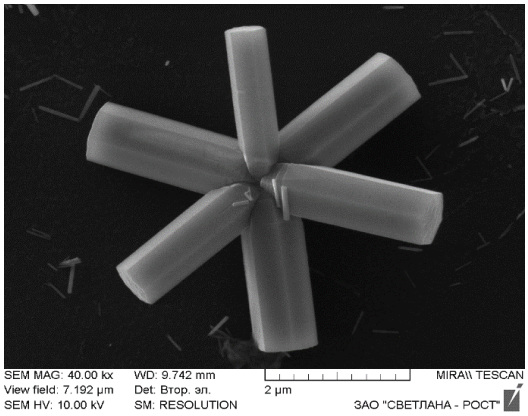
Современные тенденции науки и техники заключаются в использовании функциональных свойств наноматериалов для решения существующих задач, как в диагностике материалов [1-3], так и в непосредственном использовании их в качестве активных элементов электроники[4-5]. Одним из неизученных вопросов остается вопрос управления ростом нанообъектов, таких как ограненные наностержни оксида цинка, а также формированию систем на их основе, включая управления процессами нуклеации в растворе и на сформированном зародышевом слое.

Наиболее распространенным методом получения наностержней оксида цинка является гидротермальный синтез, являющийся экологически чистым и легко масштабируемым.

В данной работе представлены результаты по получению наногексаподов, состоящих из наностержней оксида цинка посредством контролируемого роста.



а)



б)

Рисунок 1. РЭМ-изображения наностержней оксида цинка в растворе: а) в процессе естественной нуклеации в объеме ростового раствора; б) при инжекции зародышевого раствора

Так, в работе был использован наиболее применяемый при синтезе коллоидных квантовых точек, метод инжекции, в процессе которого происходит резкий ввод в раствор, содержащий прекурсоры роста ККТ, начальных ядер роста [6-7]. Для этого, в водный ростовой раствор содержащий прекурсор цинка (нитрат цинка) и источник ОН-групп (гексаметилентетрамин) разогреты до 85° С вводились ранее созданные золь-гель методом нанокристаллы кубической формы. В качестве модели роста была использована физико-химическая модель, близкая к модели, описывающей образование тетраподов, в объеме пересыщенного раствора при росте наностержней на гранях тетраэдра при понижении

температуры из-за холодной инжекции. Отличие моделей в том, что в нашем случае рост происходит на гранях куба. Полученные таким методом структуры представлены на рисунке 1. Область практического использования таких новых нанообъектов может быть связана с пьезоэлектрическими свойствами наностержней. Также самоорганизационные структуры из систем ограненных наностержней представляют интерес для различных применений, таких как солнечные элементы, газочувствительные сенсоры нового поколения, включая мультисенорные системы с высокой селективностью и чувствительностью, наноактюаторы и др. [8-13]. Подробнее эти вопросы изложены в [14].

Список литературы

1. Мошников В.А., Спивак Ю.М. Атомно-силовая микроскопия для нанотехнологии и диагностики / Санкт-Петербург: СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2009. 80с.
2. Атомно-силовая микроскопия для исследования наноструктурированных материалов и приборных структур / Мошников В.А., Спивак Ю.М., Алексеев П.А., Пермяков Н.В. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2014. с. 144.
3. Новые наноматериалы. Синтез. Диагностика. Моделирование / Александрова О.А., Алешин А.Н., Белорус А.О., Бобков А.А., Гузь А.В., Кальнин А.А., Кононова И.Е., Левицкий В.С., Мазинг Д.С., Мараева Е.В., Матюшкин Л.Б., Москвин П.П., Мошников В.А., Муратова Е.Н., Налимова С.С., Пономарева А.А., Пронин И.А., Спивак Ю.М. // лабораторный практикум – Санкт-Петербург, 2015.
4. Формирование литографических рисунков ограненными микрочастицами оксида цинка на кремниевой подложке / А.А. Бобков, И.А. Пронин, В.А. Мошников, Н.Д. Якушова, А.А. Карманов, И.А. Аверин, П.А. Сомов, Е.И. Теруков // Письма в Журнал технической физики. 2018. Т. 44. № 15. С. 87-92.
5. Способ получения нанолитографических рисунков с кристаллической структурой со сверхразвитой поверхностью / Аверин И.А., Бобков А.А., Карманов А.А., Мошников В.А., Пронин И.А., Якушова Н.Д. // патент на изобретение RUS 2655651 12.07.2017
6. Цитотоксичность коллоидных квантовых точек cdse, znse:mn и их влияние на морфологию клеток /Дробинцева А.О., Матюшкин Л.Б., Александрова О.Аи др. //Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Физико-математические науки. 2015. № 3 (225). С. 86-95.
7. Синтез и характеризация коллоидных нанокристаллов тройных халькогенидных соединений / Мазинг Д.С., Шульга А.И., Матюшкин Л.Б., Александрова О.А., Мошников В.А. // Оптика и спектроскопия. – 2017. – Т. 122. – №. 1. – С. 122-125.
8. Наноструктурированные материалы на основе оксида цинка для гетероструктурных солнечных элементов / Бобков А.А., Максимов А.И., Мошников В.А., Сомов П.А., Теруков Е.И. // Физика и техника полупроводников. – 2015. – Т. 49. – №. 10. – С. 1402-1406.
9. Получение гетероструктурных оксидных композиций для перспективных солнечных элементов нового поколения / Бобков А.А., Лашкова Н.А., Максимов А.И., Мошников В.А., Налимова С.С. // Физика и техника полупроводников. – 2017. – Т. 51. – №. 1. – С. 63 -67.
10. Мошников В. А. и др. Нанолитографическая самосборка коллоидных наночастиц //Письма в Журнал технической физики. – 2016. – Т. 42. – №. 18. – С. 81-87.
11. Bobkov A. et al. The Multisensor Array Based on Grown-On-Chip Zinc Oxide Nanorod Network for Selective Discrimination of Alcohol Vapors at Sub-ppm Range //Sensors. – 2019. – Т. 19. – №. 19. – С. 4265.
12. Синтез и исследование газочувствительных слоев ZNO/AGINS2 /Налимова С.С., Бобков А.А., Мазинг Д.С. и др./ В сб.: Системы обеспечения техносферной безопасности Материалы VI Всероссийской конференции и школы для молодых ученых (с международным участием). 2019. С. 131-132.
13. Наноструктурные оксидные материалы в современной микро-, нано- и оптоэлектронике / О. А. Александрова, А. А. Бобков, А. И. Максимов, Е. В. Мараева, Л. Б. Матюшкин, В. А. Мошников, . Н. Муратова, С. С. Налимова, А. А. Рябко, Ю. М. Спивак. // под ред. В. А. Мошникова, О. А. Александровой. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. 266 с.
14. Бобков А.А. физико-технологические основы управления функциональными свойствами газочувствительных сенсоров на основе наностержней оксида цинка. Автореферат на соиск. уч. ст. канд. техн. наук / Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В.И. Ульянова (Ленина). Санкт-Петербург, 2019

ПОЛУЧЕНИЕ FE- И ZN-СОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ФЕРРИТА ЦИНКА (II)

Я.А. Висурханова[1,2], Е.А. Соболева[2], Н.М. Иванова[2]

[1]*Карагандинский государственный университет им. Е.А. Букетова*

[2]*Институт Органического Синтеза и Углехимии РК, г. Караганда, Казахстан*

Аннотация: Fe- и Zn-содержащие композиты на основе феррита цинка (II) получены совместным соосаждением солей металлов в водном растворе без и с добавлением поливинилового спирта с дальнейшей термической обработкой при 500ºС, 700ºС и 900ºС. Их структурно-фазовые превращения в ходе термической обработки и электрохимического восстановления исследованы методами рентгенофазового анализа. Установлено, что термически обработанные образцы $ZnFe_2O_4$ (без полимера) не восстанавливаются в электрохимической системе и не обладают электрокаталитической активностью в электрогидрировании *n*-нитроанилина. Образцы $ZnFe_2O_4$, синтезированные в присутствии полимерного стабилизатора и обработанные при 700ºС и 900ºС, проявляют электрокаталитическую активность в исследуемом процессе за счёт формирования частиц железа и цинка в нуль-валентном состоянии в ходе электрохимического восстановления феррита цинка (II).

Ключевые слова: феррит цинка (II), поливиниловый спирт, метод соосаждения, термическое и электрохимическое восстановление, нуль-валентные частицы железа и цинка, электрокаталитическое гидрирование, n-нитроанилин

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан (научно-техническая программа № BR05236438).

Феррит цинка (II) $ZnFe_2O_4$ относится к магнитомягким материалам, для которых характерны такие свойства, как химическая стабильность, нетоксичность, механическая твёрдость, отличные электромагнитные характеристики, низкая коэрцитивная способность и умеренная намагниченность насыщения, что позволяет применять его в приборостроении, радиоэлектронике, электротехнической промышленности, в катализе и других отраслях науки и техники. Эти свойства зависят от химического состава и микроструктурных характеристик феррита цинка, в которых размер и форму частиц можно контролировать в процессе приготовления. В настоящее время существуют различные методики получения стабильных наноразмерных частиц ферритов, одним из перспективных путей синтеза можно назвать метод соосаждения [1]. Для стабилизации и уменьшения агломерации образующихся частиц $ZnFe_2O_4$ в процессе синтеза вводят полимерные добавки, например, поливиниловый спирт (ПВС), поливинилпирролидон (ПВП) и полиэтиленгликоль (ПЭГ) [2]. В работе [3] нами установлено, что введение полимерного стабилизатора в среду соосаждения и частичное сохранение его в составе прекурсоров позволяет получить Fe- и Cu-содержащие композиты на основе феррита меди $CuFe_2O_4$, проявляющие электрокаталитическую активность в электрогидрировании ацетофенона, обусловленную осуществлением электрохимического восстановления катионов Fe(III) и Cu(II) из их феррита.

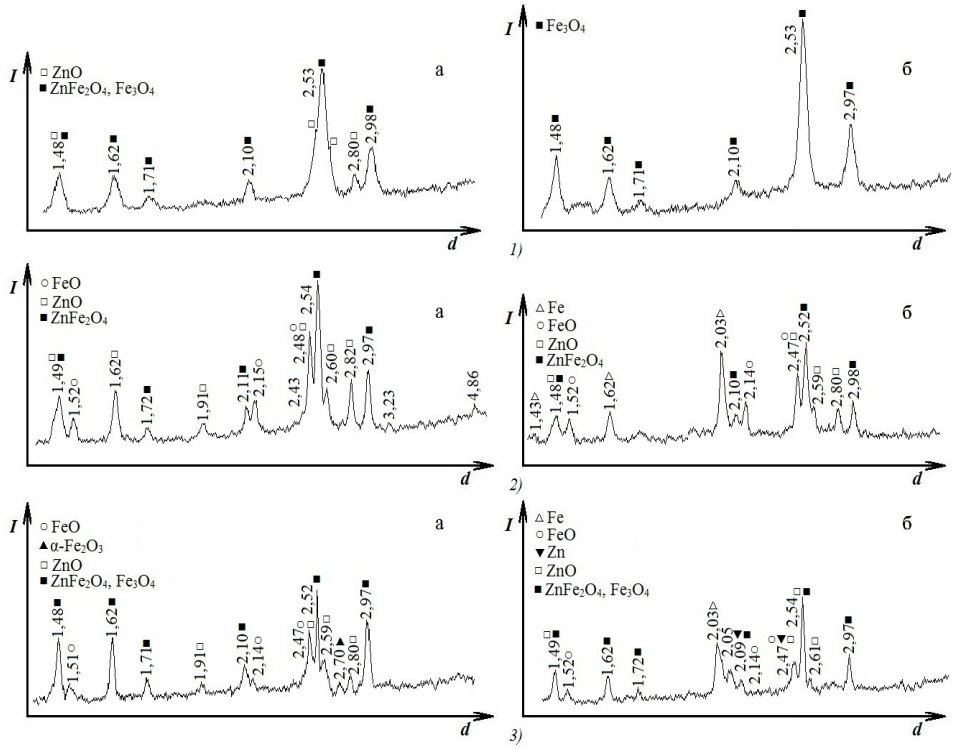
Целью данной работы является изучение возможности восстановления феррита цинка (II) в ходе термической обработки и в электрохимической системе, а также исследование электрокаталитических свойств формирующихся Fe-Zn-композитов в электрогидрировании *n*-нитроанилина (*n*-НА).

Феррит цинка (II) был синтезирован методом соосаждения из водных растворов нитрата цинка (II) и хлорида железа (III) (в соотношении 1:2) без и с добавлением ПВС с помощью гидроксида натрия. Полученный осадок фильтровали и промывали горячей дистиллированной водой, а в случае с полимером – дистиллированной водой комнатной

температуры. Сушили при 80ºС до постоянной массы. Высушенные темно-коричневые порошки подвергали термической обработке (ТО) при 500^0С, 700^0С и 900^0С в течение 2 часов в корундовых тиглях при закрытой крышке. Полученные после термической обработки образцы феррита цинка (II) измельчали на мельнице Tube Mill control.

Электрохимическое восстановление проводили в водно-щелочной среде католита при силе тока 1,5 А и температуре 30ºС и нанесении образцов феррита цинка (1 г) на поверхность медного катода (анод – Pt-сетка). Электрокаталитические свойства восстановленных ферритов металлов были исследованы в электрогидрировании *п*-НА, продуктом которого является *п*-фенилендиамин, имеющий широкое практическое применение.

Фазовые составы полученных Fe- и Zn-содержащих композитов на основе феррита цинка (II) были изучены методом рентгенофазового анализа (РФА) до и после их электрохимического восстановления и применения в электрогидрировании *п*-НА в качестве электрокатализаторов. По результатам РФА было установлено, что в составе термически обработанных образцов $ZnFe_2O_4$ (без полимера) присутствуют кристал-лические фазы только феррита цинка (II), кристалличность которых увеличивается с повышением температуры термической обработки. В фазовых составах образцов $ZnFe_2O_4$ после попыток их электрохимического восстановления никаких изменений не происходит, и эти образцы не проявляют электрокаталитических свойств в исследуемом процессе.



1) 500ºС; 2) 700ºС; 3) 900ºС.

Рис. 1. Рентгенограммы композитов $ZnFe_2O_4$+ПВС до (а) и после (б) гидрирования п-НА

Согласно РФ-анализам, получение феррита цинка (II) в присутствии ПВС и его дальнейшая термическая обработка оказывает заметное влияние на фазовые составы формирующихся Fe- и Zn-содержащих композитов. Образцы $ZnFe_2O_4$+ПВС, выдержанные при 500ºС, содержат в своих составах кристаллические фазы феррита и оксида цинка (II), как видно на рисунке 1, *1а*. После применения этого образца в электрогидрировании *п*-НА в составе остаются только кристаллические фазы феррита цинка (II) (рисунок 1, *1б*).

Рентгенограммы образцов $ZnFe_2O_4$+ПВС, термически обработанных при 700ºС и 900ºС, похожи между собой и содержат кристаллические фазы феррита цинка (возможно, и Fe_3O_4), оксида цинка и в небольших количествах оксида железа (II) (FeO) (рисунок 1, *2а* и *3а*). В составе образца $ZnFe_2O_4$+ПВС (900ºС) (рисунок 1, *3а*) присутствуют также в малом количестве кристаллические фазы α-Fe_2O_3 (гематита) с соответствующими пиками невысокой интенсивности, которых нет в составе образца $ZnFe_2O_4$+ПВС (700ºС) (рисунок 1, *2а*). После электрохимического восстановления образца $ZnFe_2O_4$+ПВС (700ºС) и применения его в электрогидрировании *п*-НА в его составе присутствует магнетит (с возможным остаточным количеством феррита цинка), оксиды цинка и железа, и появляются кристаллические фазы металлического железа (Fe^0) (рисунок 1, *2б*).

Особенностью образца $ZnFe_2O_4$+ПВС (900ºС) после электрохимических экспериментов является появление в его составе кристаллических фаз не только металлического железа (Fe^0), но и цинка (Zn^0) (рисунок 1, *3б*). Согласно относительным интенсивностям их пиков, железа образуется больше, чем цинка. Очевидно, что под действием тока на катоде происходит электрохимическое восстановление катионов железа и цинка из феррита цинка $ZnFe_2O_4$, а также из их оксидов (ZnO, FeO), образующихся в ходе термической обработки.

Таблица 1

Электрокаталитическое гидрирование *п*-НА на восстановленных образцах феррита цинка

Образец феррита цинка	Содержание металлов в 1 г образца феррита, г		Электрохимическое восстановление ферритов		Электрокаталитическое гидрирование *п*-НА		
	Fe	Zn	τ, мин	V_{H2}, мл	W, мл H_2/мин (α = 0,25)	η, %	α, %
Cu-катод	-	-	-	-	6,6	63,5	86,7
$ZnFe_2O_4$ (500^{0}C)	0,469	0,276	20	11,4	2,6	25,8	75,2
$ZnFe_2O_4$ (700^{0}C)	0,481	0,282	10	4,3	0,0	0,0	0,0
$ZnFe_2O_4$ (900^{0}C)	0,503	0,296	10	4,3	0,0	0,0	0,0
$ZnFe_2O_4$ + ПВС (500^{0}C)	0,442	0,259	20	8,7	6,1	58,3	84,1
$ZnFe_2O_4$ + ПВС (700^{0}C)	0,506	0,297	90	81,3	8,5	72,2	100,0
$ZnFe_2O_4$ + ПВС (900^{0}C)	0,438	0,257	80	86,4	7,5	72,2	100,0

В таблице 1 представлены данные по содержанию железа и цинка в 1 г синтезированных образцов феррита цинка (II) и результаты по электрокаталитическому гидрированию *п*-НА с их применением.

Здесь же, для сравнения приведены результаты электрохимического восстановления *п*-НА на Cu-катоде, которое проходит со сравнительно высокой скоростью и степенью превращения гидрируемого вещества, не превышающей 63,5%. Осуществление стадии электрохимического восстановления образцов феррита цинка (II) можно контролировать по объёмам поглощённого водорода (V_{H2}).

Согласно данным таблицы 1, образцы $ZnFe_2O_4$, полученные без участия полимеров и термически обработанные, практически не поглощают водород на первой стадии, т.е. электрохимически не восстанавливаются. И как видно из приведённых данных, эти образцы оказались электрокаталитически неактивными в электрогидрировании *п*-НА.

Как было установлено выполненными РФ-анализами, в составе образцов $ZnFe_2O_4$ + ПВС образуются оксиды железа и цинка в ходе термической обработки под действием продуктов распада полимера, а в электрохимической системе происходит восстановление катионов железа и цинка (рисунки 1). По объёмам поглощённого водорода, приведённым в таблице 1, видно, что электрохимическое восстановление претерпевают только образцы $ZnFe_2O_4$+ПВС с термической обработкой при 700ºС и 900ºС.

В образце $ZnFe_2O_4$+ПВС (700ºС) электрохимически восстанавливаются катионы железа, а в образце $ZnFe_2O_4$+ПВС (900ºС) – восстановлению подвергаются катионы обоих металлов с образованием Fe^0 и Zn^0, причем $Fe^0 > Zn^0$. Образующиеся Fe- и Zn-содержащие композиты проявляют электрокаталитическую активностью в электрогидрировании *n*-НА. Как следует из данных таблицы 1, скорость гидрирования *n*-НА на образцах $ZnFe_2O_4$+ПВС возрастает до 7,5-8,5 мл H_2/мин по сравнению с его электрохимическим восстановлением (6,6 мл H_2/мин), степень превращения *n*-НА (α) достигает максимальных значений.

Таким образом, методом соосаждения без и с введением водорастворимого полимера ПВС и последующей термической обработкой синтезированы образцы феррита цинка $ZnFe_2O_4$. Методами РФА установлено, что на фазовые составы формирующихся Fe-Zn-композитов оказывает влияние присутствие ПВС (его остаточные количества после промывания осаждённых прекурсоров) и температура термической обработки образцов $ZnFe_2O_4$+ПВС. Выполненными экспериментами установлено, что образцы феррита цинка (II) (без полимера), термически обработанные при трёх температурах, не восстанавливаются и не проявляют электрокаталитическую активность в электро-гидрировании *n*-НА.

В свою очередь, образцы феррита цинка, синтезированные в присутствии ПВС и термически обработанные, восстанавливаются в электрохимической системе, и образующиеся Fe- и Zn-содержащие композиты обладают электро-каталитической активностью в электрогидрировании *n*-НА.

Список литературы

1.Chithra M., Anumol C. N., Sahu B. Sahoo S.C. Magnetic properties of Zn-ferrite nanoparticles prepared by sol-gel and co-precipitation methods // Materials Research Express. – 2019. – Vol. 6, № 12. – P. 2-19.

2.Aisida S.O., Akpa P.A., Ahmad I., Maaza M., Fabian I. Ezema F.I. Influence of PVA, PVP and PEG doping on the optical, structural, morphological and magnetic properties of zinc ferrite nanoparticles produced by thermal method // Physica B: Condensed Matter. - 2019. – Vol. 571. – P. 130–136.

3.Иванова Н.М., Соболева Е.А., Висурханова Я.А., Мулдахметов З. Электрохимическое получение Fe-Cu-композитов на основе феррита меди (II) и их электрокаталитические свойства // Электрохимия. – 2020 (в печати).

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ СОПОЛИМЕРА ПОЛИЛАКТИД-СО-ГЛИКОЛИД, ИММОБИЛИЗОВАННЫХ ИЗОНИАЗИДОМ

А.Р. Галиева, Е.М. Тажбаев, Т.С. Жумагалиева

Карагандинский государственный университет имени академика Е.А. Букетова

Аннотация. Рассмотрены некоторые аспекты синтеза наночастиц полилактидгликолида, иммобилизованных противотуберкулезным препаратом Изониазидом. Физико-химические характеристики наночастиц полилактидгликолида, содержащих лекарство, определяли методом фотонной корреляционной спектроскопии. Установлено, что синтезированные частицы имеют малый размер и достаточно узкое распределение, что удовлетворяет требованиям полимерных носителей лекарственных препаратов.

Ключевые слова: сополимер полилактидгликолид, изониазид, наночастицы, противотуберкулезный препарат.

В настоящее время лечение туберкулеза является одной из актуальных проблем современной медицины. Существуют проблемы при химиотерапии туберкулеза, такие как как нелокализованная доставка лекарств, высокая доза и частота приема, а также побочные эффекты терапии. Для решения этих проблем синтезируют наночастицы (НЧ) полимеров с противотуберкулезными препаратами (ПТП).

Среди используемых для получения НЧ полимеров особый интерес представляют сополимеры полилактидгликолида (PLGA). НЧ из данного вида полимеров эффективно сорбируют различные ЛВ, быстро биодеградируют, высвобождая ЛВ, обладают низкой токсичностью и хорошо выводятся из организма. Они также способны образовывать устойчивые коллоидные системы, пригодные для парентерального введения. Нам было интересно создание наночастиц на основе сополимеров полилактидгликолида с ПТП, как изониазид. Изониазид является одним из наиболее активных современных антибактериальных препаратов I группы ПТП.

Целью данной работы является разработка получения изониазида, иммобилизованного на НЧ из сополимеров полилактидгликолида для повышения его эффективности, снижения выраженности побочных эффектов, а также обеспечения пролонгированного действия ЛВ.

Синтез НЧ сополимера полилактидгликолида иммобилизованных изониазидом осуществляли по методике предложенный в [1]. В емкость были последовательно добавлены изониазид, PLGA 50/50, D-маннит, твин 80 и ДМСО. Смесь перемешивали и нагревали до 50-60 °С в течение 15-20 мин до полного растворения твердой фазы, после чего охлаждали до комнатной температуры за 20-30 мин.

Физико-химические характеристики НЧ полилактидгликолида, содержащих лекарство, определяли методом фотонной корреляционной спектроскопии (ФКС). Из испытуемого образца приготавливали суспензию и подвергали ультразвуковому воздействию в течение 2 мин с помощью ультразвуковой ванны. Результаты по размеру частиц и полидисперсности полимерных НЧ приведены на рисунке 1.

Из рисунка 1 видно, что синтезированные частицы имеют малый размер (283,3) и достаточно узкое распределение (PDI 0,492), а доля частиц нанометрического размера составляет практически 92%, что удовлетворяет требованиям полимерных носителей лекарственных препаратов.

			Size (d.n...	% Intensity	Width (d.n...
Z-Average (d.nm):	283,3	Peak 1:	269,5	91,7	74,91
PdI:	0,492	Peak 2:	60,73	8,3	11,12
Intercept:	0,972	Peak 3:	0,000	0,0	0,000
Result quality	Good				

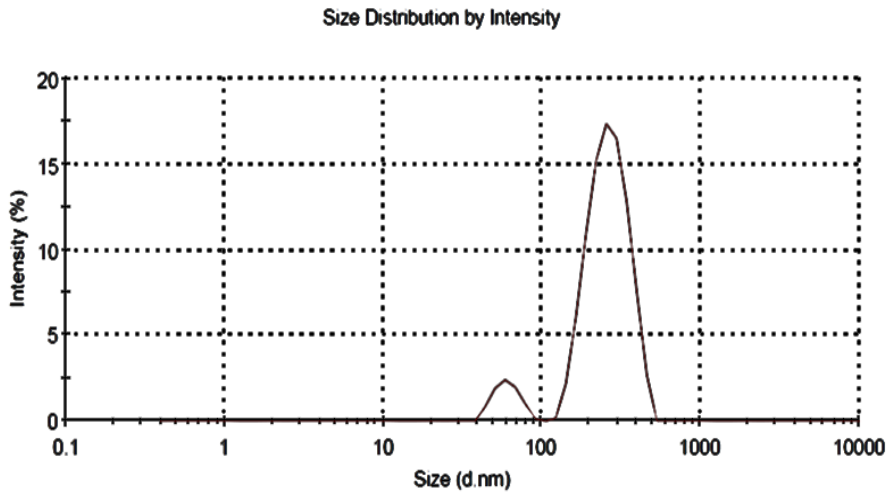


Рис. 1 - Размер НЧ полилактидгликолида иммобилизованных изониазидом

Таким образом, в работе показана возможность включения в полимерные носители лекарственного препарата непосредственно на стадии синтеза полимерных НЧ. Полученные наночастицы имеют удовлетворительные физико-химические характеристики, о чем свидетельствуют данные ФКС. При разбавлении полученной ЛФ водой образуется устойчивая опалесцирующая суспензия. Возможность разбавления средств водой может быть использована для регулировки дозирования препаратов в зависимости от индивидуальных особенностей больного.

Список литературы:

1. Северин Е.С., Крюков Л.Н., Зыкова И.Е., Барсегяян Г.Г., Воронцов Е.А., Кузнецов С.Л., Помазкова Т.А., Гуманов С.Г. Лекарственное средство на основе D-циклосерина, препарат пролонгированного действия, содержащий наночастицы, способего получения. Патент РФ № 2318513, 2008.

ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ КАК МАТЕРИАЛ ДЛЯ БИОСЕНСОРА ГЛЮКОЗЫ

К.А. Ганичкина, Н.В. Латухина

Самарский национальный исследовательский университет имени С.П. Королева, кафедра физики твердого тела и неравновесных систем

Аннотация. Одним из перспективных наноматериалов биомедицинского направления для разнообразных применений является пористый кремний, который представляет собой систему нанокристаллов различных размеров и формы, а также нанокомпозиты пористого кремния с различными биологическими и неорганическими веществами. Было проведено исследование поверхностей и сколов образцов пористого кремния и нанокомпозитов ПК+глюкоза + H_2O, ПК+глюкоза+слеза натуральная методами оптической и электронной микроскопии. Состав образцов исследовался методом ИК-спектроскопии. Исследования проводились на ФСМ 2201 с помощью приставки диффузного отражения.

Ключевые слова: пористый кремний, глюкоза, нанокомпозит, биосенсор, ИК-спектроскопия.

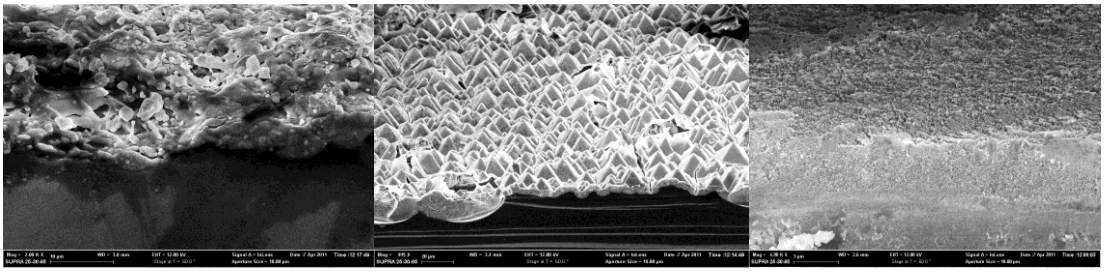
Будущее медицины заключается в увеличении точности диагноза и дозы препаратов. Биосенсоры на основе наноматериалов открывают широкие возможности получения информации намного быстрее, проще и дешевле, чем это происходит с помощью традиционного анализа. Перспективным материалом для создания биодатчика является пористый кремний. Наличие большого числа пор позволяет использовать его для создания различных нанокомпозитов. Этот материал обладает биосовместимостью, при этом продукты растворения пористого кремния нетоксичны [1 - 4].

Задача работы заключается в определении возможности изготовления биоматериала для биодатчика, измеряющего уровень глюкозы в крови.

ПК является перспективной платформой для создания биосенсоров. Многообразие пор пористого кремния приводит к многообразию оптических, электрических и механических характеристик материала. Важной особенностью пористого кремния является высокая адсорбционная способность по отношению к биологическим и органическим молекулам. Адсорбция влияет на электронные свойства, изменение которых приводит к изменениям в типе и природе поверхностных активных центров [5]. Это свойство кремния уже используется в медицине для создания материалов, получивших название Biosilicon.

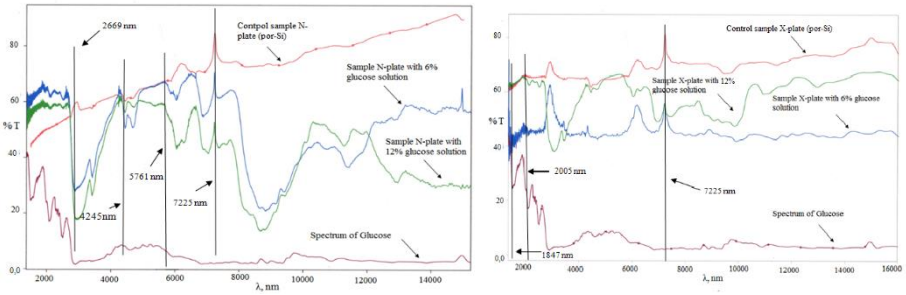
Учеными доказано, что уровень сахара в крови человека влияет на состав всех жидкостей тела – слюны, слезы, пота и т.д. А значит, его можно измерять по изменению состава этих жидкостей. В работе [2] изучена возможность создания мягких контактных линз для оценки уровня глюкозы в слезе, а также для оценки холестерина, ионов натрия и ионов калия. Таким образом, в статье сообщают о нетрадиционном подходе к изготовлению мягкой, умной контактной линзы с датчиками глюкозы, беспроводными цепями передачи энергии и отображением пикселей для визуализации чувствительных сигналов в реальном времени с использованием прозрачных и растягиваемых наноструктур. В данной работе изучались нанокомпозиты пористого кремния с раствором глюкозы в слезной жидкости. Слеза была приобретена в аптеке – препарат «Слезин». Для получения образцов пористого кремния использовался метод горизонтального электрохимического травления. Использовались пластины пористого кремния с тремя различными типами поверхности: шлифованной, текстурированной и полированной. На рис. 1 представлены изображения образцов пористого кремния, полученные с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ-изображения). Модифицирование поверхности материала приводит к различным величинам чувствительности к

адсорбируемым молекулам. Можно сделать вывод, что при правильном выборе параметров получения слоев можно получить максимальное значение чувствительности к глюкозе. Травление по глубине идет достаточно равномерно, образуя систему вертикальных параллельных пор глубиной в десятки микрометров. Глубина пор зависит от времени травления и плотности анодного тока.



а б в

Рисунок 1. РЭМ−изображения образцов пористого кремния, сформированных на шлифованной (а), текстурированной (б) и полированной (в) поверхности кремниевой пластины (вид сбоку под углом 45° к поверхности)



а б

Рисунок 2. (а) ИК спектры для N-пластинки со шлифованной поверхностью; (б) ИК спектры для X-пластинки с полированной поверхностью

Для создания нанокомпозитов с пористым кремнием использовались такие вещества, как водные растворы глюкозы и растворы глюкозы в слезной жидкости, т. к. рядом исследователей предлагается метод определения содержания сахара в крови человека по исследованию слез. Состав образцов исследовался методом ИК-спектроскопии [3].

На рисунках представлены сравнительные ИК-спектры, измеренные на спектрометре ФСМ-2201, для порошка глюкозы, контрольного образца пластинки, образцов с 6% и 12% водных растворов глюкозы на пористом кремнии (Рис.2). На рисунках красным цветом обозначены контрольные образцы со шлифованной (N) и полированной (X) поверхностями, синим цветом образцы с 6% раствором глюкозы, зеленым образцы с 12% раствором глюкозы, а розовым спектр порошка глюкозы.

На рис.3 представлены ИК-спектры нанокомпозитов с добавлением слезы (ПК+3% раствор глюкоза+слеза, ПК+6% раствор глюкоза+слеза, ПК+12% раствор глюкоза+слеза).

Из рисунков видно, что определенные полосы поглощения отвечают за кремний, а некоторые полосы за присутствие глюкозы в порах образцов. Особенно отчетливо видны полосы поглощения пористого кремния: пик 7225 нм, 4245 нм, 5761 нм. Полосы, отвечающие за наличие глюкозы можно наблюдать на 1847 нм, 2005 нм, 2669 нм.

Исследование ИК спектроскопией нанокомпозитов ПК + глюкоза показывает, что наличие глюкозы в порах заметно изменяет спектры пропускания всех типов образцов. На

спектрах видно, что у пористого кремния благодаря наличию глюкозы появляются новые полосы пропускания на 1847 нм, 2005 нм, 2669 нм.

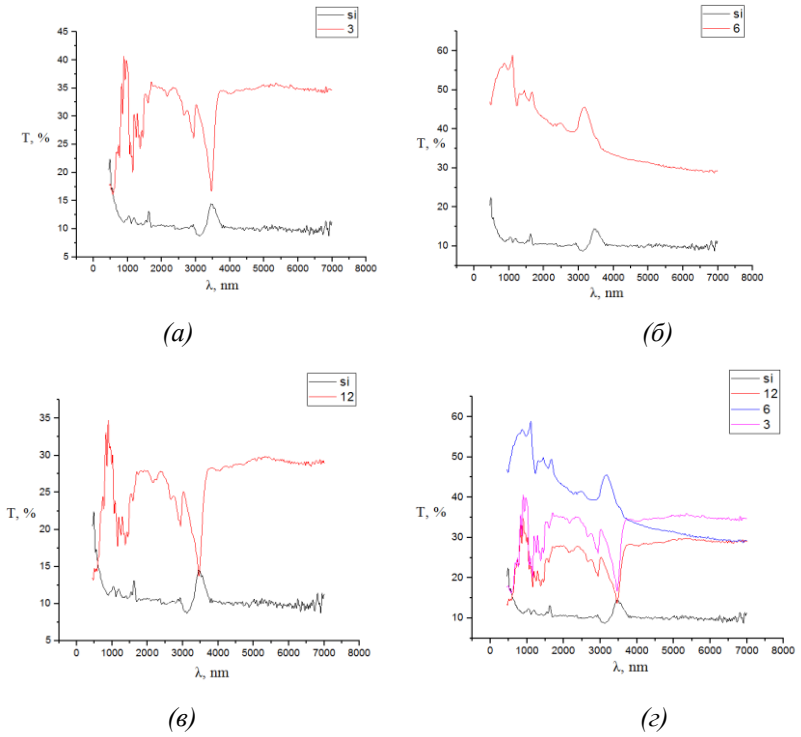


Рисунок 3. (а) ИК спектры для К-пластинки с текстурированной поверхностью и для пластинки с добавлением 3% раствора глюкозы+слеза; (б) ИК спектры для К-пластинки с текстурированной поверхностью и для пластинки с добавлением 6% раствора глюкозы+слеза; (в) ИК спектры для К-пластинки с текстурированной поверхностью и для пластинки с добавлением 12% раствора глюкозы+слеза; (г) ИК спектры для К-пластинки с текстурированной поверхностью и для пластинок с добавлением глюкозы разной концентрации+слеза (общий график).

Однако количественную оценку содержания глюкозы в растворе по ИК-спектрам сделать сложно, явной зависимости коэффициента пропускания от содержания глюкозы в растворе не прослеживается. Для разработки материала на основе ПК для использования в биосенсоре глюкозы, более подходящим методом оказывается электрический, где зависимость электрического сопротивления пористого кремния от содержания глюкозы в порах выражена более явно [6].

Список литературы

1. А.И.Гусев, Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. М., Физматлит, 2005;
2. Park J. et al. Soft, smart contact lenses with integrations of wireless circuits, glucose sensors, and displays //Science advances. – 2018. – Т. 4. – №. 1. – С. eaap9841.
3. Нанотехнологии в медицине. Реальность или пока только миф? URL: http://www.nanonewsnet.ru/blog/nikst/nanotekhnologii-v-meditsine-0.
4. Ксенофонтова О. И. и др. Пористый кремний и его применение в биологии и медицине / О.И. Ксенофонтова//Журнал технической физики. 2014. Т. 84. №. 1. С. 67-78.
5. Арбатова Н.Ю. Современные приборы для самоконтроля уровня сахара крови [Электронный ресурс] Режим доступа: https://www.lvrach.ru/2005/05/4532531/
6. K.A. Ganichkina, N.V. Latukhina: Electrical Properties of Porous Silicon as a Biosensor Material //Journal of Biomedical Photonics & Engineering VOL 6, NO 1 (2020) DOI: 10.18287/JBPE20.06.010306

ОСОБЕННОСТИ НАНО- И МИКРОСТРУКТУРИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЛЕНОК ХАЛЬКОГЕНИДОВ СВИНЦА ПРИ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКЕ ВБЛИЗИ ПОРОГА РАСПЫЛЕНИЯ

К.Е. Гусева, С.П. Зимин

Ярославский государственный университет им. П.Г. Демидова

Аннотация. Исследованы особенности нано- и микроструктурирования поверхности пленок халькогенидов свинца (PbSe, $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03), PbTe и PbS) в результате их плазменного распыления низкоэнергетичными ионами аргона (20-25 эВ). Процесс происходил в высокоплотной аргоновой плазме высокочастотного индукционного разряда низкого давления при характерных временах обработки в диапазоне 60 - 240 с. Результаты плазменной обработки оказались аналогичными для всех исследуемых пленок халькогенидов свинца: образование ансамбля металлических нано- и субмикронных полых структур на поверхности распыляемых пленок. Проведен сравнительный анализ полученных объектов для всех материалов, проанализированы изменения формы и размеров частиц в зависимости от времени обработки.

Ключевые слова: плазменное распыление, эпитаксиальные пленки, халькогениды свинца, электронная микроскопия.

Нано- и микроструктурированые поверхности на основе халькогенидов свинца PbX (X=Te, Se, S) имеют широкие возможности применения в устройствах альтернативной энергетики, системах оптоэлектроники и наноэлектроники, термоэлектрики, элементах биологии и медицины и т.д. [1]. Популярными методами получения таких систем являются методы плазменного наноструктурирования материалов, при которых энергии бомбардирующих ионов изменяются в диапазоне 200 эВ – 150 кэВ [2-4]. В настоящее время недостаточно изучены процессы модификации поверхности PbX при ионной бомбардировке вблизи порога распыления. В предыдущей работе [5] рассмотрено влияние ионного травления на структуру и рельеф поверхности эпитаксиальных пленок PbSe в условиях вблизи порога и описано образование субмикронных ограненных полых частиц Pb. Цель данной работы - продолжение исследований по плазменному распылению поверхностей пленок халькогенидов свинца низкоэнергетичными ионами аргона и проведение сравнительного анализа полученных поверхностей для всех материалов.

Исследования проводились на тонких плёнках халькогенидов свинца четырёх разных составов: три бинарных соединения (PbSe, PbTe, PbS) и одно тройное ($Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03)). Монокристаллические пленки PbSe, $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) и PbTe были получены методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках CaF_2/Si (111). Поликристаллические слои PbS с ориентацией (111) были сформированы на стеклянных подложках методом химического осаждения. Образцы были подвергнуты плазменной обработке в реакторе плотной плазмы высокочастотного (ВЧ) индукционного разряда низкого давления, конструкция которого описана в [2]. Параметры эксперимента следующие: ВЧ-мощность индуктора - 800 Вт, расход Ar - 10 ст. см^3/мин, рабочее давление – 0.07 Па, ВЧ-мощность смещения на электроде-подложкодержателе 0 Вт. При таком смещении средняя энергия ионов аргона была равна 20 - 25 эВ. Время обработки варьировалось в пределах 60-240 с. Морфология поверхности образцов исследовалась методом растровой электронной микроскопии на установке Supra 40 Carl Zeiss, а по данным, полученным в результате энергодисперсионного микроанализа на приставке INCA Energy Oxford Instruments, осуществлялось определение химического состава локальных областей.

В процессе плазменной обработки пленок халькогенидов свинца происходило распыление поверхности образцов, причем скорость распыления пленки селенида свинца являлась самой низкой в ряду исследуемых материалов и составила 0,5 нм/с. Образцы PbTe и $Pb_{1-x}Sn_xSe$ имели более высокие скорости равные 0,5-0,8 и 0,6-1 нм/с соответственно. Наибольшей скоростью распыления обладали поверхности пленок PbS и достигли значения 1,6 нм/с.

Плазменное распыление пленок халькогенидов свинца в течении 60 с показало схожую картину для всех обрабатываемых материалов: на поверхности пленок происходило образование ансамбля квазисферических наночастиц. Морфология поверхности пленок PbSe, PbTe, PbS и $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) после обработки показана на рис. 1, а в таблице 1 отражены количественные характеристики данных поверхностей.

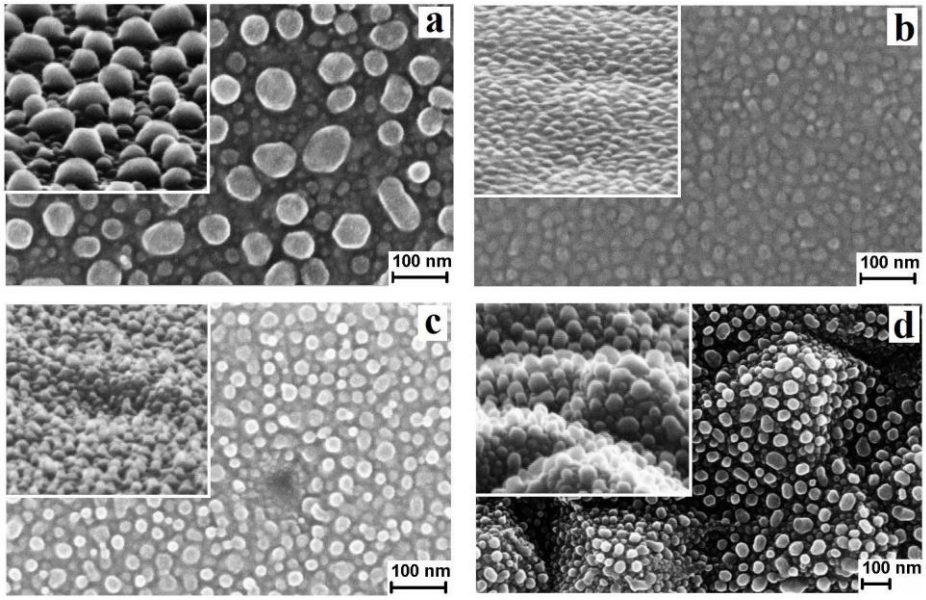


Рис. 1. Морфология поверхности пленок халькогенидов свинца после плазменной обработки в течение 60 с: a – PbSe; b - $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03); c – PbTe; d – PbS. Съемка проведена в двух ракурсах: вид сверху и при угле наклона 70° (вставка слева).

Таблица 1

Количественные характеристики наночастиц для пленок халькогенидов свинца после плазменной обработки в течение 60 с

Образец	Плотность, 10^{10} см$^{-2}$	Латеральные размеры структур, нм	Скорость роста частиц, нм / с
PbSe	3,9	5 - 115	1,92
$Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03)	18	10 - 40	0,67
PbTe	18	15 - 30	0,5
PbS	4,3	25 - 65	1,08

При увеличении длительности плазменного распыления образцов до 120 - 240 с произошло заметное увеличение латеральных размеров наноструктур до субмикронных одновременно с уменьшением их поверхностной плотности. Так, если для времени обработки 120 с (табл. 2) максимальный размер частиц достигал 300 нм для материала PbSe, 150 и 125 нм для пленок PbS и $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) соответственно и 60 нм для PbTe, то после

обработки образцов в течение 240 с размеры структур возросли до 950 нм для материала PbSe, 250 и 400 нм для PbS и $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) и 270 нм для PbTe.

Характер изменения морфологии поверхности образцов различных составов является аналогичным (рис.2).

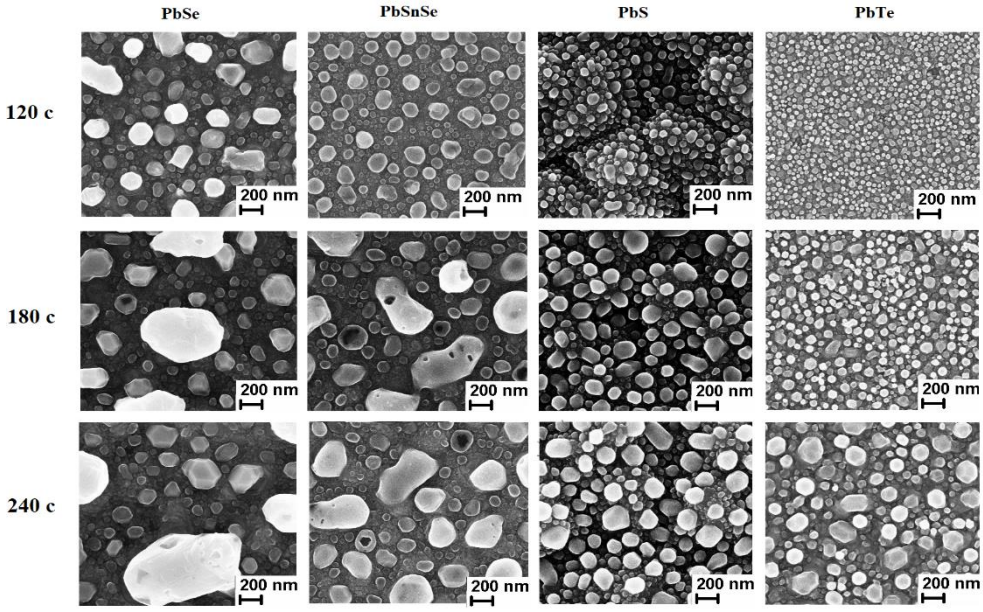


Рис.2. Динамика изменения морфологии поверхности образцов PbSe, $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03), PbS и PbTe в зависимости от времени обработки.

Таблица 2

Количественные характеристики структур на поверхности пленок PbSe, PbTe, PbS и $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) в зависимости от временного режима обработки

Образец	Время обработки, с	Плотность, 10^{10} см$^{-2}$	Латеральные размеры структур, нм
PbSe	120	1,1	25 - 300
	180	0,5	35 - 650
	240	0,6	35 - 950
$Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x=0,03)	120	3,7	20 - 150
	180	2,5	30 - 350
	240	1,1	30 - 400
PbTe	120	13	20 - 60
	180	3,6	20 - 130
	240	1,4	30 - 270
PbS	120	3,6	20 - 125
	180	1,9	25 - 210
	240	0,75	50 -250

Поверхностная плотность формирующихся частиц для материала PbSe при учете частиц всех размеров уменьшилась с $1,1*10^{10}$ см$^{-2}$ для 120 с распыления до $0,6*10^{10}$ см$^{-2}$ для 240 с обработки. Для пленки $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) значение плотности структур при аналогичных условиях понизилось с $3,7*10^{10}$ см$^{-2}$ (120 с) до $1,1*10^{10}$ см$^{-2}$ (240 с). Плотность структур для пленок PbS со значения $3,6*10^{10}$ см$^{-2}$ (120 с травления, оба материала)

уменьшилось до $0,75*10^{10}$ см$^{-2}$, а для теллурида свинца со значения $13*10^{10}$ см$^{-2}$ уменьшилась до $1,4*10^{10}$ см$^{-2}$ при травлении образцов в течение 240 с.

При более высокой длительности обработки (360 и 420 с) некоторые большие структуры приобрели кристаллографическую огранку в виде усеченного октаэдра, кроме того, замечено наличие полостей в объеме крупных образований. На рис. 3. приведено изображение полых и ограненных структур при больших временах обработки.

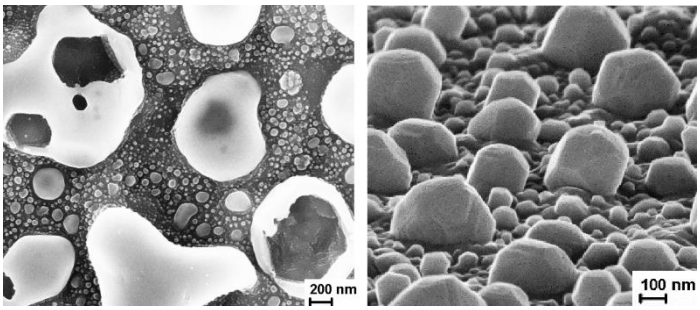


Рис. 3. Полые структуры, полученные после плазменной обработки пленки $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) в течение 360 с (слева) и ограненные частицы, образующиеся после распыления образца PbTe в течении 420 с.

EDX анализ поверхности показал, что поверхность пленок в результате плазменного распыления обогащается свинцом. Например, при времени обработки 240 с концентрация свинца на поверхности образца PbSe составила 93-96 ат. %, на поверхности $Pb_{1-x}Sn_xSe$ (x= 0,03) - 85 76 ат.%, PbTe - 76 ат. %, в то время как в исходном состоянии это число не превышало 50 ат.%. Таким образом, можно сделать вывод, что, полученные структуры являются полыми металлическими образованиями свинца с малым содержанием халькогена, причем поверхность пленки имеет значительную концентрацию металла.

Результаты данной работы позволяют говорить о едином характере модификации поверхности пленок халькогенидов свинца при обработке в плазме вблизи порога распыления. В докладе дополнительно анализируются теоретические модели, объясняющие количественные особенности в поведении различных материалов.

Выражаем благодарность Амирову И.И., Наумову В.В. и Мазалецкому Л.А. за помощь в проведении экспериментов и анализе полученных результатов. РЭМ-исследования проведены в ЦКП «Диагностика микро- и наноструктур».

Список литературы

1.Зимин, С.П. Наноструктурированные халькогениды свинца / С.П. Зимин, Горлачев Е.С. – Ярославль: ЯрГУ, 2011 – С. 232

2.Zimin, S.P. Encyclopedia of Plasma Technology / S.P. Zimin, E.S. Gorlachev, I.I. Amirov // Edited by J. Leon Shohet -Taylor and Francis Group - N-Y.: CRC Press. - 2017. - Vol. 1. - P. 679.

3.Ostrikov K. Plasma–surface interactions at nanoscales: a combinatorial theoretical, process diagnostics and surface microanalysis approach // J. Phys. D: Appl. Phys. - 2014. - V.47. - P. 224009.

4.Gupta S., Agarwal D.C., Khan S.A., Neeleshwar S., Ojha S., Srivastava S., Tripathi A., Amirthapandian S., Panigrahi B.K., Avasthi D.K. PbTe nanocrystal formation by interface mixing of Te/Pb bilayer using low energy ions // Materials Science and Engineering: B. - 2014. - V.184. - P.58.

5.Zimin S.P. The formation of hollow lead structures on the surface of PbSe films treated in argon plasma / S.P. Zimin, I.I. Amirov, V.V. Naumov, K.E. Guseva // Technical Physics Letters. – 2018. Vol. 44. – Issue 6 – pp 518-521.

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ СЛОЖНОСОСТАВНОГО БУФЕРНОГО СЛОЯ SIC НА ОПТИЧЕСКИЕ, СТРУКТУРНЫЕ И ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА GAN/SIC/SI(111) ГЕТЕРОСТРУКТУР

Д.С. Золотухин, П.В. Середин, Д.Л. Голощапов, А.С. Леньшин

Воронежский Государственный Университет

Аннотация. В настоящей работе производится комплексное изучение влияния переходного нанопористого слоя кремния (por-Si) на структурные, оптические и транспортные свойства толстых GaN слоев, полученных методом плазменно-активированной молекулярно пучковой эпитаксии (ПФ МПЭ) на комплексных подложках SiC/Si(111). SiC слой был сформирован с помощью метода замещения атомов на традиционной Si(111) подложке и подложке с предварительно сформированным por-Si слоем. GaN слой полученный на SiC/por-Si/Si(111) подложке демонстрирует лучшую морфологию поверхности, более высокое структурное качество, меньшую плотность дислокаций, и, как следствие – значительно более высокую подвижность свободных носителей заряда и их более низкую концентрацию.

Ключевые слова: Нитриды, молекулярно-пучковая эпитаския, гетероструктуры, нитрид галлия

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда 19-72-10007. Доступ к оборудованию Karlsruhe Nano Micro Facility был получен при финансовой поддержке гранта Президента Российской Федерации MD-42.2019.2.

Для производства полупроводниковых приборов на основе III-N системы материалов хорошо подходят Si(111) подложки в силу их широкой коммерческой доступности и относительной дешевизны по сравнению с остальными подложками, используемыми для гетероэпитаксии. Интеграция III-N технологии с кремниевой является актуальной задачей современной науки, так как позволит создавать принципиально устройства, используя преимущества обеих на одном чипе. Однако, формирование гетеростуктур III-N/Si все еще значительно затруднено в силу различий в свойствах материалов: разница в коэффициентах температурного расширения (КТР) и параметрах решетки составляет ~54% и 17% соответственно [1], что приводит к генерации высокой плотности прорастающих дислокаций и прочих дефектов и ухудшает приборные характеристики конечных устройств. В настоящей работе мы демонстрируем новый подход к формированию GaN слоев на Si(111) подложках с использованием переходного нанопористого подслоя Si(111) (por-Si), который впоследствии был модифицирован с помощью техники замещения адатомов [2,3] с целью формирования буферного слоя 3H-SiC. В силу меньшего рассогласования параметра решетки и КТР ~3.4% и <1%, между GaN и 3H-SiC [1],а также нанопористой структуре последнего, использование 3H-SiC в качестве переходного слоя позволяет получить значительные улучшения в кристаллическом совершенстве GaN/SiC/Si(111) структуры, ее оптических и транспортных свойствах.

Эпитаксиальные слои GaN на подложках двух типов выращивались в едином ростовом процессе методом молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота (ПА МПЭ) на установке Veeco Gen 200. Por-Si слой толщиной порядка 30 нм, с диаметром пор 1-5 нм был предварительно сформирован на одной из подложек по методике описанной в работе [3]. Зародышевый слой 3-мерной морфологии был сформирован при температуре роста T_s=650°C и единичном соотношении потоков F_{Ga}=F_N~0.05 ⌈м/час. Вышележащий слой GaN был сформирован в 2 этапа: этап высокотемпературного сильно металл-обогащенного роста при Ts=700°C и FGa~0.4 □м/час, FN~0.05 □м/час до толщины слоя в 350 нм и этап роста в менее металл-

обогащенных условиях FGa~0.2 □м/час, FN~0.05 □м/час при Ts=650°C до толщины в 1 □м. Морфология поверхности изучалась с помощью атомно-силовой (АСМ) и сканирующей электронной (СЭМ) микроскопии. Кристаллическое совершенство определялось с помощью рентгено-дифракционного анализа (РДА). Оптические свойства изучались методами фотолюминесценции (ФЛ), Рамановской и ультрафиолетовой (УФ) спектроскопии. Концентрация носителей заряда, их тип и подвижности были определенны по методу Ван Дер Пау измерением эффекта Холла.

На рисунке 1 представлены СЭМ изображения сколов гетероструктур. Отчетливо видна пористая структура интерфейсов обоих образцов, в силу того, что при формировании SiC слоя методом замещения адатомов, формируется пористый слой. Однако, в случае структуры сформированной на переходном por-Si слое глубина пористого слоя гораздо выше.

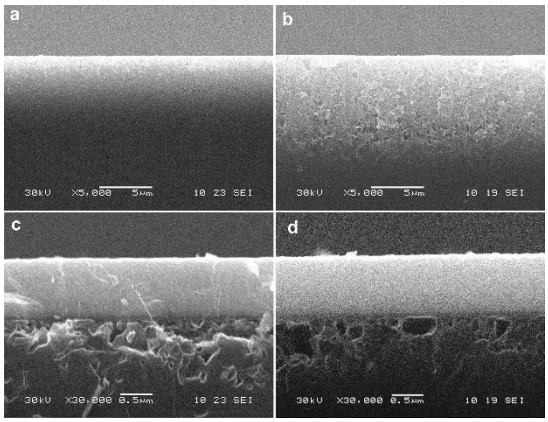


Рис. 1. СЭМ изображение сколов ГС. ***a, c*** *– GaN/SiC/por-Si/Si;* ***b,d*** *- GaN/SiC/Si.*

На ФЛ спектрах отчетливо видны пики локализованные около 3.4 эВ и широкая эмиссия в желто-зеленом регионе видимого спектра, более интенсивная для GaN/SiC/por-Si/Si(111) образца. Локализация пика эмиссии около 3.4 эВ свидетельствует о гексагональной симметрии слоя, так как в случае формирования кубической кристаллической решетки GaN эмиссионный пик располагается около значения в 3.2 эВ.

Холловские измерения показали, что обе ГС обладают n-типом проводимости. Концентрации носителей составили $9.2\cdot10^{17}$ и $1.8\cdot10^{19}$ см$^{-3}$ при их подвижности в 990 $\frac{см^2}{В*с}$ и 52 $\frac{см^2}{В*с}$ для GaN/SiC/por-Si(111) и GaN/SiC/c-Si(111) образцов соответственно.

Анализ УФ спектра показал, что в диапазоне длин волн 500 – 900 нм величина коэффициента преломления GaN порядка 7% выше для образца, выращенного с использованием переходного por-Si слоя.

РДА анализ показал снижения уровней внутренних напряжений и вертикальных дислокаций в образце GaN/SiC/por-Si(111).

Список литературы:

1. Kukushkin et al. Rev Adv Mater Sci n.d. 17, 1 (2008)
2. S.A. Kukushkin, A.V. Osipov, J. Phys. D 47, 313001 (2014)
3. A.S. Lenshin, et al., Mat. Sci. Semicond. Proc. 30, 25 (2015)

ФЛУОРЕСЦЕНТНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ И КОНФОКАЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЧЕСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ ПРИРОДНЫХ ПИГМЕНТ-БЕЛКОВЫХ КОМПЛЕКСОВ ДЛЯ БИОСЕНСОРИКИ

С.А.Иванова[1], А.А. Каташев [1], Н.Ю. Григорьева [2]

[1] *Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина),*

[2]НИЦЭБ

Аннотация. Природные молекулярные комплексы привлекают большое внимание исследователей в области природоподобных технологий благодаря их высокой эффективности. Цианобактерии, как древние фотосинтезирующие микроорганизмы, обладают совершенным механизмом сбора и преобразования солнечной энергии. Эффективность их светособирающего комплекса близка к единице и проявляет различные флуоресцентные свойства. Последняя внутренняя природная особенность важна для флуоресцентного неразрушающего анализа структуры и функционирования надмолекулярных пигмент-белковых комплексов на уровне отдельных клеток и дает уникальную возможность для исследований живых клеток цианобактерий *in vivo*. В этой работе передовые методы флуоресцентной спектроскопии (то есть конфокальная микроскопическая спектроскопия и возбужденно-эмиссионная флуоресцентная спектроскопия) используются для изучения природных пигментно-белковых комплексов в связи с их возможным применением в биосенсорике и производстве зеленой энергии.

Ключевые слова: цианобактерии, спектроскопия, пигмент-белковые комплексы, конфокальная лазерная сканирующая спектроскопия

Природные молекулярные комплексы вызывают большой интерес для биотехнологии и производства зеленой энергии из-за их высокой эффективности в передаче энергии, фотохимическом накоплении и химической активности. В этом смысле цианобактерии являются одними из наиболее широко используемых микробиологических объектов в таких биотехнологических областях как производство альтернативной энергии [1-3], биосенсорика [4], производство биологически активных соединений, обладающих противовирусной, антибактериальной, противогрибковой и противоопухолевой активностью [5-8]. Поскольку эффективность работы фотосинтетического аппарата и его флуоресцентные характеристики зависят от физиологического состояния клеток цианобактерий, их также можно рассматривать как перспективный активный элемент для высокочувствительных оптических биосенсоров для обнаружения различных типов экологических загрязнителей (например, тяжелых металлов, алкилфенолов и др.) [9].

Цианобактерии образовали практически идеальный комплекс для сбора и переноса световой энергии с эффективностью, близкой к единице, и с ее последующим преобразованием в электрон-протонную пару, поэтому большинство их применений связано с их высокой эффективностью фотосинтетической конверсии и разнообразными метаболическими возможностями. Фотосинтетический аппарат цианобактерий состоит из цепи большого пигмент-протеинового комплекса, связанного белковыми линкерами [10]. Эти пигмент-белковые комплексы проявляют естественную флуоресценцию и не требуют дополнительного окрашивания флуоресцентными красителями для исследований. Более того, с помощью флуоресцентной спектроскопии их структура и функционирование могут быть изучены непосредственно *in vivo*, где они продолжают работать с максимальной эффективностью.

В этом исследовании обычная флуоресцентная спектроскопия и конфокальная лазерная сканирующая микроскопия (КЛСМ) используются для исследования структуры и функционирования светособирающего пигмент-белкового комплекса различных штаммов цианобактерий. Показана возможность оценки относительной концентрации основных пигментов и эффективности переноса энергии по спектрам собственной флуоресценции. Флуоресцентная конфокальная микроскопическая спектроскопия использовалась для оценки влияния тяжелых металлов на эффективность работы цепи переноса энергии в светособирающем комплексе цианобактерий.

В данной работе был исследован надмолекулярный пигмент-белковый комплекс цианобактериального фотосинтетического аппарата, состоящий из светособирающего антенного комплекса и фотосистемы II (PSII) (Рис.1). Антенный комплекс образуется в виде большого мультипротеинового органелла (приблизительно 3-7 МДа), так называемой фикобилисомы (PBS), и связан с PSII с помощью линкерного белка.

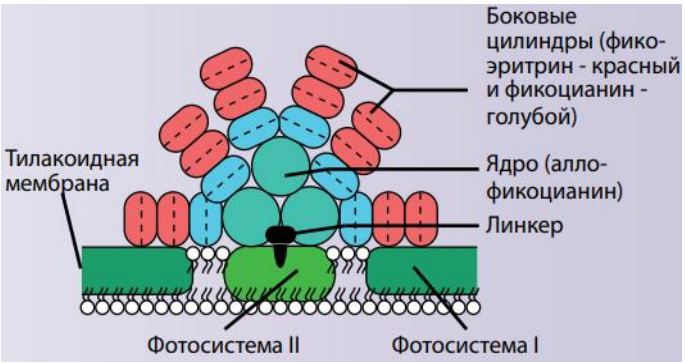


Рис. 1 Схематическое изображение фикобилисомы.

В этих исследованиях были использованы несколько штаммов цианобактерий из коллекции CALU Центра основного фонда «Центр сбора культур микроорганизмов» Научного парка СПбГУ. Перед проведением исследований клетки цианобактерий культивировали в течение 7 дней в среде BG 11 (при 28 °C) при непрерывном облучении белым светом (флуоресцентные трубки, 40 мкмоль фотонов/м^2/с).

В данной работе собственные спектры флуоресцентного излучения и возбуждения цианобактериальных культур записывали на сканирующем флуориметре Cary Eclipse (Varian Cary). Спектры флуоресцентного излучения снимались в диапазоне 580–800 нм для длин волн возбуждения 440 и 625 нм (соответствует возбуждению хлорофилла а и фикоцианина). Спектры возбуждения для 656, 682 и 720 нм измерялись в диапазоне 300–700 нм. Выбранные длины волн излучения соответствуют максимумам флуоресценции фикоцианина, фотосистем 1 и 2 соответственно.

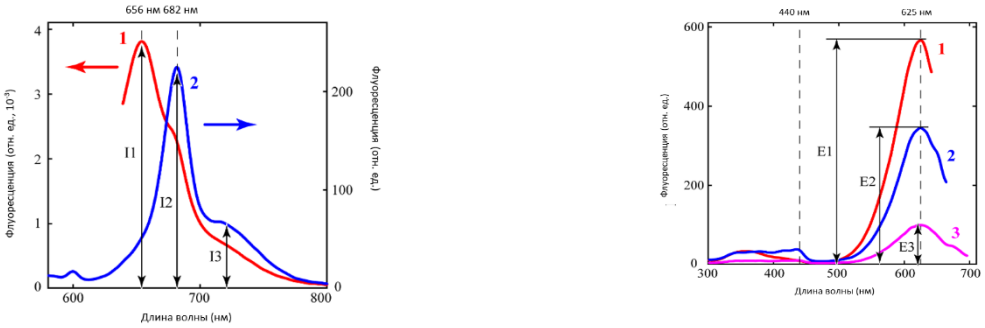
Для спектроскопических исследований отдельных клеток цианобактерий использовался КЛСМ Leica TCS-SP5. Спектры флуоресценции в диапазоне 580-785 нм были записаны с использованием стандартной процедуры лямбда-сканирования, представленной в «Leica Confocal Software». Фотоумножитель использовался при 1100 В. Во время экспериментальных исследований усреднение проводилось по 10–30 ячейкам, каждая ячейка охватывается так называемой «областью интереса» (ROI). Все исследования проводились с живыми клетками при комнатной температуре.

Спектры собственной флуоресценции, рассмотренные в данном исследовании, содержат информацию о фотосинтетическом аппарате цианобактерий, то есть о химической структуре светособирающего комплекса и вспомогательных пигментных

белков, о характере связей между пигмент-белковыми комплексами и об эффективности передачи энергии. Энергия фотовозбуждения, поглощаемая на внешней поверхности фикобилисом, транспортируется последовательно через несколько стержневых хромопротеинов к внутреннему ядру, а затем к ядро-мембранному линкеру (терминальному пигменту), который действует в качестве конечных передатчиков энергии от гетеродимеров к хлорофиллу а (Chl a) двух фотосистем (PSII и PSI), встроенных в тилакоидную мембрану. Каждый шаг передачи в этой цепочке передачи энергии приводит к соответствующей форме спектра (в виде пика или плеча), на которую также влияют энергия возбуждения и длина волны. Таким образом, использование различных длин волн возбуждения дает более подробную информацию для изучения состава и функционирования надмолекулярных комплексов.

Кроме того, на собственную флуоресценцию фотосинтетических пигментов в живых клетках влияют биохимические процессы, которые происходят внутри и через тилакоидные мембраны. Поэтому любые изменения среды будут вызывать изменения кинетических параметров и спектральных особенностей собственной флуоресценции пигмент-белковых комплексов в фотосинтетическом аппарате цианобактерий при их изучении *in vivo*. Все эти особенности могут быть использованы для исследования пигмент-белковых комплексов и их функциональности.

На рисунке 2 представлены два спектра излучения (а) и три – возбуждения (б) флуоресценции. Интенсивность на рис.2 (а) дает структурный состав фикоцианина (I1) и Chl a PSII (I2) и PSI (I3). Относительное количество фикоцианина на единицу хлорофилла можно оценить как отношение этих интенсивностей. А соотношение E1, E2, E3 из фиг.2 (б) показывает соответствующую эффективность передачи энергии между PBS и PSII (E2/E1) и между PSII и PSI (E3/E2). Эффективность передачи энергии между PBS и PSI можно оценить как отношение E3/E1.



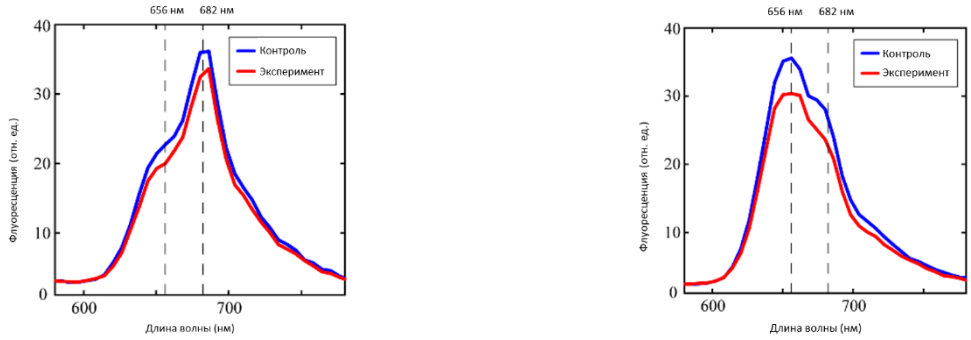
а *б*

Рис. 2 Спектры излучения (а) и возбуждения (б) флуоресценции цианобактерий Microcystis CALU 972.

В качестве примера реакции рассматриваемого пигмент-белкового комплекса на небольшие концентрации тяжелых металлов на рис.3 представлены результаты эксперимента с добавлением $K_2Cr_2O_7$ в культуру Microcystis CALU 398 в концентрации 4 мг/л. После двухчасовой инкубации с клетками $K_2Cr_2O_7$ в экспериментальной культуре наблюдается снижение интенсивности флуоресценции (красные линии). Такие же результаты были получены для $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (10 мг/л).

Представленные экспериментальные результаты показывают, что рассматриваемые супрамолекулярные комплексы могут стать перспективными строительными блоками для биосенсоров. В 2013 г. H. Liu et al. провели комплексное исследование полнофункционального мегакомплекса, состоящего из фикобилисомы и фотосистемы I и II, который был

выделен из цианобактерии Synechocystis. Эти эксперименты показывают возможность неразрушающего извлечения таких природных мегакомплексов и их полномасштабную функциональность после извлечения.



а *б*

Рис. 3 Спектры возбуждения от отдельных ячеек Microcystis CALU 398. Синие линии соответствуют контрольной культуре, а красные линии соответствуют клеткам через 2 часа добавления $K_2Cr_2O_7$.

Фотосинтетические микроорганизмы имеют большой потенциал в обеспечении экологически безопасного устойчивого производства возобновляемого топлива из неограниченных источников. Более того, из-за их высокой чувствительности к внешним воздействиям [9] они могут быть предложены в качестве перспективных строительных блоков для различных типов биосенсоров. Такие фототрофные микроорганизмы, как цианобактерии, привлекают значительный интерес в этих областях из-за их высокой фотосинтетической активности и скромных требований к культивированию.

КЛСМ необходим для изучения влияния разнообразных факторов окружающей среды на фотосинтезирующие организмы как мощный чувствительный инструмент из-за его высокого пространственного и временного разрешения. Он может быть использован для проверки результатов обычной флуоресцентной спектроскопии на уровне отдельных клеток, а также для более глубокого понимания характера функционирования больших надмолекулярных комплексов.

Список литературы

1. P. Bombelli, T. Müller, T. W. Herling, C. J. Howe and T. P. Knowles, Adv. Eng. Mater. 5(2), 1401299 (2015).
2. S. K. Ravi, and S. C. Tan, Energy & Environmental Science 8(9), 2551–2573 (2015).
3. A. Dubini and T. K. Antal, Photosynth. Res. 125(3), 355–356 (2015).
4. Y. Lei, W. Chen and A. Mulchandani, Anal. Chim. Acta 568(1-2), 200-210 (2006).
5. J. Rodríguez-Hernández and A. L. Cortajarena, eds., Design of polymeric platforms for selective biorecognition (Springer International Publishing, Switzerland, 2015), pp. 157-195.
6. S. Singh, B. N. Kate, U. C. Banerjee, Crit. Rev. Biotechnol., 25(3), 73-95 (2005).
7. S. Vijayakumar, M. Menakha, J. of Acute Medicine, 1(5), 15-23 (2015).
8. R.M. Abed, S. Dobretsov, K. Sudesh, J. App. Microbiol., 106(1), 1-12 (2009).
9. N. Y. Grigoryeva, L. V. Chistyakova, A. A. Liss, Oceanology, 58(6), 896–904 (2018).
10. N. Grigoryeva, L. Chistyakova. Fluorescence Microscopic Spectroscopy for Investigation and Monitoring of Biological Diversity and Physiological State of Cyanobacterial Cultures. Chapter 2. pp. 11- 43// In: Cyanobacteria, ed.by A. Tiwari, IntechOpen, 2018. P. 148
11. N. Grigoryeva, L. Chistyakova. Confocal laser scanning microscopy for spectroscopic studies of living photosynthetic cells. Chapter 3. pp. 1- 25// In: Color detection, ed.by Ling-Wen Zeng and Shi-Lin Cao, IntechOpen, Rijeka. 2020.

ФЛУОРЕСЦЕНТНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ, МЕЧЕННЫХ НАНОЧАСТИЦАМИ

М.С. Истомина[1,2]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)*

[2]*ФГБУ «НМИЦ им. В.А. Алмазова» Минздрава России*

Аннотация. Применение флуоресцентной визуализации в доклинических исследованиях позволяет неинвазивно отслеживать биораспределение, а также области накопления вводимых препаратов с флуоресцентными метками. Разработка меток, которые будут комплиментарны к биообъектам в организме и смогут работать как тераностический агент является перспективной задачей, так как важной особенностью таких меток является флуоресцентное излучение в окне прозрачности биологических тканей.

Ключевые слова: флуоресцентная визуализация, тераностика, наноматериалы, квантовые точки

История флуоресцентной томографии началась более 50 лет назад и на сегодняшний день остается актуальной задача неинвазивного метода исследования биологических объектов. Флуоресцентный эффект используется в ряде методов спектроскопий, особенно при исследовании образцов, сшитых с флуоресцентными красителями. Встроенные фильтры в визуализаторах позволяют регистрировать флуоресценцию и люминесценцию с объектов в диапазоне от зеленой до ближней ИК-области. Флуоресцентные методы исследования основаны на наблюдении микроскопических объектов с использованием их способности к свечению. По сравнению с методами обычной микроскопии исследование в свете флуоресценции обладает рядом преимуществ:

- цветное свечение;
- высокая степень контрастности светящихся объектов на темном фоне;
- возможность исследования как прозрачных, так и непрозрачных живых объектов;
- возможность исследования различных жизненных процессов в динамике их развития;
- возможность обнаружения и установления локализации отдельных микробов и вирусов.

Часто, требуется определить область локализации и распространения исследуемых веществ после их введения. Применение флуоресцентной визуализации в доклинических исследованиях дает возможность неинвазивно отслеживать общее биораспределение, локализацию и накопление вводимых препаратов с флуоресцентной меткой комплиментарных к исследуемым структурам [1–6].

Флуоресцентный имиджер представлен светонепроницаемым темным кабинетом с высокочувствительной ПЗС-камерой (CCD-камера) и встроенным подогреваемым столиком для малых животных или образцов, помещенных в различные ёмкости (рис. 1). Благодаря высокочувствительной камере, измеряется интенсивность флуоресцентного света и создается цифровое изображение образца. Поддержка состояния наркоза у животных, во время проведения исследований, реализуется за счет подключения системы к газовой анестезии. Флуоресцентные и люминесцентные изображения реализуются за счет фильтров возбуждения и поглощения, рабочий диапазон которых лежит в видимом спектре длин волн (445 – 875 нм). Благодаря сменным эмиссионным фильтрам высокого разрешения и возможности программного обеспечения, возможна идентификация и разделение сигналов от нескольких флуорофоров в одном эксперименте. Характерная

система формирования изображений отражена на рисунке 2. Источником света может быть, как лазер с соответствующей длиной волны для источников, так и флуоресцентные источники света.

Основным недостатком применения флуорофоров в такой системе является их низкая устойчивость к фотообесцвечиванию и малым временам жизни. Поэтому, при исследованиях живых организмов на флуоресцентных и люминесцентных микроскопах не редко ставится вопрос при выборе флуорофоров, чтобы просветить или идентифицировать органы животного или просмотреть распределение лекарственных препаратов. Кроме того, важным замечанием при выборе флуоресцентных меток при визуализации биораспределения *in vivo* в живом организме является эмиссия в окне прозрачности биологических тканей. Замена органических красителей новыми материалами, такими как коллоидные квантовые точки (КТ) выглядит перспективно, так как они обладают устойчивостью к обесцвечиванию, вариабельность размера и возможность создания на их основе системы для тераностики.

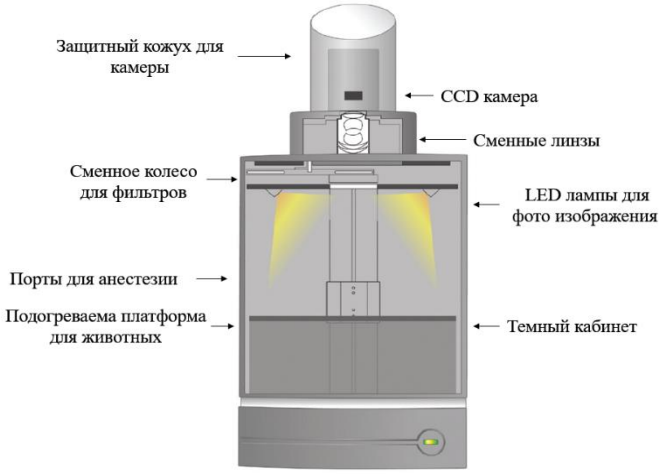


Рис. 1 Прибор для визуализации малых животных

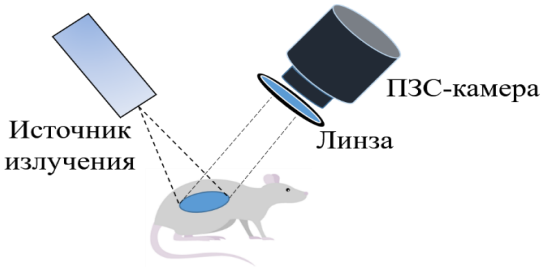


Рис. 2. Принципиальная схема исследования флуоресцентного излучения от объекта

В качестве биометок для оценки общего биораспределения были выбраны коллоидные квантовые точки AIS- ZnS, полученные на кафедре микро- и нанотехнологий в СПбГЭТУ ЛЭТИ им В. И. Ульянова (Ленина). Исследование проводилось на крысах-самцах стока Wistar. .Все эксперименты на животных проводились в соответствии с «Руководством по уходу и использованию лабораторных животных» [7] и утверждены местным биоэтическим комитетом в ФГБУ «НМИЦ им. В. А. Алмазова» Минздрава России.

Раствор КТ концентрацией 4×10^{-6} моль/л объемом 1 мл вводили внутривенно в хвостовую вену крысы. Наркотизация животных производилась ингаляционным наркозом с изо-

флураном. Флуоресцентная визуализация осуществлялась *ex vivo*, через 1 час и 24 часа после введения веществ (рис. 3).

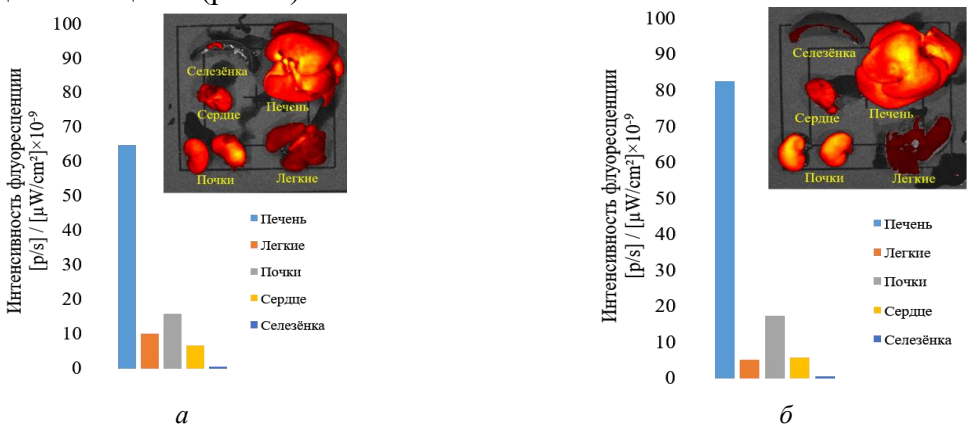


Рис. 3. Визуализация интенсивности флуоресцентного излучения в органах крысы через 1 час (а) и через 24 часа (б) после введения КТ $AgInS_2$/ZnS.

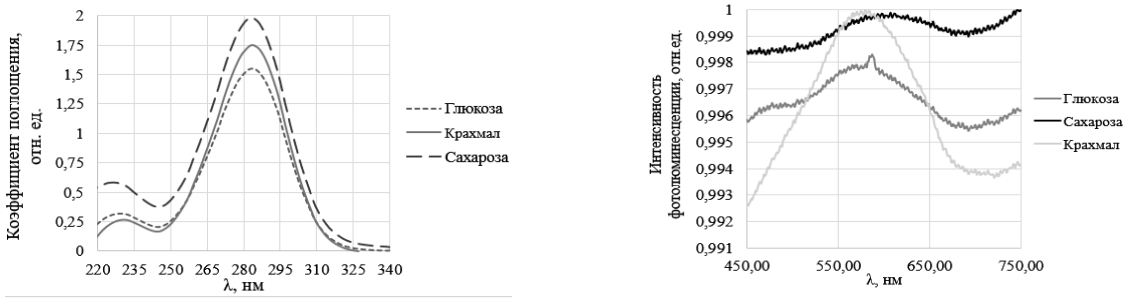
При количественной оценке флуоресцентного излучения КТ AIS-ZnS было отмечено накопление наночастиц с течением времени в таких органах, как печень, почки, легкие и сердце. Интенсивность флуоресценции печени через 24 ч после введения КТ была значимо выше, чем через 1 ч после введения, что свидетельствует о накоплении КТ в печени в течение первых суток после введения, тогда как значимых различий уровня флуоресценции в других органах в точках 1 ч и 24 ч отмечено не было [8].

Еще одним перспективным и новым материалом в качестве флуоресцентного агента являются углеродные квантовые точки. Углеродные наноструктуры вызывают большой интерес из-за своих уникальных свойств: регулируемая фотолюминесценция, хорошая растворимость в воде, низкая токсичность, низкая стоимость, светостойкость и химическая стабильность. В частности, квантовый эффект в углероде чрезвычайно важен как фундаментально, так и технологически. Углеродные наночастицы, имеющие размеры менее 10 нм, демонстрируют довольно интенсивную фотолюминесценцию, возникающую из-за квантово-размерных эффектов. В настоящее время углеродные квантовые точки, еще остаются дефицитным материалом [9].

С помощью гидротермального метода из глюкозы, сахарозы и крахмала были получены суспензии частиц. Затем методом центрифугирования была отобрана надосадочная жидкость, которую анализировали методом координационного светорассеяния. В случае глюкозы диаметр частиц достигает 0,4 мкм, сахарозы – 0,077 мкм, крахмала – 45,6 мкм. Получение таких крупных агрегатов может быть объяснено тем, что в методе гидротермального синтеза углеродных квантовых точек (УКТ) одновременно протекают конкурирующие реакции гидролиза, дегидратации, декарбоксилирования и т.д. Это затрудняет изучение фундаментальных закономерностей процесса, а также оптимизации условий получения углеродных квантовых точек. Анализ спектров поглощения и фотолюминесценции представлен на рисунке 4.

Данные рис. 4*а* показывают, что изученные образцы заметно поглощают излучение длиной волны до 340 нм. Пик поглощения во всех трех экспериментах фиксировался в районе 284 нм. Спектры поглощения были зарегистрированы для образцов с концентрацией в 500 раз ниже, чем в случае изучения флуоресценции (рис. 4*б*). Это должно приво-

дить к поглощению значительной части испускаемого излучения самим образцом. Кроме того, слишком высокая концентрация поглощающего вещества может приводить к запределиванию интенсивности флуоресценции при фиксированной интенсивности возбуждающего излучения. Эти эффекты должны быть наименее выражены для низких концентраций образцов.



а *б*

Рис. 4. Спектр поглощения (а) и фотолюминесценции углеродных квантовых точек (б)

Из результатов следует, что синтезированные углеродные образцы содержат нанообъекты, и могут применяться в биомедицине в качестве биосенсоров. Такие биосенсоры могут быть использованы для визуального мониторинга глюкозы, фосфатов, pH и нуклеиновой кислоты. КТ AIS-ZnS имеют перспективу в доклинических исследованиях для изучения различных препаратов с длительным высвобождением.

Список литературы

1. Pic E. et al. Fluorescence imaging and whole-body biodistribution of near-infrared-emitting quantum dots after subcutaneous injection for regional lymph node mapping in mice. // Molecular imaging and biology: MIB: the official publication of the Academy of Molecular Imaging. Springer, 2010. Vol. 12, № 4. P. 394–405.
2. Walsh E.M. et al. Fluorescence Imaging of Nerves During Surgery // Annals of Surgery. Lippincott Williams and Wilkins, 2019. Vol. 270, № 1. P. 69–76.
3. Jung J.S. et al. Near-Infrared Contrast Agents for Bone-Targeted Imaging // Tissue Engineering and Regenerative Medicine. Korean Tissue Engineering and Regenerative Medicine Society, 2019. Vol. 16, № 5. P. 443–450.
4. Ghaderi S. Development of Fluorescent Nanoparticles ‘Quantum Dots’ for Biomedical Application // Doctoral thesis, UCL (University College London). UCL (University College London), 2012.
5. Rao J., Dragulescu-Andrasi A., Yao H. Fluorescence imaging in vivo: recent advances // Current Opinion in Biotechnology. Elsevier Current Trends, 2007. Vol. 18, № 1. P. 17–25.
6. Etrych T. et al. Fluorescence optical imaging in anticancer drug delivery // Journal of Controlled Release. Elsevier B.V., 2016. Vol. 226. P. 168–181.
7. Animals N.R.C. (US) C. for the U. of the G. for the C. and U. of L. Guide for the Care and Use of Laboratory Animals // Guide for the Care and Use of Laboratory Animals. National Academies Press, 2011.
8. Истомина М.С. и др. Исследование коллоидных квантовых точек AginS2/ZnS в качестве флуоресцентных меток для тераностики: физические свойства, биораспределение и биосовместимость // Вестник Российского Государственного медицинского университета. 2019. № 6. С. 103–110.
9. Александрова О.А., Алексеев Н.И., Алешин А.Н., и др. Наночастицы, наносистемы и их применение. Часть II. Углеродные и родственные слоистые материалы для современной наноэлектроники: Учебн. пособие / под ред. В. А. Мошникова, О. А. Александровой. Уфа: Аэтерна. 2016.
10. Александрова О.А., Давыдов С.Ю., Мошников В.А. Физика и химия материалов оптоэлектроники и углеродной наноэлектроники: уч.пособие-СПб.: Изд-во СПбГЭТУ (ЛЭТИ), 2017.

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ ПРОТОНАМИ И ТЕМПЕРАТУРЫ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ УФ-ФОТОПРИЕМНИКА НА ОСНОВЕ 4H-SIC С ДИОДОМ ШОТТКИ

А.А. Каташев[1], С.А. Иванова[1], Е.В. Калинина[2]

[1] *Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина),*

[2]*ФТИ им. А.Ф. Иоффе*

Аннотация. Области космических исследований и ядерной энергетики нуждаются в УФ-детекторах, способных работать в «экстремальных» условиях, таких как: высокий радиационный фон и высокие температуры. Такие приборы невозможно создать на «традиционных» полупроводниках, так как для их работы понадобятся светофильтры, системы охлаждения и защиты от радиации, что существенно снижает эффективность детектирования. В представленной работе для данных целей рассматривается использование материала SiC, известного своей температурной и радиационной стойкостью. Исследуется влияние облучения протонами и значительного повышения температуры на эффективность работы данного прибора.

Ключевые слова: 4H-SIC, карбид кремния, диод Шоттки, фотодиод, ультрафиолетовое излучение, ближний ультрафиолет, облучение протонами, спектральные характеристики, квантовая эффективность

На данный момент сферы космических исследований, ядерной энергетики и изучения атмосферы нуждаются в приборах, способных детектировать УФ-излучение в суровых условиях, таких как: высокий радиационный фон и высокие температуры. При этом желательно, чтобы прибор не использовал светофильтры, существенно уменьшающие эффективность детектирования.

Приборы с данным набором свойств не могут быть созданы на традиционных полупроводниковых материалах, таких как Si, Ge и GaAs, так как эти материалы имеют низкие радиационную и температурную стойкость. Кроме того, ширина их запрещенной зоны мала, поэтому они являются чувствительными к видимому и ИК-излучению [1].

Для создания данного типа приборов подходят широкозонные материалы, вроде GaN, C (полупроводниковый алмаз), GaP. Но данные материалы обладают рядом недостатков: низкое качество современного материала, низкая теплопроводность и слишком широкий спектр поглощения [2, 3].

Это делает SiC одним из наиболее перспективных материалов в данном направлении, так как он обладает высокой теплопроводностью (3-5 Вт/см·K), радиационной стойкостью и высоким качеством современного материала [4, 5]. Ширина его запрещённой зоны позволяет отказаться от использования светофильтров для детектирования ближнего УФ. Кроме того, материал обладает очень низким значением генерационного тока (10^{-25} А/см^2 при 300К), что позволяет получать приборы с высокой чувствительностью [6]. Существует достаточное количество работ, показывающих устойчивость SiC к различным видам радиационного облучения: ионное, протонное, электронное, а также нейтронное [7, 8].

УФ-детекторы, представленные в работе, имеют структуру диода Шоттки. Фотоприемники были сформированы на CVD-слоях n-4H-SiC с толщиной 5 мкм, выращенных на коммерческих подложках n+-4H-SiC с толщиной 400 мкм и концентрацией $N_D - N_A = 3 \cdot 10^{18}$ см$^{-3}$. Барьеры Шоттки имеют диаметр 8 мм и толщину 20 нм. Барьеры формировались термовакуумным напылением Хрома (Cr) на эпитаксиальные

слои через маски. Базовые контакты также сформированы термовакуумным напылением хрома и алюминия (Al). В работе исследовались образцы с различной концентрацией нескомпенсированных доноров в CVD-слое: $(1 – 50) \cdot 10^{14}$ см$^{-3}$.

Проводилось облучение протонами с энергией 15 МэВ с различными флюенсами для различных концентраций в CVD-слое (табл. 1). Облучение проводилось при температурах 25 °C и 200 °C, различные образцы облучались при разной температуре (табл.2). Суммарный флюенс равен сумме всех предыдущих флюенсов, так как SiC имеет накопительный характер радиационных дефектов.

Таблица 1

Параметры облучения образцов

***$N_D – N_A$* в *CVD*-слое**	**$1 \cdot 10^{14}$ см$^{-3}$**	**$4 \cdot 10^{14}$ см$^{-3}$**
Флюенс 1-ого облучения	$1 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$	$4 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$
Флюенс 2-ого облучения	$1 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$	$4 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$
Флюенс 3-ого облучения	$1 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$	$4 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$
Флюенс 4-ого облучения	$1 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$	$4 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$
Суммарный флюенс	**$4 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$**	**$16 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$**

Таблица 2

Параметры облучения протонами при разных температурах

$N_D – N_A$ в *CVD*-слое	Температура облучения	Суммарный флюенс
$1 \cdot 10^{14}$ см$^{-3}$	25 °C	$4 \cdot 10^{12}$ см$^{-2}$
	200 °C	
$4 \cdot 10^{14}$ см$^{-3}$	25 °C	$5 \cdot 10^{13}$ см$^{-2}$
	200 °C	

Спектральные характеристики образцов измерялись на дисперсионном монохроматоре СФ-16. Источником сплошного УФ-излучения являлась дейтериевая лампа ДДС-30 с диапазоном длин волн 200-400 нм. Измерения спектральных характеристик проводились в процессе нагрева от 25 до 200 °C. После нагрева образцы остывали до температуры 25 °C, при которой проводились повторные измерения.

Представленная спектральная характеристика (рис.1) для образца с концентрацией в CVD-слое нескомпенсированных доноров $1 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$ при нагреве от 25 °C до 200 °C демонстрирует смещение спектральной зависимости в длинноволновую область для длин волн более 270 нм, тогда как для длин волн менее 270 нм изменений не наблюдается. Данное смещение связано с уменьшением ширины запрещенной зоны с повышением температуры.

При этом наблюдается небольшое увеличение квантовой эффективности, связанное с главенством фононного механизма поглощения, то есть непрямых оптических переходов, на больших длинах волн. Число фононов увеличивается с температурой, то есть с увеличивается вероятность перехода. При меньших длинах волн главенствуют прямые оптические переходы, вероятность которых не зависит от температуры [9].

При исследовании влияния облучения протонами было выяснено, что после первого и второго облучения (рис. 2; 2, 3) наблюдается ожидаемое уменьшение квантовой эффективности детекторов, объясняемое вводом простых радиационных дефектов. Но уже после 3-го облучения наблюдается резкое увеличение квантовой эффективности, растущее с увеличением суммарного флюенса (рис. 2; 4, 5).

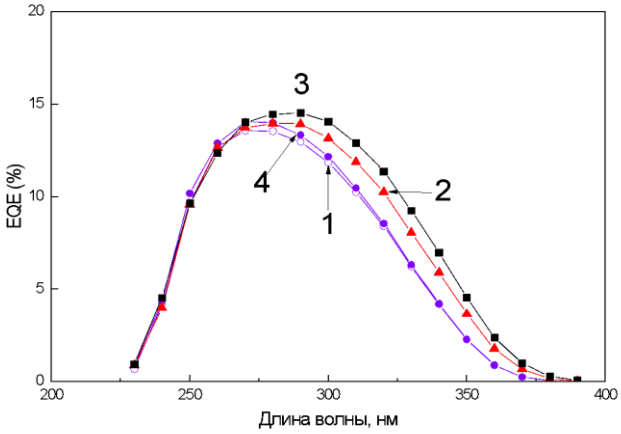


Рис. 1 Зависимость квантовой эффективности Cr/4H-SiC УФ-фотодетектора с концентрацией N_D - N_A = 1 · 10^{15} $см^{-3}$ от температуры: 1 – 25 °C; 2 – 150 °C; 3 – 200 °C; 4 – 25 °C – остывание после нагрева

Это возможно благодаря эффекту геттерирования точечных дефектов, который приводит к упорядочиванию структуры эпитаксиального слоя [10]. Увеличение флюенса, вероятно, приводит к реконструкции центров, отвечающих за время жизни носителей заряда. Уменьшается сечение рассеяния, что приводит к увеличению времени жизни носителей заряда, и следовательно, к повышению чувствительности [11].

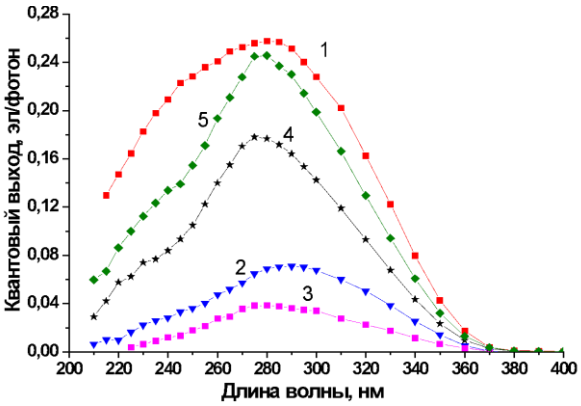


Рис. 2 Спектральные характеристики образца с концентрацией N_D - N_A = 1 · 10^{14} $см^{-3}$ при облучении протонами с энергией 15 МэВ флюенсом 1 · 10^{12} $см^{-2}$, 1 – исходная; 2 – после 1-ого облучения; 3 – после 2-ого облучения; 4 – после 3-его облучения; 5 – после четвертого облучения

Была также изучена зависимость квантовой эффективности УФ-детекторов для различных температур облучения протонами с одинаковым флюенсом (рис. 3). Выяснено, что при повышении температуры облучения квантовая эффективность прибора повышается. Это связано с отжигом мелких дефектов, приводящим к структурному улучшению полупроводника и увеличению времени жизни носителей заряда [12].

Представленные результаты подтверждают, что УФ-детекторы на основе 4H-SiC с барьером Шоттки могут работать в условиях высокой температуры и после облучения большими дозами протонов с высокой энергией. Повышение рабочей температуры не только не ухудшает чувствительность прибора, как в приборах на других полупроводниках, но и улучшают квантовую эффективность, что увеличивает радиационный и временной ресурс прибора. При этом продолжительное облучение протонами со временем вызывает повышение квантовой эффективности до значений, близких к исходным (до облучения).

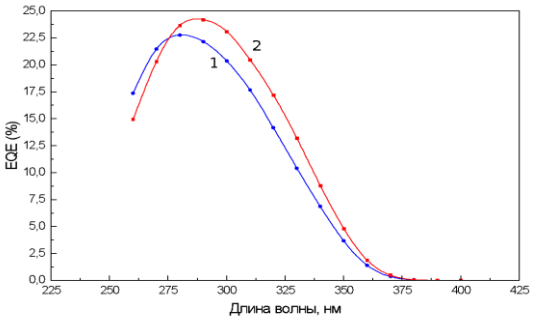


Рисунок 19 – Спектральные характеристики образца с концентрацией N_D - N_A = 1 · 10^{14} $см^{-3}$ для различных температур облучения; 1 – 25 °C; 2 – 200 °C

Список литературы

1. Goldberg Y. A. Semiconductor near-ultraviolet photoelectronics. Semiconductor science and technology. – 1999. – Т. 14. – №. 7. – С. R41
2. Levinshtein M. E., Rumyantsev S. L., Shur M. S. (ed.). Properties of Advanced Semiconductor Materials: GaN, AIN, InN, BN, SiC, SiGe. – John Wiley & Sons, 2001. С. 90-200.
3. Monroy E., Omnès F., Calle F. Wide-bandgap semiconductor ultraviolet photodetectors. Semiconductor science and technology. – 2003. – Т. 18. – №. 4. – С. R33.
4. Лебедев А.А., Козловский В.В., Строкан Н.Б. Радиационная стойкость широкозонных полупроводников (на примере карбида кремния). Физика и техника полупроводников. – 2002. – Т. 36. – №. 11. – С. 1354.
5. Л.А. Ашкинази. Рекорды и пределы, или введение в экстремальное материаловедение. М.: МЦНМО, 2016. С. 235.
6. Марков В. Ф., Мухамедзянов Х. Н., Маскаева Л. Н. Материалы современной электроники: учебное пособие. – 2014. С. 133-134.
7. Калинина Е.В. Влияние облучения на свойства SiC и приборы на его основе. Обзор. Физика и техника полупроводников. – 2007. – Т. 41. – №. 7.
8. Калинина Е. В. Лебедев А.А., Богданова Е.В. Облучение тяжёлыми ионами 4H-SIC детекторов ультрафиолетового излучения. Физика и техника полупроводников. – 2015. – Т. 49. – №. 4. – С. 550-556.
9. Gulbransen E.A., Jansson S.A. The high-temperature oxidation, reduction, and volatilization reactions of silicon and silicon carbide. Oxidation of metals. – 1972. – Т. 4. – №. 3. – С. 181-201.
10. Steeds J.W., Evans G.A., Danks L.R. Transmission electron microscope radiation damage of 4H and 6H SiC studied by photoluminescence spectroscopy. Diamond and related Materials. – 2002. – Т. 11. – №. 12. – С. 1923-1945.
11. Von Bardeleben H.J., Cantin J.L., Vickridge I. Proton-implantation-induced defects in n-type 6 H-and 4 H− SiC: An electron paramagnetic resonance study. Physical Review B. – 2000. – Т. 62. – №. 15. – С. 10126.
12. Смирнов Л. С. Физические процессы в облученных полупроводниках. – Наука. Сиб. отд-ние, 1977. С. 120-124.

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА ЛЕГИРОВАННЫЕ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫМИ ЭЛЕМЕНТАМИ ПОЛУЧЕННЫЕ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

А.Е. Кемелбекова

Satbayev University,, Физико-технический институт

Аннотация. В настоящей работе исследуются слои оксида цинка, легированные европием. Легированные пленки ZnO (ZnO:Me:RE3+) на стекле были изготовлены с помощью золь-гель технологии методом центрифугирования. Пленкообразующий раствор готовился из ацетата цинка, который заливался этанолом и перемешивался. После нанесения золя на поверхность пластины образцы отжигались при температуре 400° С с выдержкой в течение 1 часа.

Ключевые слова: редкоземельные элементы, даун конверсия, золь-гель.

Пленки ZnO имеют широкое применение в оптоэлектронике, в частности, в прозрачно-проводящих электродах в светодиодах, плоских панельных дисплеях и солнечных элементах (СЭ) [1]–[3]. Это связано с такими свойствами оксида цинка, как высокий коэффициент пропускания в видимой области спектра и хорошая электропроводность [4]. Высокая проводимость связана со стехиометрией пленки и наличием внутренних дефектов кристалла. Введение в кристаллическую структуру пленки различных примесей приводит к изменению как оптических свойств, так и электрических свойств пленки [5]–[7]. Легирование ZnO является важным направлением в исследовании оптических и электрических свойств, имеющее решающее значение для практического применения этого материала.

Среди легирующих примесей особое место занимают ионы редкоземельных ионов (РЗИ), которые обладают уникальными электрическими, оптическими и люминесцентными свойствами для самых различных применений [8], [9].

В настоящие время материалы, легированные РЗИ элементами интенсивно исследуются, в частности, как материалы для фотоники [10], [11]. Наиболее существенными механизмами, понижающими эффективность кремниевых солнечных элементов, являются неполное поглощение солнечного спектра и термализация фотоэлектронов, возбужденных фотонами с энергией, существенно превышающей ширину запрещенной зоны полупроводника. Два этих механизма ответственны за потерю почти 50% солнечной энергии. Одним из способов минимизации потерь является более эффективное использования солнечного спектра, как например, в тандемных солнечных элементах.

Еще один способ – это трансформировать широкий солнечный спектр в спектр с узким распределением фотонов по энергии вблизи оптимального для конкретного полупроводника значения [12]. Кремниевые фотоэлементы эффективно преобразуют энергию солнечного излучения видимого и ближнего инфракрасного диапазонов (500–900 нм). Имеется возможность повысить КПД фотоэлемента в области ниже 500 нм и выше 900 нм.

В новейших СЭ повышение КПД достигается за счет расширения спектра «действенного» солнечного излучения. Идея конверсии длин волн излучения в фотоэлектричестве заключается в возможности, используя необходимые материалы, изменить солнечный спектр с тем, чтобы задействовать фотоны, энергии которых не соответствуют диапазону поглощения фотоэлектрических приборов. Поглощение фотона, а затем испускание одного или нескольких фотонов с более низкой энергией называется преобразованием с повышением частоты (фотолюминисценция), или «даун-конверсией», в то время как поглощение двух и более фотонов, а затем испускание одного фотона с более высокой энергией называется преобразованием с понижением частоты, или «ап-конверсией» [13]–[15].

Один из методов повышения эффективности солнечных фотоэлементов связан с использованием материалов легированных РЗИ, которые характеризуются сильной люминесценцией в видимом диапазоне [10]. Такие преобразователи солнечного излучения используют люминесцентную среду для изменения длины волны фотонов, энергия которых превышает допустимый диапазон энергий полупроводникового прибора. Данный подход обладает рядом преимуществ по сравнению с другими способами повышения эффективности

солнечных батарей [16], [17]. Прежде всего, преобразователи являются внешними дополнительными приспособлениями, поэтому не требуется модификация самих фотоэлементов. Преобразователь способен поглощать как прямое, так и рассеянное излучение, тем самым значительно повышая используемую спектральную плотность. Одним из уникальных преимуществ данной концепции является его совместимость со множеством существующих технологий производства солнечных элементов, так как модифицируется только поступающий спектр солнечной энергии.

Еще одно дополнительное преимущество связано с тем, что, поглощая значительную долю высокоэнергичных фотонов, преобразователь будет поглощать и высвобождаемую тепловую энергию. Это дает возможность уменьшить тепловую нагрузку на фотоэлемент, тем самым улучшая его работоспособность. К таким активным материалам можно отнести пленки ZnO, легирование РЗИ, нанесенные на стекло. Данные пленки проявляют люминесцентные свойства, зависящие от вида РЗИ и способа получения материала [20].

Для получения пленок ZnO используются различные виды напыления, молекулярно-лучевая эпитаксия, осаждение из газовой фазы, золь-гель метод [21]. Золь-гель метод получения пленок ZnO имеет такие преимущества, как простота оборудования, возможность контроля стехиометричности пленки, низкая стоимость, гибкость технологии, ее экологическая безопасность. При синтезе пленок на основе оксида цинка золь-гель методом появляется возможность управления оптическими и электрофизическими свойствами. В работе [22] показаны фотоэлектрические свойства слоев оксида цинка легированных Er и Tb, полученные реактивным магнетронным распылением мишени и показывающие их возможность использования в качестве активных слоев оптоэлектроники.

В данной работе было проведено исследование режимов осаждения плёнок оксида цинка золь – гель методом, легированных европием. Данный синтез осаждения обладает такими преимуществами, как низкая стоимость синтезированных ТСО, их нетоксичность, высокая термическая и химическая стабильность, большая ширина запрещённой зоны, простота оборудования и высокая однородность получаемых образцов, что позволяет

проявлять хорошие оптические характеристики в видимой и ближней инфракрасной (ИК) областях.

При отработке золь – гель метода для осаждения плёнок оксида цинка, легированного европием, в качестве подложек были использованы стеклянные слайды. Слайды чистые, обезжиренные, без цвета, имеют постоянную толщину, что способствует низкий дифракции и интерференции световой волны, позволяет человеческому глазу различать оттенки окрашенных клеток.

Перед проведением синтеза все подложки были тщательно очищены в этаноле, ацетоне и обезжирены при кипячении в моющем растворе, содержащем дистиллированную воду, пероксид водорода (H_2O_2, 35%) и аммония NH_4OH (25%) в соотношении 4:1:1 в течении 20 минут для создания гидрофильной поверхности.

Золь при формировании плёнки ZnO:Eu был получен путём приготовления двух растворов. В одном из них 0,8 г ацетата цинка $Zn(CH_3COO)_2$ были растворены в 9 мл этанола при комнатной температуре при интенсивном перемешивании на шейкере орбитального вращения ЛАБ-ПУ-01 (скорость вращения 150 об/мин) постоянным перемешиванием при нагреве изготавливаемого раствора в течение 1 – 2 часов.

Второй раствор содержал нитрат европия $Eu(NO_3)_3$, тщательно растворённую в 9 мл дистиллированной воды. Впоследствии растворы с ацетатом цинка и нитрата европия смешивались. При такой высокой концентрации ацетата цинка раствор мутнел из – за формирования крупных частиц. Получение прозрачного раствора достигалось путём добавления двух капель молочной кислоты $C_3H_6O_3$, препятствующей процессу агрегации в растворе. Массовая доля нитрата европия составляла 1 ат.%.

Затем раствор золя наносился на поверхность подложек. Равномерное распределение золя на поверхности подложек достигалось путём нанесения нескольких капель раствора на подложку, закреплённую на горизонтальном столике, с последующим вращением столика со скоростью ~ 3600 об/мин в течение 2 минут. После этого подложки помещались в сушильный шкаф и выдерживались при температуре 130ºС в течение 20 минут.

Последующий отжиг при температуре 450ºС в течение 60 минут в муфельной печи приводил к формированию равномерных плёнок ZnO:Eu на поверхностях подложек.

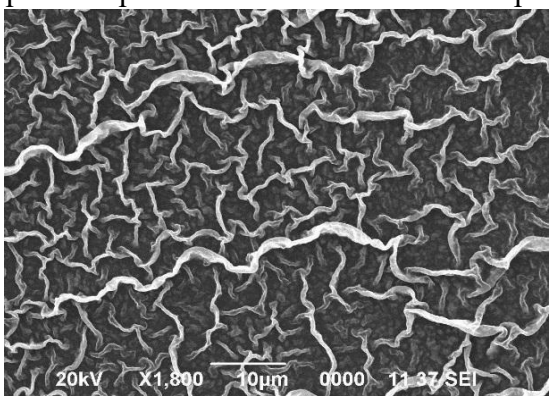


Рисунок 1 - Изображение пленочной структуры, полученной методом золь-гель на стеклянной подложке на основе $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$.

Выявлено, что полученные методом золь-гель структуры оксида цинка легированный европием с толщиной порядка 1 мкм, полученные на стеклянных подложках, характеризуются достаточно равномерным распределением нанообъектов по поверхности. При этом наноструктуры имеют фрактальный вид и состоят из возышающихся

консолидированных и соединяющихся между собой под разными углами ветвей с диаметром около 900 нм.

Таким образом, исследованные пленки являются перспективными кандидатами в качестве активных слоев фотодиодов и даун-конвертеров для повышения эффективности солнечных элементов, в частности, кремниевых.

Список литературы

1. Pronin I.A, Yakushova N.D., Dimitrov D.Ts., LK Krasteva, Papazova K.I., Karmanov A.A., Averin I.A., Georgieva A.Ts., Moshnikov V.A., Terukov E.I. A new type of gas sensor based on the thermovoltaic effect in zinc oxide inhomogeneously doped with mixed-valence impurities. – Technical Physics Letters. – 2017.– Vol. 43. № 9. – P. 825-827.
2. Zinc oxide thin films: characterization and potential applications / S. O'Brien [et al.] // Thin Solid Films. – 2010. – Vol. 518, № 16. – P. 4515–4519.
3. Lashkova N. A., Maximov A. I., Ryabko A. A., Bobkov A. A.,. Moshnikov V. A and Terukov E. I., “Synthesis of zno-based nanostructures for heterostructure photovoltaic cells,” Semiconductors, 2016, vol. 50, N.9, P. 1254-1260.
4. Pandal, S.K. Preparation of transparent ZnO thin films and their application in UV sensor devices / S.K. Panda1, C. Jacob // Solid-State Electronics. –2012. – Vol. 73. – P. 44–50.
5. Structural, electrical and optical properties of N-doped ZnO films synthesized by SS-CVD /J. Lu [et al.] // Materials Science in Semiconductor Processing. – 2002. – Vol. 5, № 6. – P. 491–496.
6. Transport properties of phosphorus-doped ZnO thin films / Y.W. Heo [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2003. – Vol. 83. – P. 1128.
7. Singha, C. Variation of electrical properties in thickening Al-doped ZnO films: role of defect chemistry / C. Singha, E. Panda // RSC Adv. – 2016. – Vol. 6. – P. 48910–48918.
8. Kenyon, A.J. Recent developments in rare-earth doped materials for optoelectronics / A.J. Kenyon // Progress in Quantum Electronics. – 2002. –Vol. 26, № 4–5. – P. 225–284.
9. Voncken, J.H.L. The Rare Earth Elements / J.H.L. Voncken. – Springer, 2016. – 125 p.
10. Steckl, A.J. Photonic applications of rareearth- doped materials / A.J. Steckl, J.M. Zavada // MRS Bulletin. – 1999. – Vol. 24, № 9. – P. 16–20.
11. Rare-Earth doped ZnO films: a material platform to realize multicolor and near-infrared electroluminescence / Y. Yang [et al.] // Advance optical materials. – 2014. – Vol. 2, № 3. – P. 240–244.
12. van Sarka, W.G.J.H.M. Enhancing solar cell efficiency by using spectral converters / W.G.J.H.M. van Sarka // Solar Energy Materials and Solar Cells. – 2005. – Vol. 87, № 1–4. – P. 395–409.
13. Modifying the solar spectrum to enhance silicon solar cell efficiency – An overview of available materials / C. Strumpel [et al.] // Sol. Energy Mater. Sol. Cells. – 2007. – Vol. 91. – P. 238–249.
14. Chen, D. Lanthanide nanomaterials with photon management characteristics for photovoltaic application / D. Chen, Y. Wang, M. Hong // Nano Energy. – 2012. – № 1. – P. 73–90.
15. Richards, B. Enhancing the performance of silicon solar cells via the application of passive luminescence conversion layers / B. Richards // Sol. En. Mat. Sol. Cell. – 2006. – Vol. 90. – P. 2329.
16. Application of a silicon nanocrystal downshifter to a c-Si solar cell / S.L. Luxembourg [et al.] // Energy Procedia. – 2014. – Vol. 55. – P. 190–196.
17. Enhancing solar cell efficiency using photon upconversion materials / Y. Shang [et al.] // Nanomaterials (Basel). – 2015. – Vol. 5, № 4. – P. 1782–1809.
18. Jing, Z. Upconversion luminescent materials: advances and applications / Z. Jing // Chem. Rev. – 2015. – Vol. 115, № 1. – P. 395–465.
19. Photon upconversion in organic nanoparticles and subsequent amplification by plasmonic silver nanowires / Z. Qu [et al.] // Nanoscale. – 2018. – Vol. 10. – P. 985–991.
20. Кузьмина, И.П. Окись цинка. Получение и оптические свойства / И.П. Кузьмина, В.А. Никитенко. – М.: Наука, 1984. – 168 с.
21. Основы золь-гель-технологии нанокомпозитов / Ю.М. Таиров [и др.]. – СПб.: Техномедиа, Элмор, 2007. – 255 с.
22. Активные слои легированные редкоземельными металлами для повышения эффективности солнечных элементов / В.В. Малютина-Бронская [и др.] // Проблемы физики, математики и техники. – 2012. – № 4 (13). – С. 26–29.

БАКТЕРИАЛЬНАЯ БИОСОВМЕСТИМОСТЬ E. COLI M-17 С ОБРАЗЦАМИ МНОГОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК РАЗЛИЧНОЙ СТРУКТУРЫ

А.В. Коваленко [1], А.А.Шемухин[2] ,Д.С.Юманов[1]

[1]*Чувашская государственная сельскохозяйственная академия*

[2]*НИИЯФ МГУ им. М. В. Ломоносова*

Аннотация. Исследование бактериальной биосовместимости материалов необходимо при создании вживляемых устройств, в том числе биосенсоров. Одним из свойств, на которые обращают внимание, является бактериостатическое действие материала. В данном исследовании проводится работа по тестированию бактериальной биосвоместимости образцов вертикально-ориентированных многостенных углеродных нанотрубок. Целью данной работы являлось установление связей между бактериальной биосовмесимостью образцов, содержащих многостенные углеродные нанотрубки и их структурными особенностями и смачиваемостью. В результате исследования было показано, что бактерии E.Coli штамма M-17 демонстрируют лучшие показатели жизнедеятельности при взаимодействии с поверхностями гидрофобных образцов вертикально-ориентированных углеродных нанотрубок.

Ключевые слова: углеродная нанотрубка, массив углеродных нанотрубок, E. Coli, бактериальная биосовместимость

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (РНФ) № 18-72-00149.

Введение

Углеродные нанотрубки (УНТ) представляют собой одну из форм углерода, которая описана в пионерской работе [1]. Углеродная нанотрубка выглядит как свернутый в цилиндр графеновый лист. На сегодняшний день существуют одностенные и многостенные углеродные нанотрубки. Многостенные нанотрубки состоят из коаксиально вложенных друг в друга одностенных углеродных нанотрубок.

Углеродные нанотрубки находят свои применения во многих областях физики [2], химии [3], биотехнологиии [4], медицины [5]. Для применения УНТ в биотехнологии и медицине важно исследование их воздействия на живые организмы и ткани [6].

Взаимодействие УНТ с биологическими объектами может приводить как к негативным последствиям: интоксикация, аллергии, канцерогенное воздействие, источник инфицирования, так и положительное: антисептическое и регенеративное воздействие [7]. Такого рода воздействие определяется структурными особенностями нанотрубки. На данный момент задача исследования бисовместимости углеродных нанотрубок с живыми системами актуальна, так как однозначно определить, как поведет себя та или иная модификация углеродных нанотрубок, не представляется возможным без эксперимента.

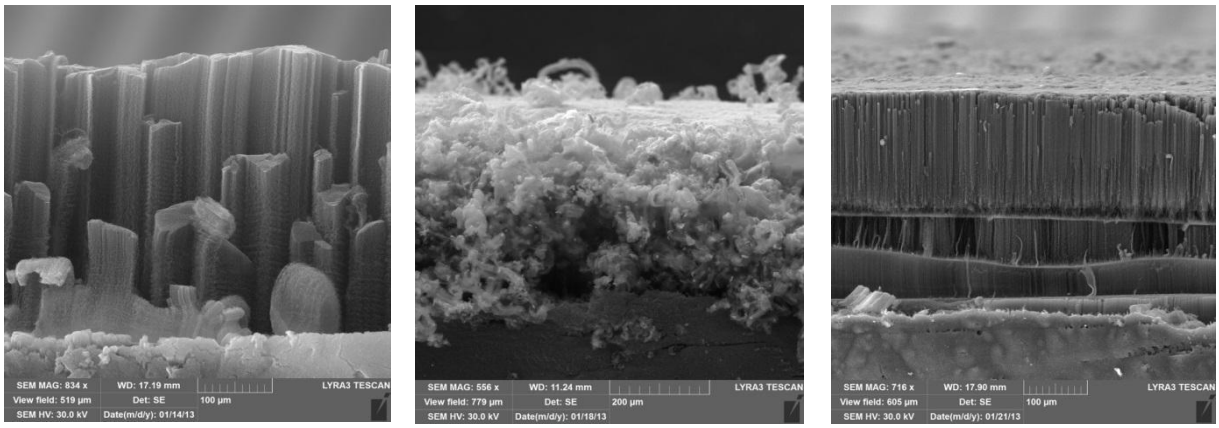
Согласно источнику [6], бактериальная биосовместимость E.Coli с различными материалами зависит от структурных особенностей их поверхности, а так же ее смачиваемости. Так, например, в [6] было показано, что гидрофобные поверхности более благоприятны для роста E.Coli, чем гидрофильные.

Нашей целью было выявление зависимости структурных свойств поверхности исследуемых образцов с их смачиваемостью и бактериальной биосовместимостью, на примере взаимодействия с E.Coli M-17.

Для достижения цели решались следующие задачи: 1) Синтез углеродных нанотрубок с различными структурными особенностями на поверхности кремниевых пластин; 2) Исследование свойств смачиваемости полученных образцов; 3) Исследование влияния образцов, содержащих многостенные углеродные нанотрубки, на рост бактерий E.Coli M-17, с помощью методов спектрометрии и фотометрии.

Методы

Вертикально-ориентированные многостенные углеродные нанотрубки синтезировались методом CVD [8] в муфельной печи в атмосфере N_2, при пропускании ацетилена в смеси с катализатором ферроцена. Многостенные нанотрубки осаждались на кремниевую подложку. В работе исследовались три образца: ФП – 336 (№1), ФП – 340 (№2), ФП – 341 (№3), которые имеют различные структурные и поверхностные свойства. В частности, ФП - 336 и ФП – 341, в отличие от ФП – 340, практически не содержат на поверхности рыхлой углеродной пленки, а самой чистой поверхностью обладает образец ФП – 336 (Рис. 1).



ФП-336 ФП-340 ФП-341

Рис. 1. Фотографии сканирующей электронной микроскопии образцов слева на право: № 1-3

Для определения проводимых фотометрических и спектрометрических исследований, нами выращивалась суточная бактериальная культура. С этой целью, была приготовлена бактериальная суспензия из препарата «Колибактерин сухой» – «Микроген» (в одном флаконе препарата содержится 3 дозы), в одной дозе которого, содержится не менее 10×10^9 КОЕ живых лиофилизированных бактерий кишечной палочки E.coliштаммаМ-17, а также имеется желатин и сахароза. Содержимое флакона разводилось стерильным изотоническим физиологическим раствором, из расчета 5 мл на дозу (15 мл раствора на флакон препарата) и перемешивалось в течение 5 мин, до образования однородной суспензии желтоватого цвета.

Для тестирования влияния образцов УНТ на рост бактерий, нами была приготовлена питательная бактериальная среда - стерильный мясопептонный бульон (МПБ по Lennox, Диаэм), которая затем разливалась по идентичным лабораторным пробиркам. При дальнейших исследованиях нами была использована бактериальная суспензия, в разведениях от начальной дозы 10^{-7} 10^{-10} . Для разведения суспензии до необходимых концентраций, применялся метод последовательных разведений, который предусматривал использование: 10 пробирок, заполненных 9 мл стерильного 0,9% физиологического

раствора. Затем, для получения первого разведения, 1 мл бактериальной суспензии был перенесен в первую пробирку, таким образом, было получено разведение 10×10^{-1}. После, из первой пробирки отобрали 1 мл суспензии и перелили во вторую пробирку – получили разведение 10×10^{-2}, и так последовательно до 10 пробирки. В результате были получены последовательные разведения в концентрациях от 10×10^{-1}до 10×10^{-10}.

Затем в пробирки с бактериями вносили по 0,015 г образцов, на каждый образец приходилось по две пробирки с разведениями 10^{-7} и 10^{-10} соответственно. Помимо пробирок с опытными образцами, имелись пробирки с контролем культуры и с контролем среды. После внесения образцов, все пробирки помещались в термостат (ТС-1/80 СПУ) на 24 часа при температуре +37ºС.

По истечении 24 часов проводились замеры оптической плотности и спектрометрия полученных суточных бактериальных культур. Исследования проводились при помощи спектрофотометра ShimadzuUV-1800. Полученные результаты обрабатывались с использованием программного обеспечения для обработки спектра UVprobever. 2.42. Плотность бактериальных культур измерялась на приборе Денситометр (Densilameter II – Mikrolatest), рабочая длина волны 535 нм. Единица измерения McF (оптическая плотность по стандарту МакФарланда 1 McF соответствует 3×10^{8} клеток/см^{3}).

Результаты

В более ранних исследованиях, на основе спектроскопии комбинационного рассеяния света нами было установлено, что характерные для углеродных графитоподобных материалов D и G –пики расположены на частотах 1500 см$^{-1}$, 1750 см$^{-1}$. Для образцов № 2 и № 3 интенсивность D-пика оказывается выше интенсивности G-пика, тогда как для образца № 1 $I_D/I_G<1$. Это свидетельствует о большей кристалличности нанотрубок, находящихся в составе образца № 1, и наличии дефектов в образцах № 2 и 3. Если обратится к микрофотографии образца № 2, можно отметить наличие «шапки» из разориентированных углеродных нанотрубок на его поверхности, а как следствие, большему числу дефектов, что подтверждается спектрами КРС.

Эксперименты по измерению оптической плотности суточной культуры бактерий E.Coli M-17 показали, что набольшая оптическая плотность наблюдалась в пробирках с образцом № 1 и 3 (Табл. 1). Таким образом, в пробирках с образцами № 1 и 3 отмечается большая концентрация бактерий.

Таблица 1.

Результаты измерения плотности бактериальной культуры в присутствии образцов многостенных углеродных нанотрубок, плотность представлена в единицах измерения McF

Степень разведение	Номер образца			Контрольные измерения
	1	2	3	
10^{-7}	0.9	0.4	0.9	0.4
10^{-10}	0.3	0.3	0.3	0.3

В результате измерения спектров пропускания света в диапазоне от 300 до 1100 нм, были отмечены следующие особенности. Для спектров пробирок с клеточной культурой для всех трех образцов фиксируется наличие двух пиков на длинах волн 460 и 415 нм. Данные пики соответствуют наличию в исследуемых суспензиях ферментов пируватдегидрогеназы (460 нм) и трианиндезаминазы (415 нм). Оба фермента участвуют в метаболических процессах бактерий [9]. Следовательно, в клеточных культурах в присутствии образцов, жизненный цикл бактерий не останавливается, а образцы 1 и 3 благоприятно влияют на внутриклеточные обменные процессы бактериальных клеток, вследствие чего, можно предполагать о возрастании концентрации бактерий в бульонах с данными образцами.

Смачиваемость образцов измерялась при помощи тангенциального метода расчета угла смачивания лежачей капли. Образцы 1 и 3 имеют больший контактный угол смачиваемости (137° и 107° соответственно) по сравнению с образцом № 2 (66°), и как следствие, имеют более гидрофобные поверхности, хуже смачивающиеся дистиллированной водой.

В результате проведенных исследований мы пришли к следующим выводам:

1. В зависимости от структурных особенностей поверхности нанотрубок, они имеют различную способность к смачиваемости.

2. Образцы с наибольшей гидрофильностью показывают наименьшую бактериальную биосовместимость.

3. Обменные процессы в бактериальной культуре проявляются более активно в присутствии гидрофобных образцов нанотрубок.

Список литературы

1. Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon // Nature. – 1991. – Т. 354. – С. 56-58.
2. Hashim D. P., Narayanan N. T., Romo-Herrera J. M., Cullen D. A., Hahm M. G., Lezzi P., Suttle J. R., Kelkhoff D., Muñoz-Sandoval E., Ganguli S., Roy A. K., Smith D. J., Vajtai R., Sumpter B. G., Meunier V., Terrones H., Terrones M., Ajayan P. M. Covalently bonded three-dimensional carbon nanotube solids via boron induced nanojunctions // Scientific Reports. – 2012. – Т. 2, № 1. – С. 363.
3. Das R., Ali M. E., Hamid S. B. A., Ramakrishna S., Chowdhury Z. Z. Carbon nanotube membranes for water purification: A bright future in water desalination // Desalination. – 2014. – Т. 336. – С. 97-109.
4. Wang L., Chen W., Xu D., Shim B. S., Zhu Y., Sun F., Liu L., Peng C., Jin Z., Xu C., Kotov N. A. Simple, Rapid, Sensitive, and Versatile SWNT−Paper Sensor for Environmental Toxin Detection Competitive with ELISA // Nano Letters. – 2009. – Т. 9, № 12. – С. 4147-4152.
5. Foroughi J., Spinks G. M., Wallace G. G., Oh J., Kozlov M. E., Fang S., Mirfakhrai T., Madden J. D. W., Shin M. K., Kim S. J., Baughman R. H. Torsional Carbon Nanotube Artificial Muscles // Science. – 2011. – Т. 334, № 6055. – С. 494-497.
6. Lüdecke C., Jandt K. D., Siegismund D., Kujau M. J., Zang E., Rettenmayr M., Bossert J., Roth M. Reproducible Biofilm Cultivation of Chemostat-Grown Escherichia coli and Investigation of Bacterial Adhesion on Biomaterials Using a Non-Constant-Depth Film Fermenter // PLOS ONE. – 2014. – Т. 9, № 1. – С. e84837.
7. Murugesan B., Pandiyan N., Kasinathan K., Rajaiah A., Arumuga M., Subramanian P., Sonamuthu J., Samayanan S., Arumugam V. R., Marimuthu K., Yurong C., Mahalingam S. Fabrication of heteroatom doped NFP-MWCNT and NFB-MWCNT nanocomposite from imidazolium ionic liquid functionalized MWCNT for antibiofilm and wound healing in Wistar rats: Synthesis, characterization, in-vitro and in-vivo studies // Materials Science and Engineering: C. – 2020. – Т. 111. – С. 110791.
8. Kushkina K. D., Shemukhin A. A., Vorobyeva E. A., Bukunov K. A., Evseev A. P., Tatarintsev A. A., Maslakov K. I., Chechenin N. G., Chernysh V. S. Evolution of the multi-walled carbon nanotubes structure with increasing fluence of He ion irradiation // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2018. – Т. 430. – С. 11-17.
9. Carlson R., Srienc F. Fundamental Escherichia coli biochemical pathways for biomass and energy production: Identification of reactions // Biotechnology and Bioengineering. -- 2004. -- Т. 85, № 1. -- С. 1-19.

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКИХ ДИСПЛЕЕВ

А.С. Коваленко [1], А.М. Николаев [1], О.А. Шилова [1,2,3]

[1]*Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук (ИХС РАН),*
[2]*Санкт-Петербургский государственный технологический институт,*
[3]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)*

Аннотация. Работа посвящена исследованию наноматериалов, перспективных в качестве пигментный частиц электронных чернил для электрофоретических дисплеев. В качестве черного пигмента в данной работе были получены и исследованы наночастицы оксидов железа, как в чистом виде, так и в оболочке олеиновой кислоты. В качестве пигментных частиц белого цвета исследовался нанопорошок диоксида титана. На основе данных веществ были созданы суспензии в различных жидкостях, которые исследовались на перспективность их применение в качестве электронных чернил для электрофоретических дисплеев. Наилучшие результаты были достигнуты при использовании циклогексана в качестве дисперсионной среды при создании электронных чернил.

Ключевые слова: электрофоретический дисплей, электронные чернила, наночастицы оксидов железа, наночастицы диоксида титана, метод химического осаждения, суспензии, агрегативная устойчивость суспензий.

В настоящее время большое внимание ученых уделяется оптимизации технологий в области электронных устройств, которые способствуют улучшению качества жизни и здоровья людей. Одной из таких передовых технологий является «электронная бумага».

Принцип работы «электронной бумаги» основан на явлении электрофореза (рис.1). Микрокапсулы чернил содержат заряженные частицы чистого белого цвета и черные частицы с противоположным зарядом. Под действием электрического поля пигмент устанавливается в желаемое положение и окрашивает капсулу в белый, черный или промежуточный серый цвет.

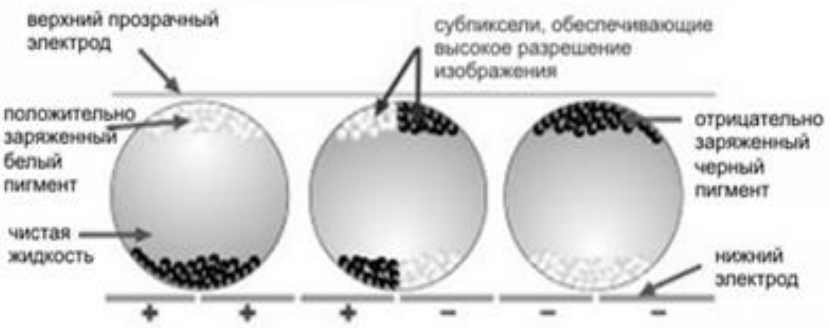


Рис. 1. Принцип действия электронных чернил

В целом, оптические и электрические свойства «электронной бумаги» во многом зависят от состава применяемой суспензии, которую также называют «электронными чернилами». В состав таких чернил входят пигментные частицы черного и белого цвета и диэлектрическая жидкость. В качестве белого пигмента широко используется диоксид титана, благодаря своим замечательным оптическим, электрическим и химическим свойствам.

В качестве диэлектрической жидкости выступают неполярные растворители, такие как толуол, циклогексан, тетрахлорэтилен, в чистом виде или в виде смесей. В качестве черных пигментов «электронных чернил» могут быть перспективны оксиды металлов (в частности оксид железа – магнетит), благодаря хорошей устойчивости в органических растворителях, однако эта область исследований в настоящее время является не изученной.

Целью данной работы является разработка и исследование электронных чернил для электрофоретических дисплеев на основе наночастиц оксидов железа и титана.

В данной работе в качестве пигментных частиц черного цвета использовались наночастицы оксида железа, как в чистом виде (Fe_3O_4) так и в виде композитных частиц типа ядро-оболочка: магнетит в оболочке олеиновой кислоты (Fe_3O_4@ol.ac.). В качестве пигментных частиц белого цвета использовали коммерческие наночастицы диоксида титана фирмы Plasmotherm.

Наночастицы Fe_3O_4 были получены методом совместного осаждения из водных растворов хлоридов двух- и трехвалентного железа. Для этого 0,5 М водные растворы хлоридов железа смешивали в заданном стехиометрическом соотношении (Fe^{3+}: Fe^{2+} = 2:1). Далее раствор подвергали барботированию аргоном с целью удаления растворенного в воде кислорода в течение 1 часа. Затем раствор нагревали до 60 °С и проводили процесс осаждения с использованием 6,25 % водного раствора гидроксида аммония при постоянном перемешивании и барботировании аргоном. В процессе осаждения наблюдалось выпадение осадка черного цвета. Осаждения проводили до того момента, пока pH реакционного объема не стал равен 11. Полученный осадок отмывали от маточного раствора дистиллированной водой с использованием метода фильтрации. Промытый осадок сушили в сушильном шкафу при температуре 100 °С до полного высыхания.

Наночастицы Fe_3O_4@ol.ac. получали по аналогичной методике. Однако в данном случае к свежевыпавшему осадку (до стадии отмывки) добавляли 1 мл олеиновой кислоты и осуществляли дополнительное перемешивание в течение 1 часа. Далее полученные наночастицы отмывали от маточного раствора несколько раз дистиллированной водой с использованием магнитной сепарации с последующей декантацией до нейтрального значения pH (pH = 7). Отмытый осадок просушивали от воды в сушильном шкафу при температуре 100 °С до полного высыхания.

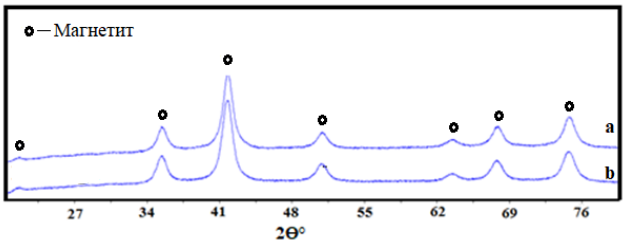


Рис. 2. Рентгенограммы наночастиц оксидов железа: a – без олеиновой кислоты, b – с олеиновой кислотой

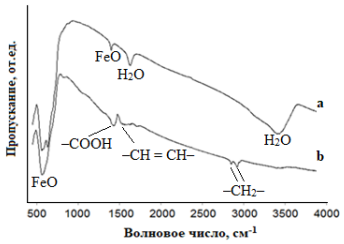


Рис. 3. ИК-спектры нанопорошков Fe_3O_4 (a) и Fe_3O_4@ol.ac.(b)

Ренгенофазовый анализ наночастиц оксидов железа с олеиновой кислотой (рис.2, b) и без нее (рис.2, a) показал, что в обоих случаях действительно были получены нанопорошки, имеющие фазовый состав магнетита. Широкие пики на рентгенограммах подтверждают, что порошки состоят из наноразмерных частиц. Не смотря на то, что наночастицы Fe_3O_4 и Fe_3O_4@ol.ac. были отделены от маточного раствора различными методами (Fe_3O_4 – фильтрацией, а Fe_3O_4@ol.ac. – магнитной сепарацией с последующей декантацией) и на то, что наночастицы Fe_3O_4@ol.ac. были получены с использованием олеиновой кислоты,

они имеют одинаковый фазовый состав. То есть, способ отмывки осадка от маточного раствора и наличие поверхностно-активного вещества (олеиновой кислоты) не оказали влияния на фазовый состав полученных наночастиц оксидов железа.

Результаты исследования полученных нанопорошков оксидов железа методом инфракрасной спектроскопии представлены на рисунке 3. Полосы поглощения при 3450 см$^{-1}$ и 1633 см$^{-1}$, наблюдаемые в ИК-спектрах для обоих образцов относятся соответственно к валентным и деформационным колебаниям О–Н связи в молекулах физически сорбированной и структурной воды. Ярко выраженный пик при 580 см$^{-1}$ соответствуют валентным колебаниям связи Fe–O, что является характерным для наночастиц магнетита. Анализируя ИК-спектр наночастиц Fe_3O_4@ol.ac., можно заметить полосы поглощения при 2922 см$^{-1}$ и 2852 см$^{-1}$, которые приходятся на колебания длинной алкильной цепи $(–CH_2–)_7$, а пик при 1636 см$^{-1}$ приписывается колебаниям двойной ковалентной связи в –CH=CH–. Пик на вершине 1401 см$^{-1}$ происходит от колебаний двойной ковалентной связи в –COOH. Полученные данные подтверждают, что в обоих вариантах синтеза были получены наночастицы магнетита. В результате синтеза наночастиц Fe_3O_4 с использованием олеиновой кислоты получены композитные наночастицы Fe_3O_4@ol.ac. типа ядро-оболочка.

Результаты исследования полученных нанопорошков оксидов железа методами сканирующей электронной микроскопии и просвечивающей электронной микроскопии представлены на рисунке 4.

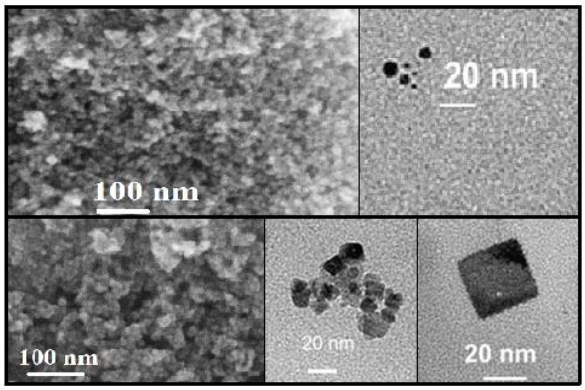


Рис. 4. Микрофотографии наночастиц Fe_3O_4 (сверху) и Fe_3O_4@ol.ac. (снизу), полученные с помощью сканирующей и просвечивающей электронных микроскопий

На рис.4.видно, что наночастицы Fe_3O_4 имеют сферическую форму, размер от 2 до 10 нм и узкое распределение по размерам. Наночастицы Fe_3O_4@ol.ac. также обладают узким распределением по размерам, однако в отличие от наночастиц Fe_3O_4 наночастицы Fe_3O_4@ol.ac. крупнее (порядка 10 – 40 нм) и их форма близка к кубической. Такое изменение в размере и форме наночастиц может быть связано с тем, что при синтезе наночастиц Fe_3O_4@ol.ac. после добавление олеиновой кислоты осадок ещё в течение часа находился в маточном растворе, что и привело к укрупнению частиц и изменению их формы.

Согласно результатам рентгенофазового анализа коммерческий порошок диоксида титана (рис.5, слева) имеет фазовый состав рутила, т.е. фазы диоксида титана, которая получается при проведении его синтеза при высоких температурах (800 – 1800 °C). Узкие пики на рентгенограмме говорят о хорошей окристаллизованности частиц данного порошка.

Результаты исследования нанопорошка диоксида титана методом сканирующей электронной микроскопии (рис.5, справа) подтверждают хорошую окристаллизованность частиц данного вещества, размер которых находится в диапазоне от 50 до 300 нм. Результаты комплексного исследования наночастиц оксидов железа и титана показали, что исследуемые вещества обладают необходимыми свойствами, предъявляемыми к пигментным

частицам «электронных чернил», а именно имеют требуемую насыщенность цвета (черного и белого), определенный фазовый состав, наноразмерность и узкое распределение частиц по размерам, что делает их перспективными для использования в поставленных целях.

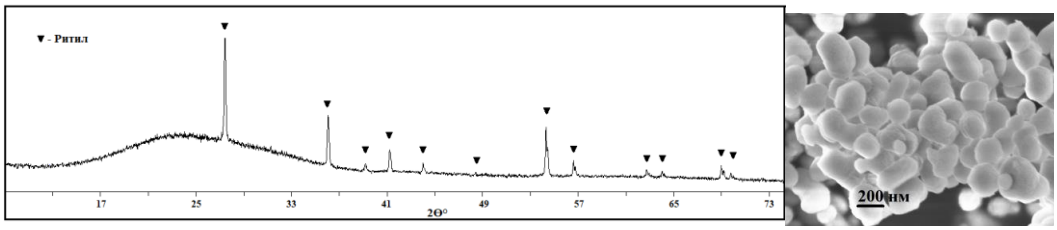


Рис. 5. Рентгенограмма (слева) и микрофотография (справа) порошка диоксида титана.

На основе синтезированных образцов оксидов железа и коммерческого порошка диоксида титана созданы суспензии в различных жидкостях: воде, толуоле, тетрахлорэтилене, циклогексане. Суспензии получали путем диспергирования 5 мг наночастиц исследуемых веществ в 50 мл определенной жидкости при ультразвуковом воздействии в ультразвуковой ванне (240 Вт, 40 кГц) в течение 20 минут. Агрегативная устойчивость полученных суспензий была проанализирована с помощью метода динамического рассеяния света на приборе NanoBrook 90 Plus Zeta путем измерения гидродинамического диаметра частиц (D) исследуемого вещества в дисперсионной среде. Результаты данного исследования представлены в таблице 2.

Таблица 1

Оценка агрегативной устойчивости полученных суспензий

Название образца	**D, нм**			
	Дисперсионная среда			
	Вода	Циклогексан	Толуол	Тетрахлорэтилен
TiO_2	1800	530	–	860
Fe_3O_4	155	720	1700	–
Fe_3O_4@ol.ac.	185	–	320	–

где D – среднее значение гидродинамического диаметра наночастиц в суспензиях.

Видно, что исследуемые нанопорошки образуют во всех исследуемых жидкостях агломераты, которые затем находятся с ними в устойчивом равновесии. Можно заметить, что наночастицы оксидов железа (как с олеиновой кислотой, так и без нее) образуют в воде наименьшие по размеру агломераты, что является хорошей основой для сохранения агрегативной и седиментационной устойчивостей полученных суспензий. Однако использование водных суспензий в качестве электронных чернил не представляется возможным, так как вода является полярным растворителем. Сравнивая полученные значения D исследуемых веществ в органических жидкостях, можно заметить, что оптимальными значениями обладают суспензии наночастиц как оксида железа, так и оксида титана в циклогексане. Таким образом, дальнейшие исследования в области разработки электронных чернил для электрофоретических дисплеев будут проводиться именно с этим растворителем. Исследование будут направлены на изучения электрофоретического поведения исследуемых наночастиц в выбранном растворителе.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИОННО-ИНДУЦИРОВАННЫХ ДЕФЕКТОВ НА ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЮ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ ПРИ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНОВ АРГОНА

А.В. Кожемяко [1], А.А. Шемухин [2], Е.Н. Муратова [3]

[1]*Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, физический факультет, кафедра физической электроники.*

[2]*Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына.*

[3] *Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В.И. Ульянова (Ленина).*

Аннотация. Проведено облучение макропористого кремния ионами Ar^+ с энергией 100 кэВ и флюенсами от 10^{12} см$^{-2}$ до 10^{14} см$^{-2}$. Исследовано влияние ионного облучения при разных флюенсах на спектр фотолюминесценции пористого кремния. Пористый кремний до облучения обладает собственной фотолюминесценцией на длине волны 630 нм. Ионное облучение привело к синему сдвигу полосы фотолюминесценции. Первичное увеличение флюенса от 10^{12} см$^{-2}$ до 10^{13} см$^{-2}$ привело к снижению интенсивности фотолюминесценции, не влияя при этом на размер сдвига максимума. При последующем увеличении ионного флюенса от $3\cdot10^{13}$ см$^{-2}$ до 10^{14} см$^{-2}$ в спектре выделяется второй пик в районе 550 нм. Обсуждаются основные механизмы фотолюминесценции в пористом кремнии.

Ключевые слова: пористый кремний, ионная имплантация, фотолюминесценция

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 19-32-90174

Обладающий собственной фотолюминесценцией, пористый кремний является перспективным материалом для изготовления оптических устройств. На основе пористого кремня разрабатываются светодиоды [1], молекулярные датчики [2], фотоэлектрические элементы [3, 4]. Кроме того, данный материал является биосовместимым и биоразлагаемым, что позволяет использовать его в биосенсорике [5].

Не смотря на большое количество исследований, природа фотолюминесцентного пористого кремния изучена недостаточно. В большинстве работ [6-8] фотолюминесцентный пик пористого кремния, находящийся в области длин волн 600-700 нм, объясняется присутствием в его структуре нанокристаллов, а сдвиг максимума пика ФЛ при различной обработке образцов – изменением размера нанокристаллов, то есть проявлением наноразмерного эффекта и изменением ширины запрещенной зоны. В ряде других работ данный пик ФЛ связывается с присутствием в структуре групп $Si\text{-}H_n$ и Si-OH [9]. А в [10] основной причиной фотолюминесценции в пористом кремнии называются поверхностные состояния.

В данной работе было проведено облучение макропористого кремния ионами аргона с энергией 100 кэВ и ионными флюенсами от 10^{12} см$^{-2}$ до 10^{14} см$^{-2}$ и измерены спектры фотолюминесценции для всех полученных образцов. Средние размеры пор и кристаллов в макропористом кремнии превышают размеры характерные для проявления наноразмерных эффектов, что позволит исключить влияние на спектр ФЛ размера нанокристалла в его структуре. Ионная имплантация является одним из методов, позволяющим вносить изменения в состав и структуру образцов с высокой точностью и повторяемостью [11, 12], таким образом, меняя структуру поверхностных состояний. Чтобы исключить влияние на ФЛ химических связей, образованных примесными элементами, в качестве внедряемых

частиц были выбраны ионы благородного газа аргона, что позволило исследовать влияние на ФЛ только ионно-индуцированных дефектов.

Макропористый кремний был получен методом анодной поляризации в специальных электрохимических ячейках с использованием в качестве анода кремниевой пластины Si (100), которая помещалась в стеклоуглеродный тигель. Травление производили в растворе HF(49%):C2H5OH 1:1 при плотности тока 10 мА/см^2 в течение 30 мин. Получаемая таким способом структура представляет собой столбчатые поры со средним диаметром 2 мкм и толщиной монокристаллической стенки примерно 200 нм [13]. Облучение ионами аргона проводилось на ускорителе HVEE-500 [14]. Линия имплантации содержит системы фокусировки ионного пучка и сканирования мишени, а также ловушку нейтральных частиц. Рабочее давление в камере не превышает 10^{-5} Па. Спектры фотолюминесценции (ФЛ) были получены при комнатной температуре на установке «Зондовая нанолаборатория ИНТЕГРА Спектра» с использованием лазера с длиной волны излучения 472.9 нм, мощность лазера при измерении составляла 7 мВт/см^2.

Рис. 1. Спектры фотолюминесценции пористого кремния до и после облучения ионами Ar^+ с энергией 100 кэВ. 1 – спектр ФЛ пористого кремния до облучения; спектры ФЛ пористого кремния поле облучения с флюенсами: 2 – 10^{12} см$^{-2}$, интенсивность сигнала уменьшена в 8 раз; 3 - $3\cdot10^{12}$ см$^{-2}$; 4 – $3\cdot10^{13}$ см$^{-2}$; 5 – 10^{12} см$^{-2}$

На рисунке 1 представлены спектры фотолюминесценции (ФЛ) макропористого кремния до облучения и после облучения ионами Ar^+ с энергией 100 кэВ и флюенсами от 10^{12} см$^{-2}$ до 10^{14} см$^{-2}$. Максимум полосы ФЛ пористого кремния (p-Si) до облучения находится на длине волны 630 нм. После облучения с флюенсом 10^{12} см$^{-2}$ максимум сдвигается в область меньших длин волн и оказывается на длине волны 620 нм, а интенсивность возрастает в 4 раза. При увеличении флюенса до $3\cdot10^{12}$ см$^{-2}$ происходит снижение интенсивности фотолюминесценции макропористого кремния примерно в два раза по сравнению с интенсивностью ФЛ необлученного образца, дальнейшего сдвига максимума полосы ФЛ при этом не происходит. При флюенсе $3\cdot10^{13}$ см$^{-2}$ происходит дальнейшее снижение интенсивности пика ФЛ на длине волны 620 нм. Однако в спектре фотолюминесценции появляется отчётливый пик на длине волны 550 нм. При увеличении флюенса до 10^{14} см$^{-2}$ в спектре сохраняется только чёткий пик на 550 нм.

Как было сказано выше, в большинстве работ коротковолновый сдвиг максимума ФЛ объясняется уменьшением размера нанокристалла в его структуре – наноразмерный эффект. Но для его проявления характерный размер наночастицы должен быть менее 10 нм [15]. В нашем исследовании данный эффект присутствовать не может, поскольку исследуемой структурой является макропористый кремний с характерным размером кристаллической части 200 нм.

Фотолюминесценция пористого кремния также может объясняться наличием центров излучения $Si\text{-}H_n$ и Si-OH на его развитой внутренней поверхности. Ионная имплантация может приводить к изменению типа поверхностных связей за счёт образования оборванных связей на поверхности псевдорешётки p-Si. Количественный рентгеновский микроанализ показал, что содержания кислорода в образцах после облучения возрастает по сравнению с необлучённым образцом от значения 3,57 ат.% до значений 4.44 ат.% и 4.82 ат.% при флюенсах $3\cdot10^{12}$ см$^{-2}$ и $3\cdot10^{13}$ см$^{-2}$ соответственно.

Следовательно, сдвиг максимума и изменение интенсивности ФЛ может объясняться изменением типа связей на поверхности псевдорешетки, вызванным ионным облучением. Возрастание интенсивности фотолюминесценции после ионного облучения может быть вызвано значительным увеличением количества связей кремния с кислородом.

Снижение интенсивности ФЛ с ростом ионного флюенса может объясняться перестройкой электронной структуры псевдорешетки пористого кремния в результате аморфизации, что препятствует образованию уровней, с которых возможны излучательные переходы, в запрещенной зоне в результате кислородной пассивации.

На рисунке 1 видно, что интенсивность пика на длине волны 550 нм при флюенсе 10^{14} см$^{-2}$ ниже, чем при $3\cdot10^{13}$ см$^{-2}$. Это может объясняться тем, что кривая 4 (рисунок 1) является суммой сигналов фотолюминесценции на длине волны 620 нм и 550 нм. Для кривой 5 влияние сигнала на длине волны 620 нм практически отсутствует и основным является сигнал ФЛ на длине волны 550 нм.

Пик на длине волны 550 нм, появляющийся на спектрах фотолюминесценции макропористого кремния, облучённого флюенсами $3\cdot10^{13}$ см$^{-2}$ и 10^{14} см$^{-2}$ может объясняться перестройкой самой кремниевой матрицы из-за сильного накопления дефектов и их миграции при больших флюенсах. В работе [9] фотолюминесцентный пик в районе 540 – 560 нм так же относится к свойствам кремниевой матрицы.

Таким образом, в работе показано, что ионное облучение приводит к синему сдвигу полосы ФЛ. При имплантации ионов аргона с энергией 100 кэВ данный сдвиг составил 10 нм. Также наблюдается возрастание интенсивности фотолюминесценции в 4 раза после имплантации при флюенсе 10^{12} см$^{-2}$ и энергии 100 кэВ. При дальнейшем увеличении флюенса интенсивность фотолюминесценции снижается, а при флюенсах $3\cdot10^{12}$ см$^{-2}$ и выше в спектре ФЛ появляется пик на длине волны 550 нм.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 19-32-90174

Список литературы

1. F. Ronkel, J.W. Schultze, Electrochemical aspect of porous silicon formation, J. Porous Mater. 7 (2) (2000) 11–16.
2. H.F. Arrand, T.M. Benson, A. Loni, Self-aligned porous silicon optical waveguides, Electron. Lett. 33 (4) (1997) 1724–1725.
3. Gh. Ghazwan, Abdul Kahliq Ali, A. Sulamian, Hafeedh, M. Younus, Study of porous silicon behavior via neutron irradiation: fabrication and characterization, Results Phys. 14 (2019).
4. K. Hong, C. Lee, The structure and optical properties of n-type and p-type porous ilicon, J. Korean Phys. Soc. 42 (2003) S671–S675.
5. Rui Zhou, Zhenhong Jia, Xiaoyi Lv, Xiaohui Huang, The enhanced sensitivity of a porous silicon microcavity biosensor based on an angular spectrum using CdSe/ZnS quantum dots, Sensors 19 (2019) 4872.
6. Ghazwan Ghazi Ali, Ivan B. Karomi, Abdulkhaliq Ayuob Sulaiman, Abidalkarem M. Mohammed, Properties of P-type porous silicon bombarded by neutrons, Nuclear Inst. and Methods in Physics Research B 468 (2020) 23–27, DOI: 10.1016/j.nimb.2020.02.022.
7. Canham L. T., Houlton M. R., Leong W. Y., Pickering C., Keen J.M., Atmospheric impregnation of porous silicon at room temperature, J. of Appl. Phys. 1991. 70. № 1. P. 422-431. DOI: 10.1063/1.350293.

8. Li X. J., Zhu I. De, Chen Q. W., Zhang Y. H., Appl. Phys. Lett. 1999. 74. № 3. P. 389-391. DOI: 10.1063/1.123080
9. Абрамова Е. Н., Хорт А. М., Яковенко А. Г., Швец В.И., Сорокин Т.А., Сыров Ю.В., Цыганкова М.В., Природа пиков фотолюминесценции пористого кремния в интервале длин волн 460–700 нм, Доклады Академии наук. 2018. 481. № 5. с. 503–506. DOI: 10.31857/S086956520002132-8
10. Ramirez-Gutierrez C.F., Mosquera-Mosquera J.C., Rodríguez-García M.E., Porosity and roughness determination of porous silicon thin films by genetic algorithms, Journal of Luminescence. 2018. 201. P. 11–17. DOI: 10.1016/j.cocom.2014.11.003
11. Hernandez A.G., Escobosa-Echavarrıa A.E., Kudriavtsev Y., White luminescence emission from silicon implanted germanium, Appl. Surf. Sci. 2018. 428. P.1098-1105. DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.09.234.
12. Shemukhin A.A., Balakshin Yu V., Evseev A.P., Chernysh V.S., The Parameter influence of ion irradiation on the distribution profile of the defect in silicon film, Nucl. Instr. and Meth. In Phys. Res. B. 2017. 406. P.507-510. DOI: 10.1016/j.nimb.2017.04.055
13. Spivak, Y., Porous Silicon as a Material for Nanocomposites and the Effect of its Parameters on the Morphology of Silver Clusters, IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics (EExPolytech). 2018. P. 244-248 DOI:10.1109/eexpolytech.2018.8564424
14. Balakshin Yu.V., Shemukhin A.A., Nazarov A.V., Kozhemiako A.V., Chernysh V.S., In situ modification and analysis of the composition and crystal structure of a silicon target by Ion-beam methods, Technical Physics. 2018. 63. №12. P.1861-1867. DOI: 10.1134/S106378421812023X
15. Гончар К.А., Мусабек Г.К., Таурбаев Т.И., Тимошенко В.Ю., Микро- и нанокристаллические, пористые, композитные полупроводники, ФТП. 2011. 45. № 5. С. 625-628.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПУТЕЙ ПРОТОННОЙ ПРОВОДИМОСТИ В ДОПИРОВАННЫХ ИТТЕРБИЕМ ГАФНАТАХ БАРИЯ

Н. С. Котляров[1], М.Ю. Арсентьев [2]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина),*

[2]*Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН,*

Аннотация. В работе проведено исследование супер-ячейки 2×2×2 материала состава $BaHf_{0,9}Yb_{0,1}O_{3-\delta}$ (δ=0.05). Моделирование при помощи программы 3DBVSMapper [2] показало возможные пути протонной проводимости, которые являются составными и включают в себя вращения протонов проводимости вокруг атомов кислорода и прыжки протонов между соседними ионами кислорода.

Ключевые слова: электропроводность, топливные элементы, нанокерамика, протонные проводники, электролитные материалы, гафнаты, сумма валентных усилий, BVS.

Гафнат бария, легированный акцептором, представляет собой перспективный протонпроводящий оксид для различных применений, например, в электролизерах, топливных элементах или метано-конверсионных элементах. Несмотря на многие экспериментальные и теоретические исследования, существует только ограниченное понимание того, как связать сложное микроскопическое движение протона и макроскопическую протонную проводимость для всего диапазона акцепторных уровней, от низких уровней легирования до концентрированных твердых растворов.

При низких концентрациях акцепторы захватывают протоны, что приводит к снижению средней подвижности протонов. Однако с увеличением концентрации акцепторы образуют наноразмерные пути протекания с низкими энергиями миграции протонов, что приводит к сильному увеличению подвижности и проводимости протонов. Легирующие оксиды низшей валентности - оксиды редкоземельных элементов, такие как оксид иттрия (иттербия, самария, гадолиния) встраиваясь в решетку гафната бария,

замещают ион гафния, при этом заряд легирующей примеси компенсируется образованием кислородных вакансий, за счет которых осуществляется ионная проводимость. В сухой атмосфере такие твердые растворы обладают кислородно-дырочной проводимостью, а во влажной атмосфере генерируются подвижные гидроксильные протоны, которые мигрируют между соседними атомами кислорода решетки и тем самым обуславливают протонную проводимость.

Появление проводимости протонного типа возможно в атмосферах, содержащих пары воды или водород и может быть описана в соответствии с квазихимическими уравнениями:

$$H_2O(\text{г}) + V_o^{\bullet\bullet} + O_o^{\times} \leftrightarrow 2(OH)_o^{\bullet}$$

$$H_2 + 2h^{\bullet} \leftrightarrow 2H_i^{\bullet},$$

где $V_o^{\bullet\bullet}$ – кислородная вакансия, $O_o^{\times}$ – атом кислорода в регулярном узле с нейтральным зарядом, $(OH)_o^{\bullet}$ – гидроксильная группа в подрешетке кислорода с эффективным положительным зарядом, $h^{\bullet}$ – дырка, $2H_i^{\bullet}$-атом водорода в междоузлии с эффективным положительным зарядом [1].

Топологию путей миграции водорода и наиболее предпочтительные позиции для размещения атомов водорода в структуре рассчитывали методом суммы валентных усилий связи. Построение карты распределения проводилось с использованием программы 3DBVSMapper [2].

Суммы валентных усилий связи (BVS) рассчитывались по формуле:

$$BVS(A) = \sum_X S_{A-X} = \sum_j e^{\frac{R_0 - d_j}{b}},$$

где d_j – длинна связи, R_0 и b – табулированные константы.

Для материала состава $BaHf_{0,90}Yb_{0,10}O_{3-\delta}$ (δ=0.05) исследование проводилось с использованием суперячейки 2×2×2 при температуре 550°C.

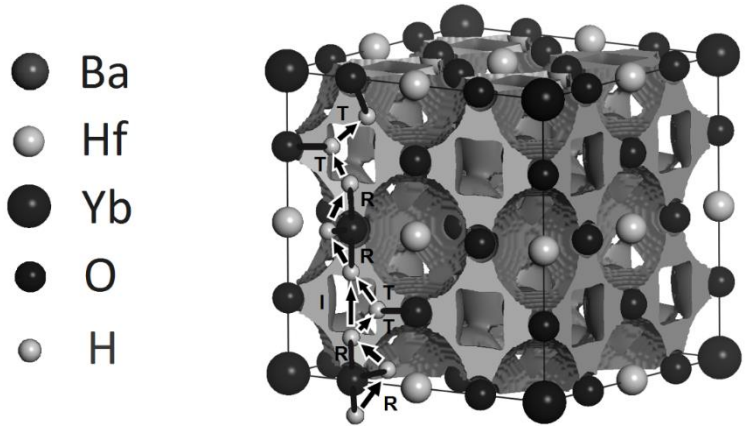


Рис. 1. Пример благоприятных путей для протонной проводимости в суперячейке 2×2×2. Он состоит из вращений (R), внутриоктаэдрических переносов (T) и межоктаэдрических переносов (I).

Протон не может существовать в структуре материала в свободном виде и захватывается кислородом решетки с образованием группы OH^- [1]. Вращение протона происходит вокруг атома кислорода, причем центр атомов кислорода остается относительно неподвижным. Вращение происходит в два этапа, после чего происходит перенос к следующему атому кислорода. Затем следует еще один перенос и снова вращение в два этапа. Повторяющийся цикл приводит к катионной проводимости вдоль пути, обозначенному как

RRTTRRTT (рис.1). Результаты исследований показывают большое количество возможных путей миграции водорода, которые состоят из вращений (R), внутриоктаэдрических переносов (T) и межоктаэдрических переносов (I). Вращение протона происходит вокруг атома кислорода, причем центр атомов кислорода остается относительно неподвижным [3].

Экспериментально выяснено, что на протонную проводимость бариевой керамики сильное влияние оказывает влажность воздуха [4]:

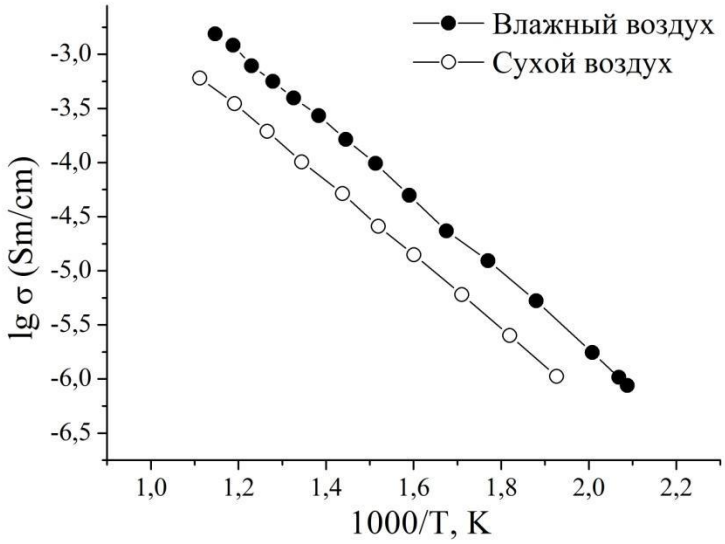


Рис. 2. Температурная зависимость проводимости образца состава $BaCe_{0,4}Zr_{0,5}Y_{0,1}O_{3-\delta}$ во влажном (P_{H2O} = 2,35 кПа) и сухом (P_{H2O} = 0,04 кПа) воздухе.

Проведённые исследования показывают перспективность использования керамических материалов состава $BaHf_{0,9}Yb_{0,1}O_{3-\delta}$ в качестве протонпроводящих электролитов твердооксидных топливных элементов.

Список литературы

1. Анимица И. Е., Протонный транспорт в сложных оксидах: учебное пособие / И. Е. Анимица. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. – 216с.
2. Sale, Matthew & Avdeev, Max. (2017). 3DBVSMAPPER : a program for automatically generating bond-valence sum landscapes. Corrigendum. Journal of Applied Crystallography. 50. 10.1107/S1600576717016119.
3. Gomez, Maria & Chunduru, Mythili & Chigweshe, Lorencia & Foster, Leigh & Fensin, Saryu & Fletcher, Katharyn & Fernandez, Laura. The effect of yttrium dopant on the proton conduction pathways of BaZrO3, a cubic perovskite. // The Journal of chemical physics 2010. 132. 214709. 10.1063/1.3447377.
4. Калинина М.В., Симоненко Т.Л., Арсентьев М.Ю., Федоренко Н.Ю., Тихонов П.А., Шилова О.А., Протонпроводящая керамика на основе гафната и церата бария, легированных оксидами циркония, иттрия и иттербия для электролитов топливных элементов., в печати.

РАЗРАБОТКА МОДЕЛИ БИПОЛЯРНОГО ТРАНЗИСТОРА НА ОСНОВЕ SIC ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В СОВРЕМЕННЫХ САПР

Е. М. Кристюк

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Новые транзисторы с улучшенными характеристиками выпускаются постоянно, а создание модели — долгий и кропотливый процесс. В данной статье мы используем среду проектирования Cadence для того, чтобы разработать модель биполярного транзистора, используя его вольт-амперную характеристику.

Ключевые слова: Cadence, Pspice Model Editor, модель Эберса-Молла, биполярный транзистор, карбид кремния.

В данный момент большой интерес вызывает создание устройств на основе широкозонных материалов: карбида кремния SiC и нитридов III-й группы, так как они обладают рядом уникальных свойств: большая ширина запрещенной зоны (3−3.3 эВ для различных политипных форм), чрезвычайно высокое критическое поле лавинного пробоя (2−5 МВ/см), теплопроводность (3−5 Вт/см*К), превосходящая при комнатной температуре теплопроводность меди. Вследствие чего карбид кремния является одним из наиболее перспективных материалов для высокотемпературной, радиационно стойкой, мощной и быстродействующей электроники [1].

Электронные компоненты в программах компьютерного моделирования представляются в виде схем замещения или моделей. Достоверность результатов моделирования зависит от того, насколько точно модель учитывает характеристики реального электронного прибора. Разумеется, нельзя с помощью программы компьютерного моделирования исследовать результат действия какого-либо эффекта, присущего электронному прибору, если этот эффект не учитывается в его модели.

Рассмотрим модели элементов, используемых в программах схемотехнического моделирования. Следует подчеркнуть, что эти модели разрабатывались применительно к программе SPICE, поэтому их часто называют SPICE-моделями. Создание таких моделей было длительным процессом, в котором участвовало множество высококвалифицированных специалистов. SPICE имеет встроенные модели для большинства электронных компонентов: диодов, биполярных транзисторов, полевых транзисторов с управляющим p-n-переходом, МОП-транзисторов, линий передачи с распределенными параметрами, связанных индуктивных катушек и т.д. [2].

Наиболее известной моделью биполярного транзистора является модель Эберса-Молла. Простейший вариант этой модели, называемый инжекционным, показан на рисунке 1.

Модель Эберса-Молла позволяет анализировать биполярный транзистор в любом из четырех режимов: активном, насыщения, инверсном и отсечки. Чтобы показать это, запишем уравнения для токов эмиттера, базы и коллектора.

Биполярные транзисторы характеризуются рядом физических параметров, на основе которых рассчитываются параметры математических моделей транзисторов, используемых в программах схемотехнического моделирования аналоговых и цифро-аналоговых

схем. Расчет производится с помощью программ Parts, Model Editor, входящих в состав некоторых программ схемотехнического моделирования.

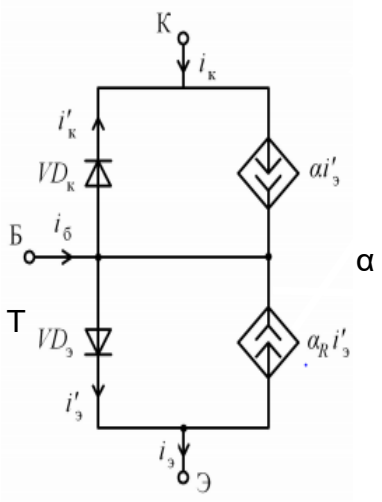


Рис. 1. Изображение модели Эберса-Молла

Процесс создания модели транзистора.

В данном разделе описываются этапы создания модели транзистора с выбранными значениями, а также добавление этой модели в библиотеку среды Cadence.

Как образец была взята модель биполярного транзистора f199. Данные для программы Pspice Model Editor можно найти на сайте разработчиков или производителей транзисторов [3].

В программе Pspice Model Editor необходимо создать новую модель биполярного транзистора. После этого в техническое описание модели необходимо добавить параметры транзистора: *BeginParam; *IS=403.10E-18 (10.000E-21,1.0000E-6,0); *BF=122.50 (1,1.5000E3,0); *NF=.9847 (.8,1.2000,0); *VAF=135 (0,1.0000E3,0); *IKF=65.000E-3 (10.000E-3,20,0); *ISE=91.870E-18 (0,1,0); *NE=1.2400 (1,2,0); *BR=5.0360 (.1,500,0); *NR=.991 (.1,5,0); *VAR=8 (0,1.0000E3,0); *IKR=40.000E-3 (10.000E-3,20,0); *ISC=410.00E-15 (0,1,0); *NC=1.3700 (1,3,0); *NK=.5 (.1,5,0); *RE=.402 (0,100.00E3,0); *RB=16 (0,100,0); *RC=5 (0,100.00E3,0); *CJE=2.2580E-12 (0,1,0); *VJE=.444 (.35,1.5000,0); *MJE=.136 (.1,1,0); *CJC=933.30E-15 (0,1,0); *VJC=.2488 (.35,1.5000,0); *MJC=.1974 (.1,1,0); *FC=.9001 (.1,1.5000,0); *TF=292.00E-12 (0,1,0); *XTF=8 (0,100.00E3,0); *VTF=8 (0,100.00E3,0); *ITF=.14 (0,100.00E3,0); *PTF=20 (0,360,0); *TR=35.000E-9 (0,1,0); *EG=1.1100 (.69,5,0); *XTB=0 (0,100.00E3,0); *XTI=3 (.1,100.00E3,0); *EndParam.

Для работы данной модели транзистора в среде проектирование OrCad Cadence производится экспорт модели (рис.2) из Pspice Model Editor.

Далее необходимо создать новый проект в программе OrCad. После чего добавляем в библиотеку, созданную в Pspice Model Editor модель транзистора. Теперь можно создавать цепь и производить моделирование [2,3].

Наиболее общий способ охарактеризовать модель заключается в том, чтобы ввести информацию из справочных данных для каждой характеристики устройства. После того

как пользователь удовлетворен поведением каждой характеристики, можно произвести с помощью Model Editor извлечение соответствующих параметров модели и сгенерировать график, показывающий поведение характеристики. Этот процесс называют подгонкой. Можно повторять этот процесс до получения удовлетворительных результатов, после чего сохранить их.

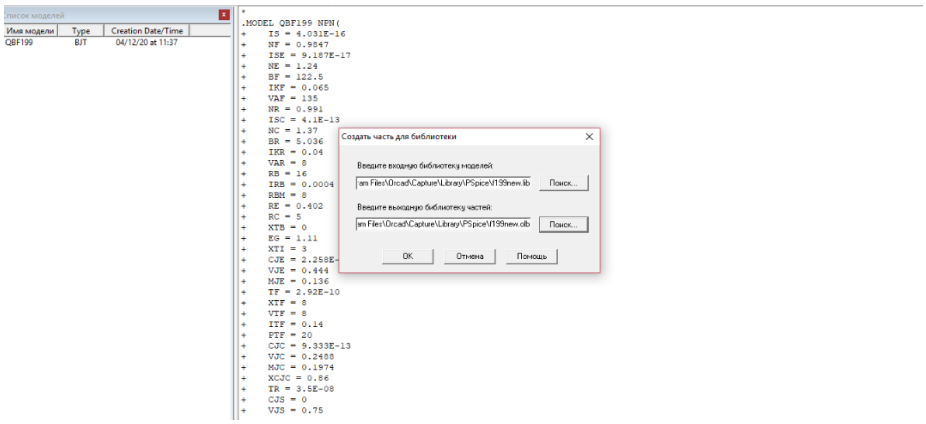
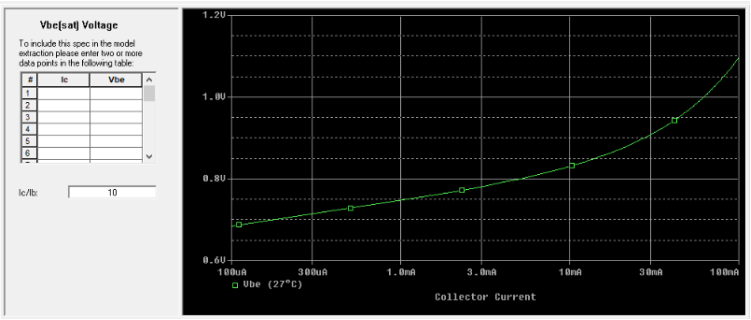
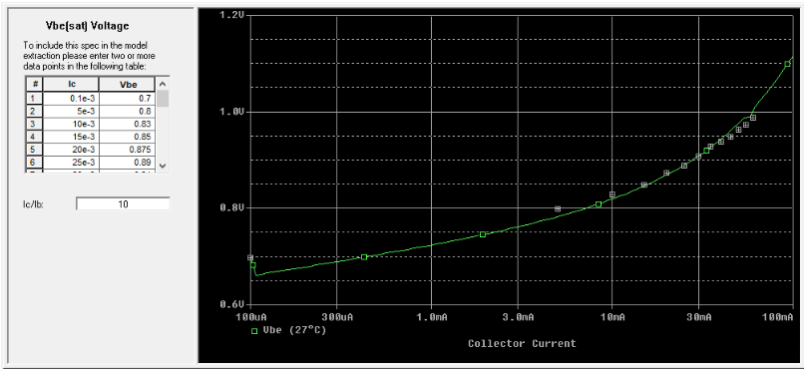


Рис.2. Готовая модель транзистора в среде проектирования OrCad Cadence.



(а)



(б)

Рис.3. ВАХ модели на основе технологических параметров (а) и модели на основе ВАХ реального прибора(б)

Но в данной работе было принято решение пойти другим путем. Необходимо по вольт-амперной характеристике, при использовании Pspice Model Editor необходимо найти параметры биполярного транзистора. Это позволит создать модель данного транзистора в Pspice Model Editor. После чего можно использовать модель транзистора в программе OrCad. Предварительно экспортировав его из Pspice Model Editor. Данная модель

транзистора позволит производить моделирование с различными электрическими цепями. Так же для примера была взята модель биполярного транзистора f199.

Параметры

Parameter Name	Value	Minimum	Maximum	Default	Active	Fixed
IS	4.031e-016	1e-020	1e-006	1e-014	☑	☐
BF	122.5	1	1500	100	☐	☐
NF	0.9847	0.8	1.2	1	☐	☐
VAF	135	0	1000	100	☐	☐
IKF	0.065	0.01	20	0	☐	☐
ISE	9.187e-017	0	1	0	☐	☐
NE	1.24	1	2	1.5	☐	☐
BR	5.036	0.1	500	1	☐	☐
NR	0.991	0.1	5	1	☐	☐
VAR	8	0	1000	100	☐	☐
IKR	0.04	0.01	20	0	☐	☐
ISC	4.1e-013	0	1	0	☐	☐
NC	1.37	1	3	2	☐	☐
NK	0.5	0.1	5	0.5	☐	☐
RE	0.402	0	100000	0	☐	☐
RB	16	0	100	0	☑	☐
RC	5	0	100000	0	☐	☐
CJE	2.258e-012	0	1	2e-012	☐	☐
VJE	0.444	0.35	1.5	0.75	☐	☐
MJE	0.136	0.1	1	0.33	☐	☐
CJC	9.333e-013	0	1	2e-012	☐	☐
VJC	0.35	0.35	1.5	0.75	☐	☐
MJC	0.1974	0.1	1	0.33	☐	☐
FC	0.9001	0.1	1.5	0.5	☐	☐
TF	2.92e-010	0	1	1e-008	☐	☐
XTF	8	0	100000	10	☐	☐
VTF	8	0	100000	10	☐	☐
ITF	0.14	0	100000	1	☐	☐
PTF	20	0	360	0	☐	☐
TR	3.5e-008	0	1	1e-008	☐	☐
EG	1.11	0.69	5	1.11	☐	☐
XTB	0	0	100000	0	☐	☐
XTI	3	0.1	100000	3	☐	☐

(а)

Параметры

Parameter Name	Value	Minimum	Maximum	Default	Active	Fixed
IS	1.002597767608e-015	1e-020	1e-006	1e-014	☑	☐
BF	100	1	1500	100	☐	☐
NF	1	0.8	1.2	1	☐	☐
VAF	100	0	1000	100	☐	☐
IKF	0.01	0.01	20	0	☐	☐
ISE	0	0	1	0	☐	☐
NE	1.5	1	2	1.5	☐	☐
BR	1	0.1	500	1	☐	☐
NR	1	0.1	5	1	☐	☐
VAR	100	0	1000	100	☐	☐
IKR	0.01	0.01	20	0	☐	☐
ISC	0	0	1	0	☐	☐
NC	2	1	3	2	☐	☐
NK	0.5	0.1	5	0.5	☐	☐
RE	0	0	100000	0	☐	☐
RB	22.17469094927	0	100	0	☑	☐
RC	0	0	100000	0	☐	☐
CJE	2e-012	0	1	2e-012	☐	☐
VJE	0.75	0.35	1.5	0.75	☐	☐
MJE	0.33	0.1	1	0.33	☐	☐
CJC	2e-012	0	1	2e-012	☐	☐
VJC	0.75	0.35	1.5	0.75	☐	☐
MJC	0.33	0.1	1	0.33	☐	☐
FC	0.5	0.1	1.5	0.5	☐	☐
TF	1e-008	0	1	1e-008	☐	☐
XTF	10	0	100000	10	☐	☐
VTF	10	0	100000	10	☐	☐
ITF	1	0	100000	1	☐	☐
PTF	0	0	360	0	☐	☐
TR	1e-008	0	1	1e-008	☐	☐
EG	1.11	0.69	5	1.11	☐	☐
XTB	0	0	100000	0	☐	☐
XTI	3	0.1	100000	3	☐	☐

(б)

Рис.4. Техническое описание модели на основе технологических параметров (а) и модели на основе ВАХ реального прибора(б)

Были проведены сравнения параметров модели транзистора, построенного по ВАХ (рисунок 3(б), с параметрами модели транзистора, взятого в качестве образца (рисунок 3(а)). На рисунке 4 (а и б) видно, что некоторые итоговые параметры полученной модели транзистора отличаются от параметров образца. Это можно объяснить, во-первых, погрешностью записи ВАХ, во-вторых, тем, что некоторые параметры транзистора не зависят напрямую от параметров ВАХ. В дальнейшем будет произведена корректировка параметров, для получения более точной модели транзистора.

Список литературы

1. Muhammad Shakir, Shuoben Hou, Raheleh Hedayati, Bengt Gunnar Malm, Mikael Östling and Carl-Mikael Zetterling Towards Silicon Carbide VLSI Circuits for Extreme Environment Applications Electronics 2019,8, 496
2. URL: http://ikit.edu.sfu-kras.ru/CP_Electronics/pages/soft/models.pdf
3. Разевиг В. Д. Система проектирования OrCAD 9.2. М.: Солон-Р. 2001.
4. URL: http://radiomaster.ru/cad/orcad/glava5/index3.php

МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ ЕМКОСТНОЙ ДАТЧИК

Д.С. Кулманаков, Н.С. Пщелко, И.П. Костовский

Военная академия связи им. С.М. Буденного

Аннотация. В работе рассматриваются вопросы, связанные с технической реализацией искусственного тактильного зондирования окружающей среды с помощью емкостных датчиков. Анализируется зависимость емкости планарного конденсатора до наблюдаемого объекта. Показано, что при приближении издалека объекта к датчику эта емкость вначале плавно уменьшается, а затем на малых расстояниях резко возрастает. Предложено объяснение этой зависимости, основанное на перераспределении электрических полей, вызываемых объектом. Разработанный датчик может работать в двух основных режимах: 1. Определение расстояния до объекта при известных его электрофизических характеристиках. 2. Определение электрофизических характеристик объекта при известном расстоянии до объекта. Рассматривается работа предложенной электрической схемы датчика. Приведены примеры результатов измерений, полученные с помощью разработанного датчика.

Ключевые слова: емкостной датчик, электрическое поле, тактильное зондирование, схемотехническая реализация, электрофизические характеристики.

Проблема технической реализации искусственного тактильного зондирования окружающей среды представляет большой интерес как при проведении фундаментальных исследований, так и для технических приложений. Указанное зондирование подразумевает возможность определения широкого круга различных физических характеристик материалов и определения их положения в пространстве. Так, например, в настоящее время шагающие антропоморфные роботы являются одной из быстроразвивающихся технологий, связанных с робототехникой. Такие роботы получают данные об окружающей среде, используя различные датчики.

Датчики, встроенные в ножку робота, представляют особый интерес. Назначение сенсорных систем в подошвах ходьбы антропоморфных роботов состоит не только в измерении силы в отдельных точках на опорной поверхности стопы. Не менее важна проблема уклонения от столкновений в неизвестных или частично смоделированных средах, а также определение химического состава препятствия, к которому происходит приближение. Данные о геометрии поверхности и близости подошвы к поверхности и ее неровностях позволяют улучшить характеристики баланса робота, а также динамику ходьбы.

Анализ литературы по данному вопросу показал, что эти и другие данные могут быть эффективно получены, в частности, с помощью датчиков, работа которых основана на использовании внешнего электрического поля, создаваемого системой электродов или электретами [1-23].

При этом следует отметить разнообразие эффектов, создаваемых электрическим полем для контроля окружающей среды [5]: оно может быть использовано как генератор информационного сигнала в датчиках с подвижными обкладками (например, электретные микрофоны и др.) [6,7,13,15,21], как источник силового воздействия [1,3,4,8,9,12,19,20], позволяющий, например, по величине электроадгезионного усилия оценить шероховатость исследуемой поверхности [10], и даже как инструмент, модифицирующий исследуемый материал [2,11,14,16,22].

Среди датчиков на основе электрического поля широко распространены емкостные датчики, в том числе, датчики приближения, применяемые в робототехнике [18]. Первый тип емкостных датчиков - это датчик приближения, концептуально основанный на принципе конденсатора с параллельными пластинами; измеряемый объект при этом действует как одна из параллельных пластин. Второй тип - это датчик приближения, концептуально основанный на принципе краевой емкости.

По ряду причин второй тип предпочтительней, поэтому именно этот тип датчика исследовался в настоящей работе.

Целью данной работы является разработка аппаратного обеспечения, обеспечивающего искусственное тактильное зондирование окружающей среды для разнообразных применений.

Задачи, которые были решены для достижения поставленной цели:

1) анализ научной и патентной литературы по теме работы

2) разработка качественных физических представлений о принципах работы датчика

3) выбор материалов, пригодных для изготовления датчика, разработка конструкции и электрической схемы для обработки информационного сигнала

4) проведение экспериментальных исследований, демонстрирующих возможности применения датчика.

В разработанном датчике используется зависимость емкости его чувствительного элемента от расстояния «наблюдаемого» датчиком объекта до поверхности этого чувствительного элемента, а также от электрофизических характеристик объекта.

Полученная в результате исследований зависимость емкости чувствительного элемента датчика от расстояния между «наблюдаемым» датчиком объектом и поверхностью чувствительного элемента качественно показана на рис.1.

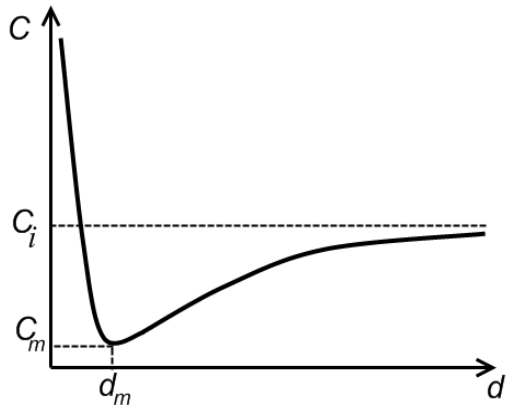


Рис.1. Зависимость емкости чувствительного элемента датчика от расстояния между «наблюдаемым» объектом и поверхностью чувствительного элемента датчика.

При этом участок от 0 до d_m - «короткодействующий» (в изготовленном макете – около 1 мм), а участок от dm до бесконечности – «дальнодействующий» - при приближении из бесконечности электропроводящего плоского объекта заметить изменение емкости можно в изготовленном макете, начиная примерно более, чем с 1 м и наблюдать ее уменьшение вплоть до минимального значения при расстоянии d_m .

Показанная на рис.1 зависимость была получена при измерении характеристик разработанного датчика, а также проверена прямым экспериментом – с помощью

измерителя емкости, подключенного к пластинам - электродам измерялась их взаимная емкость в зависимости от при приближении к ним электропроводящей пластины – объекта.

На первый взгляд, возрастание емкости при удалении объекта от планарно расположенных электродов кажется невозможным. Однако этот факт был достоверно установлен. Более того, при тщательном анализе литературных данных удалось обнаружить экспериментальные подтверждения данного наблюдения, полученные ранее другими авторами [17, 23].

В работе разработана качественная физическая модель, позволяющая объяснить наблюдаемые экспериментально результаты, разработана электрическая схема для обработки и усиления сигнала, а также изготовлен работоспособный образец. С помощью его был проведен ряд измерений, продемонстрировавший высокую чувствительность датчика и возможность его использования для различных применений, например в качестве датчика обнаружения, в качестве измерителя расстояний, в качестве прибора для измерений электрофизических характеристик материалов и др.

В качестве примера на рис.2 приведена зависимость выходного сигнала изготовленного датчика от расстояния до металлической пластины, расположенной параллельно плоскости его электродов.

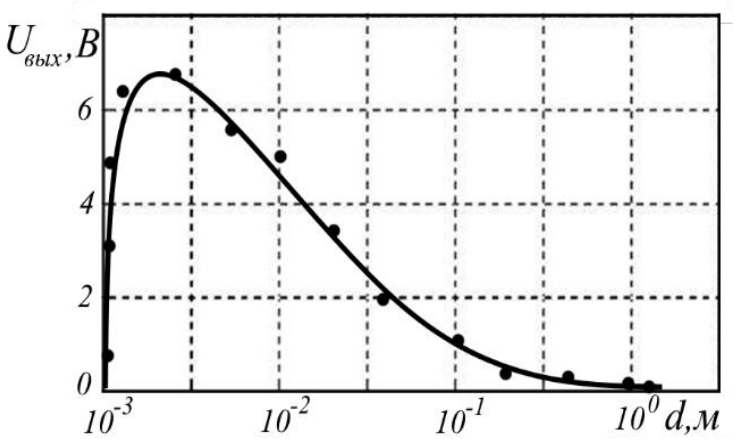


Рис.2. Зависимость выходного сигнала датчика от расстояния до металлической пластины.

Эксперименты с разработанным датчиком показали его высокую чувствительность и что с его помощью можно исследовать широкий круг диэлектрических и даже полупроводниковых материалов, а также определять их положение в пространстве.

Список литературы

1. Афанасьев В.П., Чигирев Д.А., Пщелко Н.С., Сидорова Н.П. Влияние постоянного электрического поля на процесс осаждения тонких пленок платины методом ионно-плазменного распыления. Известия высших учебных заведений России. Радиоэлектроника. 2010. № 6. С. 59-65.

2. Нагорный В.С., Колодяжный Д.Ю., Марчуков Е.Ю., Федоров С.А., Пщелко Н.С. Способ повышения эффективности сгорания углеводородного топлива. Патент на изобретение RU 2562505 C2, 10.09.2015. Заявка № 2013156223/06 от 17.12.2013.

3. Нагорный В.С., Пщелко Н.С. Экспериментальное исследование способов повышения адгезии проводящих частиц к диэлектрическим подложкам. Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Информатика. Телекоммуникации. Управление. 2009. № 3 (80). С. 185-190.

4. Нагорный В.С., Пщелко Н.С. Теоретические основы повышения адгезии проводящих слоев к диэлектрическим подложкам. Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Информатика. Телекоммуникации. Управление. 2009. № 4 (82). С. 217-221.
5. Пщелко Н.С. Электрофизические методы неразрушающего контроля и формирования металлодиэлектрических структур. Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук / Санкт-Петербургский государственный горный университет. Санкт-Петербург, 2011
6. Пщелко Н.С., Буевич В.В. Использование электрического поля для получения и неразрушающего контроля емкостных сенсоров и активаторов. Записки Горного института. 2010. Т. 186. С. 253-256.
7. Пщелко Н.С. Методика определения параметров капсюлей конденсаторных структур с подвижными обкладками. Записки Горного института. 2010. Т. 187. С. 117-124.
8. Пщелко Н.С., Мустафаев А.С. Использование полевых транзисторов для контроля характеристик диэлектриков. Записки Горного института. 2010. Т. 187. С. 125-131.
9. Пщелко Н.С., Сырков А.Г., Вахренёва Т.Г., Пантюшин И.В., Сырков Д.А. Электрофизические и химико-физические микро-и нанотехнологии усиления адгезии компонентов в системе металл-диэлектрик. Российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. № 11-12. С. 42-47.
10. Пщелко Н.С., Стоянова Т.В. Влияние шероховатости поверхностей электроадгезионного контакта на его силовые характеристики. Цветные металлы. 2008. № 5. С. 51-57.
11. Пщелко Н.С., Шаппо С.Э. Использование модифицированных поверхностей для улучшения адгезии к металлической части зубных протезов. Биотехносфера. 2014. № 4 (34). С. 19-25.
12. Пщелко Н.С. Поляризация приповерхностных слоев ионных диэлектриков на границе электроадгезионного контакта с проводником. Цветные металлы. 2005. № 9. С. 44-50.
13. Пщелко Н.С., Козодаев Д.А. Оптимизация параметров электретных микрофонов. Известия СПбГЭТУ ЛЭТИ. 1997. № 504. С. 87.
14. Спичкин Г.Л., Чистов Е.К., Пщелко Н.С., Сырков А.Г. Модификация поверхности материалов обработкой в плазме низкотемпературного объемного разряда. Цветные металлы. 2009. № 12. С. 61-66.
15. Ястребов А.С., Пщелко Н.С., Баталов Ф.И.Способ определения качества электретных электроакустических преобразователей и устройство для его реализации. Патент на изобретение RU 2132116 C1, 20.06.1999. Заявка № 97111008/28 от 02.07.1997.
16. Kuz'Min Y.I., Pshchelko N.S., Sokolova I.M., Zakrzhevskiy V.I. The percolation behaviour of electret at presence of water condensation. 8th International Symposium on Electrets, ISE-8. 1994 . Proceedings. 1994. P. 124-129.
17. Novak J. L., Feddema I. T. A capacitance-based proximity sensor for whole arm obstacle avoidance Proceedings 1992 IEEE International Conference on Robotics and Automation. IEEE, 1992. P. 1307-1314.
18. N. Pavliuk, E. Cherskikh, N. Pshchelko and A. Shabanova. Circuit Schematics of a Capacitive Proximity Sensor. 2019 1st International Conference on Control Systems, Mathematical Modelling, Automation and Energy Efficiency (SUMMA), Lipetsk, Russia, 2019. P. 486-490/ doi: 10.1109/SUMMA48161.2019.8947597.
19. Pshchelko N.S., Sevryugina M.P.Modeling of physical and chemical processes of anodic bonding technology. Advanced Materials Research. 2014. V. 1040. P. 513-518.
20. Pshchelko N.S. Interlayer polarization of ionic dielectrics at anodic bonding process with a conductor surface. Non-Ferrous Metals. 2006. № 4. С. 27-31.
21. Nikolai Pshchelko, Ekaterina Vodkailo, Olga Tsareva Method and Device for Measuring Capacitance Type Electric Trancducers Parameters. 2019 IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics (EExPolytech), St. Petersburg, Russia, 2019, pp. 214-216. doi:10.1109/EExPolytech.2019.8906822
22. Nikolai Pshchelko, Ekaterina Vodkailo, Olga Tsareva Trouble-free Operation of Ionic Dielectrics During Prolonged Exposure to Voltage. 2019 IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics (EExPolytech), St. Petersburg, Russia, 2019, pp. 211-213. doi:10.1109/EExPolytech.2019.8906886
23. Schlegl T. et al. Combined capacitive and ultrasonic distance measurement for automotive applications. IEEE sensors journal. 2011. V. 11. №. 11. P. 2636-2642.

ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ СЛОЕВ ФОСФИДА ГАЛЛИЯ, ВЫРАЩЕННЫХ МЕТОДОМ ALD НА SI

К. Курасова, А.В. Соломникова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В работе изучались слои GaP на Si, сформированные методом атомно-слоевого осаждения в разных условиях. Морфология поверхности слоев исследовалась методом атомно-силовой микроскопии. Математическая обработка полученных сканов включала определение размаха высот, средней квадратичная шероховатости, средней арифметической шероховатости. Рельеф поверхности различных слоев заметно отличается в зависимости от условий их нанесения, средняя квадратичная шероховатость варьировалась от 7.2 нм до 0.6 нм. Полученные результаты АСМ-сканирования показывают, что два из исследованных образцов с минимальным средним квадратичным размером шероховатости наиболее подходят для использования при изготовлении многопереходных солнечных элементов.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия, морфология поверхности, фосфид галлия, атомно-слоевое осаждение, солнечные элементы

В настоящее время возникает необходимость поиска и разработки альтернативных источников энергии. Одним из наиболее распространенных методов получения электроэнергии являются солнечные элементы.

«Традиционным» материалом для создания приборов фотоники считается кремний, но помимо этого используются менее распространенные полупроводниковые материалы, такие как арсенид галлия (GaAs), фосфид галлия (GaP), а также системы твердых растворов (AlGaAs, InGaAs и т.п.). Наиболее распространенным методом создания многопереходных солнечных элементов (МСЭ) является молекулярно-пучковая эпитаксия (МПЭ), однако процесс изготовления элементов данным способом достаточно сложен и требует дорогостоящего оборудования. Альтернативой МПЭ является метод атомно-слоевого осаждения (Atomic layer deposition), позволяющий выращивать тонкие пленки высокого качества [1-3]. Суть метода заключается в раздельной попеременной подаче газообразных реагентов к подложке так, что химические реакции, приводящие к росту пленок, протекают только в хемосорбированных слоях, то есть с исключением реакций в газовой фазе [4]. Данный метод позволяет достигать высокой однородности выращиваемого слоя, что необходимо при создании солнечных элементов. После проведения ростовых технологий крайне важно контролировать качество получаемой поверхности, так как при наличии высокой шероховатости увеличивается рассеяние падающего излучения на поверхности. Для диагностики поверхности обычно используются методы электронной микроскопии и атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Данная работа посвящена исследованию морфологии поверхности гетероструктур GaP на Si, являющихся основой солнечных элементов. Структуры выращивались методом ALD в Лаборатории возобновляемых источников энергии Санкт-Петербургского национального исследовательского Академического университета им. Ж.И. Алфёрова РАН. Толщина ALD слоя образцов OX585 и OX427 составляет приблизительно 40 нм, а для образцов OX490 и OX587 около 70 нм.

Морфология поверхности полученных образцов исследовалась на автоматизированном сканирующем зондовом микроскопе SolverNEXT (Москва), рисунок

1. В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли и регистрируется оптическими методами. Оптическая система АСМ настраивается так, чтобы излучение лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. По отклонению консоли строится изображения рельефа поверхности. [5]

АСМ-сканирование проводилось зондами NSG01 (рисунок 2) в полуконтактном режиме [5]. Кантилеверы имеют Au отражающие покрытие для увеличения сигнала лазера. Типичное значение резонансной частоты - 150 кГц, типичное значение силовой константы - 5.1 Н/м.

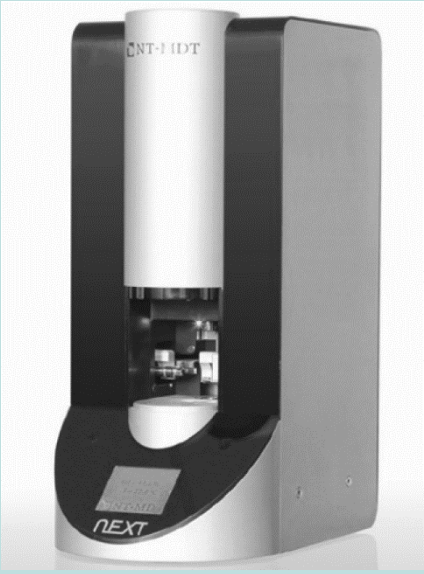


Рис. 1. Автоматизированный СЗМ SolverNEXT

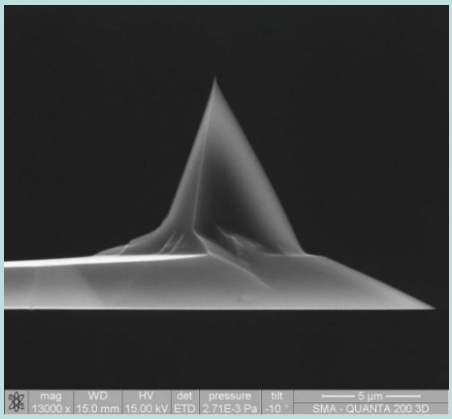


Рис. 2. Кантилевер NSG01

На рисунке 3 представлены изображения образцов в видеокамере микроскопа. На рисунках 3(в,г) над поверхностью образцов виден кантилевер с наведенным на его кончик лазерным лучом. Анализ внешнего вида поверхности говорит о ее однородности и малом количестве макродефектов для всех образцов.

Для АСМ-сканирования выбирались наиболее «чистые» участки поверхности. Для обеспечения высокого качества получаемых сканов, выбирались следующие параметры: амплитуда колебаний кантилевера – 2.7 нм, коэффициент усиления цепи обратной связи – 0.8, площадь сканирования – 900 мкм, количество точек в строке – 300. Сканирование проводилось за одинаковое для всех образцов время с варьированием площади сканирования. Измерения проводились в различных областях образцов и показали одинаковые результаты.

Математическая обработка полученных сканов включала определение следующих параметров: размах высот, средняя квадратичная шероховатость (СКШ), средняя арифметическая шероховатость (САШ).

Средняя квадратичная шероховатость – среднее квадратическое значение отклонений профиля от средней линии в пределах оценочной длины:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L}\int_0^L [Z(x)]^2 dx} \approx \left[\frac{Z_1^2 + Z_2^2 + Z_3^2 + \cdots + Z_N^2}{N}\right]^{\frac{1}{2}}.$$

В рассматриваемых образцах СКШ варьировалась от 7.2 нм для образца OX427 до 0.6 нм для образца OX587.

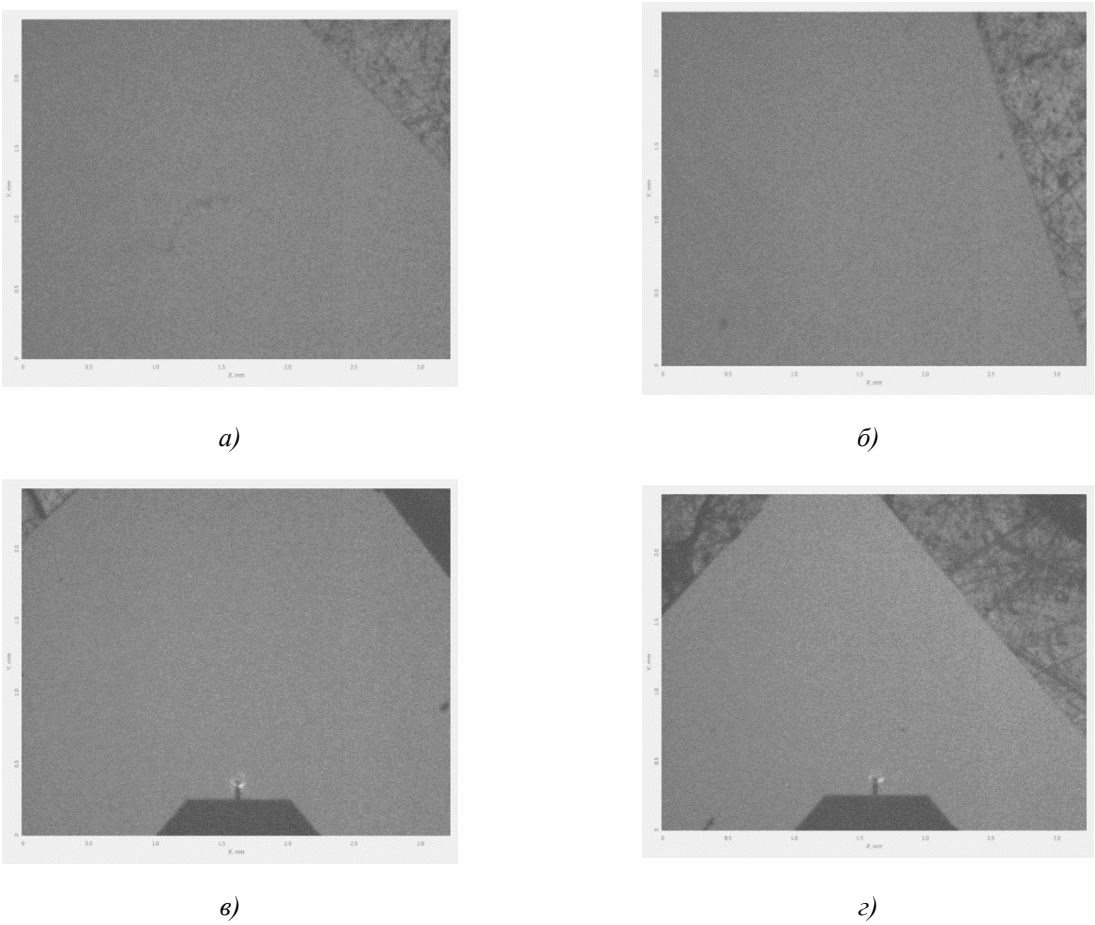


Рис. 3. Изображение поверхности образцов в видеокамере микроскопа SolverNEXT: а) OX427; б) OX427; в) OX585; г) OX587

Средняя арифметическая шероховатость – среднее арифметическое абсолютных значений отклонений высоты профиля от средней линии в пределах оценочной длины.

$$R_a = \frac{1}{L}\int_0^L |Z(x)|dx \approx (|Z_1| + |Z_2| + |Z_3| + \cdots + |Z_N|)/N.$$

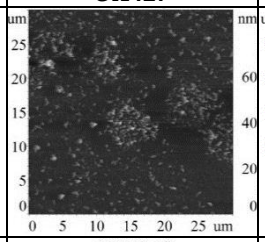
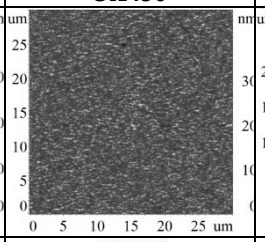
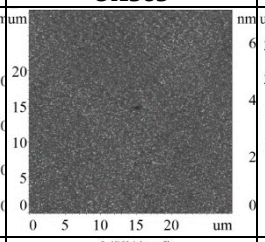
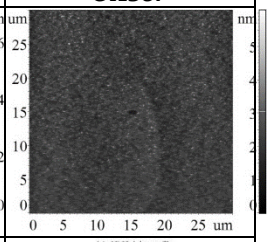
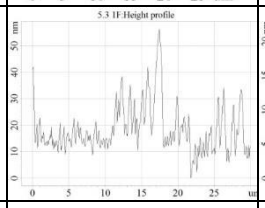
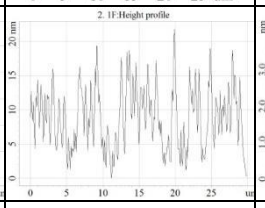
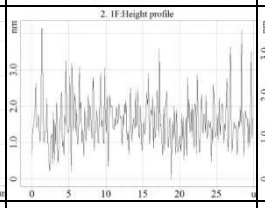
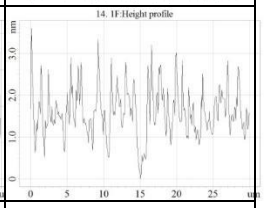
В рассматриваемых образцах САШ варьировалась от 5 нм для образца OX427 до 0.4 нм для образца OX587.

Размах высот – разница между значением в наивысшей точке и значением в самой глубокой точке. $R_y = Z_{max} - Z_{min}$.

В рассматриваемых образцах размах высот варьировался от 88.8 нм для образца OX427 до 6.1 нм для образца OX587.

В таблице 1 сведены результаты сканирования и математической обработки для каждого образца.

Таблица 1

	OX427	***OX490***	***OX585***	***OX587***
АСМ-изображение				
Профиль поверхности				
Размах высот	88.8 нм	45.7 нм	7.1 нм	6.1 нм
Средняя квадратичная шероховатость	7.2 нм	4.6 нм	0.6 нм	0.6 нм
Средняя арифметическая шероховатость	5.0 нм	3.8 нм	0.5 нм	0.4 нм

Как и следовало ожидать, рельеф поверхности различных слоев заметно отличается в зависимости от условий их нанесения. Поверхность образца OX427 имеет заметные неоднородности, для него параметры ALD роста не являются оптимальными. На поверхности образца OX490 отчетливо видны зерна размером порядка 0.1 мкм. У образцов OX585 и OX587 профиль поверхности более гладкий, не имеет явных неровностей. Для них средний квадратичный размер шероховатости составляет около 0.6 нм.Полученные результаты АСМ-сканирования показывают, что образцы OX585 и OX587 наиболее подходят для использования в изготовлении МСЭ.

Список литературы

1. Gudovskikh, A. S., Uvarov, A. V., Morozov, I. A., Baranov, A. I., Kudryashov, D. A., Nikitina, E. V., Kleider, J.-P. Si doped GaP layers grown on Si wafers by low temperature PE-ALD //Journal of Renewable and Sustainable Energy. – 2018. – V. 10(2). – C.

2. Gudovskikh, A. S., Uvarov, A. V., Morozov, I. A., Baranov, A. I., Kudryashov, D. A., Zelentsov, K. S., Kleider, J.-P. Interface Properties of GaP/Si Heterojunction Fabricated by PE-ALD //Physica Status Solidi (a). – 2018. – 1800617.

3. Gudovskikh, A.S., Zelentsov, K.S., Baranov, A.I., Kudryashov, D.A., Morozov, I.A., Nikitina, E.V. and Kleider, J.P. Study of GaP/Si heterojunction solar cells // Energy Procedia. – 2016. – №102 – C.56-63.

4. Ritala, M., Leskelä, M. Atomic layer deposition //Handbook of Thin Films. – 2002. – V. 1. – C. 103–159.

5. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии – 2004.

КВАЗИКРИСТАЛЛЫ И АПЕРИОДИЧЕСКИЕ МЕТАМАТЕРИАЛЫ: СТРУКТУРА, СВОЙСТВА И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ В МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКЕ

П.А. Мадисон

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Обсуждаются перспективы использования апериодических метаматериалов в микро- и наноэлектронике. Особое внимание обращается на возможность создания многополосных оптических волноводов и фильтров, а также на достижение эффектов оптического и акустического маскирования.

Ключевые слова: квазикристаллы, структура, симметрия, нанофотоника.

В современном материаловедении широкое внимание уделяется исследованию апериодических структур с естественным или искусственно созданным иерархическим порядком [1]. Такие материалы являются перспективными для создания устройств с принципиально новыми свойствами. Особый интерес среди них представляют квазикристаллы. Квазикристаллы были открыты Даном Шехтманом в 1982 году на основе исследования дифракции электронов в быстро охлажденном сплаве $Al_{86}Mn_{14}$ [2]. Это открытие стало поворотным для классической кристаллографии. В 1991 году Международным союзом кристаллографов было принято решение изменить определение термина кристалл, согласно которому кристаллом является система точечных масс с существенно дискретной дифракционной картиной.

Данная работа посвящена обзору уникальных свойств квазикристаллов и перспектив возможного применения апериодического порядка для создания новых материалов в микро- и наноэлектроники.

В первую очередь необходимо особо подчеркнуть фундаментальный теоретический интерес к проблеме описания структуры квазикристаллов. Известный американский физик Фриман Дайсон в своей лекции «Птицы и лягушки» утверждает, что структура квазикристаллов имеет глубокую связь с теорией чисел и проблемой тысячелетия – гипотезой Римана, описывающей распределение простых чисел [3]. Так, согласно его точке зрения, гипотетическая одномерная последовательность рассеивающих центров, расположенных в нетривиальных нулях Дзета-функции Римана, будет по определению представлять из себя квазикристаллическую структуру, поскольку ее дифракционная картина будет строго дискретной. Таким образом, Дайсон утверждает, что задача классификации возможных типов апериодического порядка и описания внутренней симметрии таких структур напрямую связана с решением одной из так называемых проблем тысячелетия.

Второй фундаментальной проблемой, связанной с квазикристаллами и апериодическим порядком, является проблема плотнейших упаковок. Гипотеза Кеплера утверждает, что наиболее плотной упаковкой шаров равного размера в трехмерном пространстве является гранецентрированная кубическая решетка. Считается, что эта гипотеза была доказана Томасом Хейлсом [4]. Однако, в его доказательстве вопрос существования самоподобных упаковок не рассматривался. Таким образом, проблема нахождения плотнейшей квазикристаллической упаковки шаров остается нерешенной. Среди возможных практических применений особый интерес представляют разного рода устройства, использующие эффекты распространения волн различной физической природы в апериодических метаматериалах. Во-первых, следует отметить возможность управления параметрами таких

метаматериалов сразу в нескольких областях длин волн. Это могут быть многополосные волноводы [5], многополосные фильтры [6], высокоточные оптические демультиплексоры [7], многочастотные источники излучения [8,9]. Во-вторых, метаматериалы с апериодическим порядком могут иметь применения в нелинейной оптике и акустике. Существуют экспериментальные подтверждения того, что некоторые апериодические устройства для генерации вторых и третьих гармоник могут в разы превосходить свои периодические аналоги по ключевым параметрам [10]. В-третьих, у апериодических материалов нет ограничения на возможный порядок осей симметрии, что открывает широкие возможности для создания структур с более изотропными пространственными свойствами, чем у периодических аналогов. Примером может служить фотонный квазикристалл с оптической запрещенной зоной во всех возможных направлениях [11]. Существует также возможность достижения Андерсоновской локализации в икосаэдрических квазикристаллах [12]. Важнейшей перспективной областью применения апериодических метаматериалов является создание устройств для оптического и акустического маскирования [13-15]. В частности, Наталья Борискина утверждает, полностью диэлектрические фотонные кристаллы могут действовать как однородные материалы с нулевым эффективным коэффициентом преломления, вследствие чего длина волны в таких материалах стремится к бесконечности [14]. Это явление открывает возможности для управления формой волнового фронта и оптического маскирования. Таким образом, исследования структуры и свойств апериодических метаматериалов представляют не только несомненный теоретический интерес, но также могут привести к уникальным практическим применениям.

Список литературы

1. Бобков А.А., Кононова И.Е., Мошников В.А. Материаловедение микро- и наносистем. Иерархические структуры / под ред. В. А. Мошникова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ “ЛЭТИ”, 2017, – 204 с.
2. Shechtman D., Blech I., Gratias D., Cahn J.W. Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry // Phys. Rev. Lett. – 1984. – V. 53. – P. 1951-1952.
3. Dyson F. J. Birds and frogs in mathematics and physics // Not. Am. Math. Soc. – 1984. – V. 56. – P. 212-223.
4. Hales T. C. A proof of the Kepler conjecture // Ann. Math. – 2005. – V. 162. – P. 1065-1952.
5. Hiltunen M., Dal Negro L., Feng N.N., Kimerling L.C., Michel J. Modeling of aperiodic fractal waveguide structures for multifrequency light transport // J. Lightwave Techn. – 2007. – V. 25. – P. 1841-1847.
6. Dong J.W., Chang M.L., Huang X.Q., Hang Z.H., Zhong Z.C, Chen W.J, Huang Z.Y., Chan C.T. Narrowband multiple wavelengths filter in aperiodic optical superlattice // Opt. Commun. – 2004. – V. 237. – P. 53-58.
7 Gerken M., Miller D.A.B. Wavelength demultiplexer using the spatial dispersion of multilayer thin-film structures // IEEE. Photonic Tech. L. – 2003. – V. 15. – P. 1097-1099.
8. Mahler L., Tredicucci A., Beltram F., Walther C., Faist J., Beere H.E., Ritchie D.A., Wiersma D.S. Quasi-periodic distributed feedback laser // Nat. Photonics. – 2010. – V. 4. – P. 165-169.
9. Dal Negro L., Yi J.H., Nguyen V., Yi Y., Michel J., Kimerling L.C. Spectrally enhanced light emission from aperiodic photonic structures // Appl. Phys. Lett. – 2005. – V. 86. – #261905.
10. Zhu Y.Y., Ming N.B. Dielectric superlattices for nonlinear optical effects // J. Sci. – 1997. – V. 31. – P. 1093-1128.
11. Florescu M., Torquato M., Steinhardt P.J. Complete band gaps in two-dimensional photonic quasicrystals // Phys. Rev. B. – 2009. – V. 80. – #155112.
12. Jeon S.Y., Kwon H., Hur K. Intrinsic photonic wave localization in a three-dimensional icosahedral quasicrystal // Nature Phys. – 2017. – V. 13. – P. 363-368.
13. Dong J.W., Chang M.L., Huang X.Q., Hang Z.H., Zhong Z.C., Chen W.J., Huang Z.Y., Chan C.T. Conical dispersion and effective zero refractive index in photonic quasicrystals // Phys. Rev. Lett. – 2015. – V. 114. –#163901.
14. Boriskina S.V. Making invisible materials // Nat. Photonics. – 2015. – V. 9. – P. 422-424.
15. Ajlouni R. Quasi-periodic geometry for architectural acoustics// Enquiry ARCC J. Architect. Res. – 2018. – V. 15. – P. 42-61.

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ МЕТАЛЛООКСИДОВ С ИЕРАРХИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ В РАМКАХ АДАПТИРОВАННОЙ ДЛЯ ГИБКОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИИ

А.А. Малкин, И.А. Аверин, А.А. Карманов

ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет»

Аннотация: Предложен подход по адаптации золь-гель технологии для гибкой электроники, обеспечивающий возможность низкотемпературного синтеза полупроводниковых металлооксидов с иерархической структурой. Проведены спектроскопические исследования качественного состава пленкообразующего золя и наноматериалов на его основе, полученных на различных типах подложек, до и после инициации фотохимических процессов. С использованием данных растровой электронной микроскопии проведена оценка структуры синтезируемых образцов.

Ключевые слова: Золь-гель технология, УФ-фотоотжиг, металооксиды, тонкие пленки, гибкие подложки.

В настоящее время гибкая электроника – активно развивающееся научно-технологическая область, фундаментом которой является совокупность технологий, обеспечивающих гибкость создаваемых устройств. Однако, не смотря на значительный прогресс в данной области и некоторую степень коммерциализации разработанных технологий, своей актуальности не теряют исследования, направленные на расширение спектра металлооксидов, которые принципиально могут быть синтезированы на гибких подложках [1]. В рамках настоящей работы предлагается подход по адаптации золь-гель технологии для гибкой электроники, обеспечивающий возможность низкотемпературного синтеза полупроводниковых металлооксидов с иерархической структурой. В качестве объекта исследований выбран оксид цинка, являющий перспективным материалом современной микро- и наноэлектроники, используемый в том числе при создании светоизлучающих устройств на квантовых точках [2] и газовых сенсоров [3, 4].

Синтез оксида цинка проводился в рамках адаптированной для гибкой электроники золь-гель технологии с учетом модификации разработанной ранее методики [5]. На первом этапе синтеза готовили пленкообразующий золь для чего 10 г дигидрат ацетата цинка – $(CH_3COO)_2Zn\cdot 2H_2O$ смешивали с 20 мл 2-метоксиэтанола – $CH_3OCH_2CH_2OH$ и 3,2 мл 2-аминоэтанола – $HOCH_2CH_2NH_2$ в круглодонной колбе и перемешивали в течение 15 минут при комнатной температуре (25 °*C*). На втором этапе золь перемешивали в течение 60 мин при температуре 60 °C с помощью магнитной мешалки, обеспечивая полное растворение ацетата цинка. Полученный пленкообразующий золь созревал в течении 24 ч при нормальных условиях, после чего наносился методом центрифугирования на гибкие подложки из алюминиевой фольги. Выбор данного типа подложек обусловлен с одной стороны удобством при проведении спектроскопических исследований, а с другой стороны их в некоторой мере гибкостью. Ключевой идеей подхода по адаптации золь-гель технологии являлось использование на последнем этапе синтеза параллельного совмещения низкотемпературного отжига (≈60 °C) и воздействия излучения ультрафиолетового диапазона длин волн (УФ-фотоотжиг), которое проводили в течение 10-150 минут.

Спектроскопические исследования качественного состава пленкообразующего золя и наноматериалов на его основе, полученных на различных типах подложек, до и после инициации фотохимических процессов проведены на ИК-Фурье-спектрометре ФСМ1201

с использованием приставки ПЗО10. На рисунке 1 представлены ИК-спектры пленкообразующего золя (для удобства восприятия спектр сдвинут относительно нулевой точки по оси ординат) и синтезированного на его основе оксида цинка, для которого на последнем этапе синтеза использовали УФ-фотоотжиг без подвода дополнительной тепловой энергии в систему.

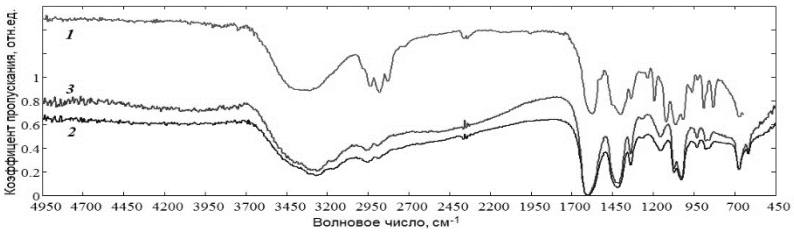


Рис. 1. ИК-спектры пропускания пленкообразующего золя (1) и иерархическиорганизованных пленок ZnO на поверхности алюминиевой фольги: 2 – до операции УФ-фотоотжига; 3 – после операции УФ-фотоотжига

Анализ представленных данных показывает, что ИК-спектры образцов до и после операции УФ-фотоотжига содержит идентичные полосы и пики поглощения, по большей части совпадающие с модами характерными для пленкообразующего золя [6]. В целом на анализируемых спектрах можно выделить характерные для 2-метоксиэтанола и 2-аминоэтанола минимумы пропускания, отвечающие колебаниям углеродного скелета C-C, колебаниям связям R–O–H и C-O-H (где R – углеводородный радикал), а также CH_2, CH_3 и NH_2 групп соответственно. При этом о присутствии в золе растворенного ацетата цинка можно судить по наличию пиков поглощения при 940 и 970 cm^{-1}, отвечающих колебаниям $R\text{-}COO^-$ группы. Углекислый газ также активно растворяется в 2-метоксиэтаноле, а, следовательно, и в пленкообразующем золе, о чем можно судить по наличию максимума поглощения при 2360 $см^{-1}$.

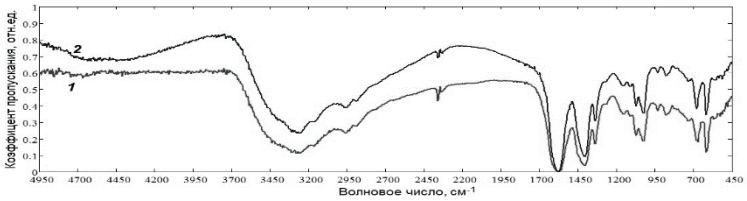


Рис. 2. ИК-спектры иерархическиорганизованных пленок ZnO на поверхности алюминиевой фольги: 1 – до операции фотоотжига; 2 – после параллельного совмещения низкотемпературной обработки и УФ-фотоотжига

Однако сопоставление ИК-спектров пропускания пленкообразующего золя и иерархически организованных пленок до и после проведения операции УФ-фотоотжига, позволяет сделать вывод о том, что без подведения дополнительной тепловой энергии, явно обнаруживаемые физико-химические процессы, связанные образованием новых химических связей, не протекают [7]. В связи с этим были проведены спектроскопические исследования иерархически организованных пленок оксида цинка, на последнем этапе синтеза которых использовалось параллельное совмещение операций УФ-фотоожига и низкотемпературного термического отжига (рисунок 2).

Анализ представленных на рисунке 2 ИК-спектров подтвердил предположение о необходимости подвода дополнительной тепловой энергии в золь-гель наносистемы при проведении УФ-фотоожига. При этом, согласно полученным данным для инициации фотохимических процессов по расколу алкокси групп и активации атомов металла и кисло-

рода для формирования Zn-O-Zn связей, достаточно нагрева до температур менее 110 °C (для образцов, соответствующих кривой 2 на рисунке 3, температура по данным пирометрических измерений составляла ~60°C).

На заключительном этапе исследований с помощью с помощью растрового электронного микроскопа VRGA 3 SBH (TESCAN, Чехия) была проведена оценка структуры синтезируемых пленок ZnO (рисунок 3). Для сравнения на рисунке 3, б приведено РЭМ-изображение пленок оксида цинка, полученных в рамках золь-гель технологии с использованием классического высокотемпературного отжига (~550 °C).

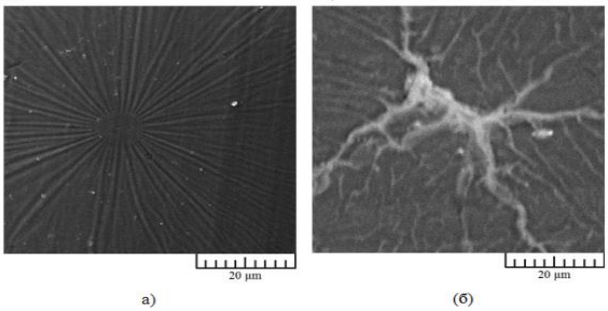


Рис. 3. РЭМ-изображения пленок ZnO, полученных с использованием УФ-фотоожига (а) и высокотемпературной обработки (б) на алюминиевой фольге

Анализ представленных изображений показал, что в процессе УФ-фотоотжига на подложках из алюминиевой фольги образуются радиально ориентированные массивы оксида цинка, имеющие размер в поперечном сечении 0.5-3 мкм и длину 10-100 мкм. Формирование данных массивов преимущественно происходит из локальных центров роста со сферической симметрией, в качестве которых выступают дефекты подложки и сферически подобные фрактальные агрегаты, формирующиеся на самых ранних стадиях синтеза.

Сопоставление данных по структуре пленок ZnO, полученных в рамках предложенного подхода по адаптации золь-гель технологии для гибкой электроники и классического термического отжига при высоких температурах, позволяет сделать вывод что в обоих случаях протекают близкие по своей сути физико-химические процессы в ходе которых образуются иерархические организованные пленки ZnO. Однако в случае параллельного совмещения низкотемпературного отжига и УФ-фотоотжига, по всей видимости, наблюдается меньшее число центров роста, что приводит к ограничению роста структуры наноматериала на начальных этапах.

Список литературы

1. Gupta S. Navaraj W. T., Lorenzelli L., Dahiya R. Ultra-thin chips for high-performance flexible electronics // npj Flexible Electronics. – 2018. – V. 2. – №. 1. – P. 1-17.

2. Son D. I. Kwon B.W., Park D.H., Seo W.-S., Yi Y., Angadi B., Lee C.-L., Choi W.K. Emissive ZnO–graphene quantum dots for white-light-emitting diodes //Nature nanotechnology. – 2012. – V. 7. – №. 7. – P. 465.

3. Pronin I.A., Averin I.A., Yakushova N.D., Dimitrov D.T., Krasteva L.K., Papazova K.I., Chanachev A.S., Bojinova A.S., Georgieva A.T., Moshnikov V.A. Pronin I. A. et al. Theoretical and experimental investigations of ethanol vapour sensitive properties of junctions composed from produced by sol–gel technology pure and Fe modified nanostructured ZnO thin films // Sensors and Actuators A: Physical. – 2014. – Vol. 206. – P. 88-96.

4. Belorus A.O., Pastukhov A.I., Vasyukov A.M., Moshnikov V.A., Pleshanov I.M. Formation of ZnO nanoparticles using electrochemical deposition technique for applications in sensorics and biomedicine // Proceedings of the 2019 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering, ElConRus. – 2019. – P. 763-764.

5. Пронин И.А., Аверин И.А., Якушова Н.Д., Карманов А.А., Мошников В.А., Теруков Е.И. Направленная самосборка микро- и нанопроводов оксида цинка // Письма в Журнал технической физики. – 2019. – Т. 45. – № 12. – С. 45-48.

6. Крупкин Е.И., Аверин И.А., Пронин И.А., Карманов А.А., Якушова Н.Д. Получение наноструктурированных пленок оксида цинка и исследование их фотокаталитических свойств // Нано- и микросистемная техника. – 2019. – Т. 21. – № 1. – С. 23-34.
7. Han W., Kim J., Park H.-H. Control of electrical conductivity of highly stacked zinc oxide nanocrystals by ultraviolet treatment // Scientifics Reports. – 2019. – V. 9. – P. 6244.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ПАОА НА МЕХАНИЗМ ПРОХОЖДЕНИЯ ЧЕРЕЗ НЕЕ ИОНОВ ГЕЛИЯ

Е.Н. Муратова [1], А.А. Шемухин [2]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет ЛЭТИ им. В.И. Ульянова (Ленина)*

[2]*Научно-исследовательский институт им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университет им. М.В.Ломоносова*

Аннотация. В статье рассматривается влияние геометрических и электронных параметров структуры пористого оксида алюминия на прохождение и рассеяние ускоренных ионов гелия через нее. Рассеяние ионов изучали методом РОР. Наблюдался переход гелия через нанопористый оксид алюминия под различными углами между нормалью к образцу и направлением распространения пучка. Показано, что пористый анодный оксид алюминия в своей структуре является идеальной диэлектрической матрицей нанокапилляров. Благодаря малому угловому рассеянию он позволяет транспортировать пучки ускоренных заряженных частиц через диэлектрические капилляры и, как следствие, локализовать высокоэнергетические ионные эффекты.

Ключевые слова: локализованное ионизирующее излучение, структура пористый анодный оксид алюминия, резерфордовское обратное рассеяние, мембрана.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта президента Российской Федерации МК-2268.2020.8: соглашение № 075-15-2020-520 от 13.04.2020

Введение

Тема прохождения положительных ионов через диэлектрический канал стала интенсивно изучаться в 1990-х годах с момента открытия направляющего эффекта. Одним из основных ожидаемых применений микропучков было облучение живых клеток, что стимулировало увеличение количества работ по удалению луча в атмосферу. В качестве фокусирующего устройства в этом направлении чаще всего рассматриваются ПЭТ-капилляры и пористые мембраны. В обоих случаях пучок фокусируется в диэлектрическом канале, созданном механическим или химическим травлением [1,2].

В работах [3-6] были проведены исследования, связанные с прохождением сквозь пористую структуру оксида алюминия ускоренного пучка ионов и изменением его параметров на выходе методом резерфордовского обратного рассеяния (РОР). Большое внимание было уделено влиянию параметров пористой структуры на свойства выходящего пучка. В работе [3] было изучено поперечное сечение прохождения для протонов и дейтронов сквозь фольгу из оксида алюминия в области энергий 0,9-2,5 МэВ. Наличие пор изменяет потерю энергии при прохождении частиц через образец, но позволяет проявить направляющий эффект при требуемой конфигурации пор [4]. В [5] рассмотрен переход протонного пучка с энергией от 150 до 320 кэВ через конические стеклянные капилляры. Показано, что при прохождении пучка через капилляр угловая ширина исходного пучка остается практически неизменной. Для этого случая коэффициент пропускания составлял 10^{-3}. В [6] с помощью РОР было показано, что

максимальное пропускание ионов He^+ 2 МэВ через толстые мембраны варьировалось от 30% до 65%, что сопоставимо с относительной площадью поверхности, покрытой порами.

В представленной работе мы изучаем влияние геометрических и электронных параметров структуры нанопористой матрицы оксида алюминия на пропускание ионов гелия сквозь нее методом РОР.

Производство пористых глиноземных мембран

Матрицы диэлектрических каналов на основе пористого анодного оксида алюминия (ПАОА) формировались электрохимическим анодированием. В качестве исходного материала использовалась алюминиевая фольга. Геометрические размеры пор определяются технологическими условиями в широком диапазоне [7, 8]. Диаметры пор могут варьироваться от единиц нанометров до единиц микрометров. Переменные технологические параметры (состав электролита, напряжение и т.д.) и их величины представлены в таблице 1.

Таблица 1

Контролируемые технологические параметры процесса электрохимического анодирования алюминиевой фольги

Electrolyte type and concentration [vol. %]	Glycerol [vol.%]	Voltage [V]	Process temperature [° C]	Process time
H_2SO_4 (5…25)	10…30	U= 15…27	T= 5…15	1 min ... 7 h
H_3PO_4 (3…12)		U= 60…150	T= -5…10	

Для изучения прохождения ускоренных ионов гелия через диэлектрические матрицы были получены две серии мембран с порами значительно различающихся диаметров. При использовании электролита на основе H_2SO_4 образуются мембраны толщиной около 10 мкм, со средним диаметром пор 20 нм, толщиной барьерного слоя ≈ 200 нм и концентрацией их пор 350 штук / мкм^2. В свою очередь, геометрические параметры мембран, полученных в электролите на основе H_3PO_4, следующие: средний диаметр пор 80 нм, толщина пористого слоя 10 мкм, толщина барьерного слоя ≈ 200 нм, концентрация пор 50 шт. / мкм^2.

Прохождение ионов гелия через мембрану ПАОА

В рамках работы по изучению прохождения ионного пучка по диэлектрическим каналам был создан уникальный комплекс на базе ускорителя АН-2500, расположенный в НИИЯФ МГУ [3-5]. Ускоритель на основе системы Ван де Граафа способен ускорять частицы (протоны и альфа-частицы) до энергии 2,5 МэВ. Была создана специальная экспериментальная камера, включающая коллимирующие диафрагмы, систему контроля пучка, систему обнаружения обратно рассеянных ионов и гониометрическую систему. Коллимированный пучок ионов He^+ с энергией 1,2 МэВ поступает в мембрану, где одна часть пучка проходит через капилляры и регистрируется с помощью чашки Фарадея, а другая часть рассеивается и регистрируется с помощью полупроводникового детектора. Во всех экспериментах обнаруженный угол рассеяния составлял 120°. Диаметр пучка на мембране составлял 1 мм. Остаточное давление в камере не превышало $5 \cdot 10^{-4}$ Па. Плотность тока на мишени поддерживалась постоянной на уровне 4 нА.

Исследования пропущенных пучков через мембраны, полученные в электролите на основе H_3PO_4, показали, что небольшая часть ионного пучка проходит через пористую матрицу. С помощью токового устройства был зарегистрирован коэффициент пропускания 0,15, при этом значительное падение тока наблюдалось при отклонении мембраны от нормы на 1,5 градуса. В то же время результаты ускоренного перехода пучков через мем-

браны, приготовленные в электролите на основе H_2SO_4, показали, что интенсивность проходящего пучка практически не изменяется в пределах 2,5 градусов. Снижение сигнала в два раза соответствует повороту цели на 3 градуса. Измеренный коэффициент пропускания находился в диапазоне 0,50-0,625 в зависимости от толщины образца.

Авторы работы проводили исследования оптических свойств мембран ПАОА [12-13] в видимом диапазоне длин волн (рис.1), чтобы проанализировать их электронные характеристики.

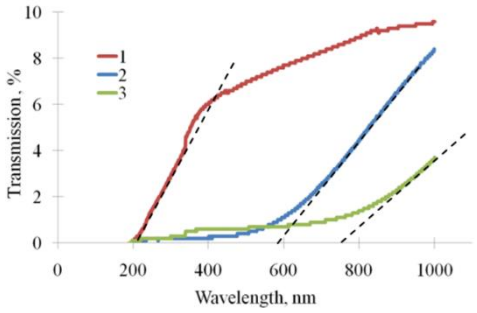


Рисунок 1. Спектры пропускания пористых глиноземных мембран, полученных в электролитах, на основе: 1 - H_2SO_4 + 15% глицерина, 2 - H_3PO_4, 3 - H_3PO_4 + 15% глицерина

По спектрам пропускания можно рассчитать энергетические щели для мембран ПАОА с различными диаметрами пор по формуле:

$$E = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad ,$$

где h - постоянная Планка, c - скорость света, λ - критическая длина волны, при которой начинается увеличение пропускания света. Результаты расчетов представлены в таблице 2.

Таблица 2

Энергетический зазор для мембран ПАОА с различными диаметрами пор

Acid	Average pore diameter [nm]	λ_c [nm]	Energy gap [eV]
H_2SO_4	20–30	≈ 200	6,2
H_3PO_4	80–100	≈ 500	2,25
H_3PO_4+ 15% glycerol	180–220	≈ 700	1,77

Уменьшение энергетического зазора в работе объясняется наличием кислородных вакансий вблизи валентной зоны (оксид алюминия характеризуется недостатком кислорода). Наличие кислородных вакансий приводит к появлению центров локализации как для электронов, так и для дырок, и, следовательно, к расщеплению энергетических уровней. Если сравнить два электролита, то при использовании ортофосфорной кислоты анионы PO_4^{3-} -, внедренные в структуру, выделяют $3H^+$, а при встраивании анионов серной кислоты SO_4^{2-} выделяется $2H^+$. Свободные ионы водорода имеют тенденцию образовывать связь с кислородом с образованием воды. Следовательно, в первом случае требуется больше ионов кислорода и, как следствие, в структуре образуется больше вакансий кислорода, что приводит к образованию дополнительных уровней в запрещенной зоне. Все это приводит к тому, что сформированный пористый слой в электролите на основе H_2SO_4 имеет меньше локализованных уровней и, следовательно, большую запрещенную зону (≈6 эВ), чем на основе H_3PO_4 (≈2 эВ). Таким образом, валентная зона пористого слоя на основе H_2SO_4 полностью заполнена электронами и отделена от свободной зоны, следуя за ней широкой энергетической щелью. Эта структура соответствует диэлектрикам, которые ха-

рактеризуются валентной зоной, полностью заполненной электронами, и полностью свободной зоной проводимости. Если нет теплового возбуждения электронов до уровней зоны проводимости, то такие материалы ведут себя как изоляторы. Для наших экспериментальных параметров (ток пучка во всех экспериментах не превышал 15 нА) это условие всегда выполнялось. В этом случае, согласно экспериментальным данным, через мембрану на основе H_2SO_4 проходит гораздо большее количество ионов. Таким образом, механизм перехода ионов через мембрану связан не только с малым угловым рассеянием, но и с эффектом зарядки стенок пор.

Заключение

В работе исследованы пористые анодные мембраны из оксида алюминия с системой упорядоченных наноразмерных (диаметр пор 20 нм и более) капилляров. На основе результатов изучения геометрических и электронных параметров структуры ПАОА был сделаны вывод о том, что мембраны, полученные в электролите на основе H_2SO_4, имеют больший энергетический зазор, чем мембраны, полученные в электролите на основе H_3PO_4. и, как следствие, более эффективно пропускают ускоренные пучки ионов. Было показано, что, в целом, мембраны ПАОА обеспечивают функцию переноса потока высокоэнергетических ионов гелия. Для мембран с диаметром пор 20 нм коэффициент пропускания находился в диапазоне 0,50-0,625.

Список литературы

1. N.Stolterfoht, Y. Yamazaki, Physics Reports 629 (2016) p. 1-107; K.M. Prise, G. Schettino, Comprehensive Biomedical Physics (2014) p. 25-40;
2. D.Borka, V.Borka, C.Lemell, K.Tokési, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Volume 406, 2017, p. 413-416
3. D.C.Turner, N.Mangelson, L.B.Rees, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Volume 103, 1995, p.28-32
4. G.E.Tompson, Thin Solid Films, Volume 297, 1997, p.192-201.
5. F.F. Komarov, A.S. Kamyshan, P.A. Grishin, IlNuovoCimento C, 2011, Volume 34, Number 4, 365
6. A.Razpet, G.Possnert, A.Johansson et.al., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Volume 222, 2004, p.593-600
7. Muratova E.N., SpivakYu.M., Moshnikov V.A., et.al. Influence of technological parameters of nanoporous Al_2O_3 layers' preparation on their structural characteristics // Glass Physics and Chemistry.2013. Vol. 39.No. 3.P. 320-328
8. Muratova E.N., Luchinin V.V., Moshnikov V.A., et.al. Features of the Formation of Nanoporous Membranes Based on Alumina from Foil and New Fields of Applications / Glass Physics and Chemistry, 2017, Vol. 43, No. 2, pp. 163–169
9. A.A.Shemukhin, A.V.Nazarov, Yu.V.Balakshin, V.S.Chernush, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Volume 354, 2015, p.274-276
10. Shemukhin A.A., Muratova E.N. Investigation of transmission of 1.7-MeV He+beams through membranes of porous Alumina / Technical Physics Letters, 2014, Vol. 40, No. 3, pp. 219–221.
11. Luchinin V. V., Moshnikov V. A., Muratova E. N. and Samigullin R. Sh. Formation of ordered nanoscale capillary membranes based on anodic alumina / Journal of Physics: Conference Series, 2015, V 586, P. 012008
12. Yu.V. Balakshin, A.A.Shemukhin, A.V.Nazarovet.al., Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics, 2018, Volume 88, №12, p
13. Muratova E.N., Matyushkin L.B. Investigation of the optical properties of nanoporous membranes based on Alumina / Smart Nanocomposites. 2014. V.4. № 2.P. 25–31.

МЕТОДИКА СИНТЕЗА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СЕРЕБРА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КАТАЛИТИЧЕСКИ АКТИВНЫХ СЛОЕВ ТОПЛИВНОГО ЭЛЕМЕНТА

Г.В. Ненашев[1,2]

[1] Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет ЛЭТИ им. В.И. Ульянова (Ленина)

[2] *Институт химии силикатов имени И.В. Гребенщикова Российской академии наук*

Аннотация. В работе приводится методика получения композитов, состоящих из катализатора, проводящего компонента и связующего компонента, которые в дальнейшем используются в качестве каталитически активных слоев топливного элемента.

Ключевые слова: водородная энергетика, топливные элементы, каталитические слои, композиты, благородные металлы, суперпроводящая сажа, катализаторы

Разработка электроактивных нанокомпозитных катодных материалов для гальванических элементов с внешней подачей «топлива» (твердополимерных и микробиологических топливных элементов) является актуальной задачей. Это подтверждается современными зарубежными и отечественными исследованиями [1-2].

Как известно, одной из проблем при работе топливного элемента (ТЭ) является то, что электрохимическая реакция идет при комнатной температуре очень медленно. Для ускорения анодной и катодной реакций используют дорогостоящий катализатор - нано- и микрочастицы платины, что является причиной высокой себестоимости топливных элементов. [3] Поэтому целесообразно разработать альтернативный материал электрода ТЭ с пониженным содержанием платины в виде наночастиц, равномерно распределенных по поверхности носителя или заменить (возможно частично) платину на другие благородные металлы.

Ранее было предложено получать каталитические слои на основе кремнеземной матрицы с включенными в нее частицами Pt и Pd [4]. В основе получения этих композитов лежал золь-гель синтез полимерной матрицы диоксида кремния с погруженными в нее частицами Pt и Pd нанометрового размера, с пониженным содержанием металла [5-7]. Было проведено исследование морфологии поверхности пленок с помощью атомно-силовой микроскопии [8]. И в результате исследований был сделан вывод, что слои на основе кремнеземной матрицы с наночастицами Pt и Pd можно использовать в качестве каталитических слоев ТЭ.

В дальнейшем было предложено использовать наночастицы серебра в качестве катализатора для водородных элементов. [9] Ведь из литературных источников известно [10], что серебро в сравнении с другими металлами обладает наиболее высокой электропроводностью и имеет низкую себестоимость на рынке драгоценных металлов. Более того, композитный электродный материал с наночастицами серебра является более каталитически активным, чем электродный материал, содержащий только платиновые наночастицы [11]. К тому же было установлено положительное влияние наночастиц серебра в качестве катализаторов на газочувствительные свойства датчиков. [12]

Целью настоящей работы является разработка методики синтеза композитов на основе серебра для использования их в качестве каталитически активных слоев ТЭ на основе кремнеземной матрицы. Для этого было выбрано оптимальное соотношение компонентов в композите: 75% серебра; 20% суперпроводящей сажи (марка сажи «Super P Carbon Black») и 5% фторопласта. Муравьиная кислота использовалась в качестве восстановителя для серебра из раствора соли нитрата серебра согласно схеме:

$$Ag^{+} + \text{восстановитель (муравьиная кислота)} \xrightarrow{1\bar{e}} Ag^{0} \downarrow$$

Было также установлено, что серебро не полностью восстанавливается и осаждается на суперпроводящей саже. В дальнейшем планируется исследовать влияние времени, температуры, ультразвукового воздействия, УФ-излучения и ионов Cu2+ на полноту осаждения каталитически активных наночастиц Ag из водного раствора AgNO3.

Список литературы

1. A.S. Galushko, A.G. Ivanova, M.S. Masalovich, O.A. Zagrebelnyy, G.G. Panova, I.Yu. Kruchinina, O.A. Shilova An Overview of the Functional Ceramic and Composite Materials for Microbiological Fuel Cells // J. Ceram. Sci. Technol. Vol.8, № 4, P. 1-22, doi: 10.4416/JCST2017-00041
2. Hyung-Woo Lee, Ki-Chan Kim, et al., Review of maglev train technologies. IEEE Transactions on Magnetics, 2006, vol. 42, issue: 7, pp. 1917-1925.
3. Налимова С.С., Компан М.Е., Максимов А.И., Мошников В.А., Сапурина И.Ю., Спивак Ю.М., Теруков Е.И., Терукова Е.Е., Титков А.Н., Томасов А.А., Шилова О.А., Шишов М.А., ОСНОВЫ ВОДОРОДНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ, Санкт-Петербург: : Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ»2011. (2-е издание), 288 с.
4. Губанова Н.Н., Шилова О.А., Иванова А.Г., Матвеев В.А., Кручинина И.Ю., Биметаллические наночастицы pt/pd в тонких кремнеземных пленках как катализаторы для электродов тэ. В кн.: Пятая международная конференция стран снг "Золь-гель синтез и исследование неорганических соединений, гибридных функциональных материалов и дисперсных систем" - "Золь-гель 2018": сборник тезисов, 2018, 59-60 с.
5. НАНОТЕХНОЛОГИЯ: ФИЗИКА, ПРОЦЕССЫ, ДИАГНОСТИКА, ПРИБОРЫ/ под ред В В Лучинина, Ю М Таирова, Москва,: Физматлит, 2006, 552 с.
6. Максимов А.И., Мошников В.А., Таиров Ю.М., Шилова О.А., ОСНОВЫ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ-ТЕХНОЛОГИИ НАНОКОМПОЗИТОВ, Санкт-Петербург: Технолит, 2008. (2-е издание), 255 с.
7. Шилова О. А., Мошников В.А., Таиров Ю.М., Хамова Т.В., ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИЯ МИКРО- И НАНОКОМПОЗИТОВ, Санкт-Петербург: Химиздат, 2013, 304 с
8. Мошников В.А., Спивак Ю.М., Алексеев П.А., Пермяков Н.В., АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПРИБОРНЫХ СТРУКТУР, Санкт-Петербург: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2014. 144 с.
9. Ненашев Г.В., Губанова Н.Н., Шилова О.А., Мошников В.А., Моно- и биметаллические наночастицы на основе серебра, платины и палладия, как катализаторы для водородных топливных элементов, в кн.: «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования»: тез. 54-я школа ПИЯФ по Физике Конденсированного состояния, Санкт-Петербург, 2020.
10. Кафтанова С.В., Крешкова А.П., В.И. Семишина, Курс общей и неорганической химии. М.: Высшая школа, 1966. 664 с.
11. Ali Esfandiari, Mohammad Kazemeini Dariush Bastani Synthesis, characterization and performance determination of an Ag@Pt/C electrocatalyst for the ORR in a PEM fuel cell // International Journal of Hydrogen Energy (2016), http://dx.doi.org/10.1016/ j.ijhydene.2016.09.097
12. Ненашев Г.В., Бобков А.А., ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЧАСТИЦ СЕРЕБРА НА ГАЗОЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ СВОЙСТВА СТРУКТУРЫ ИЗ ОГРАНЕННЫХ НАНОСТЕРЖНЕЙ ОКСИДА ЦИНКА, в кн. НАУКА НАСТОЯЩЕГО И БУДУЩЕГО, т.3, 2019, 119-120 с.

ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРИЕМОВ ПОЛУЧЕНИЕ КОНТАКТНЫХ ОКОН ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ МЕЖСОЕДИНЕНИЙ В МИС СВЧ

В.Д. Осипов[1], С.Д. Зинкин[2], В.А. Мошников [1]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина),*

[2]*Научно-производственное предприятие «Исток» имени А.И. Шокина*

Аннотация. В данной работе рассмотрены основные особенности формирования межсоединений и их анализ

Ключевые слова: ИМС, МИС СВЧ, РЭМ.

Существенное влияние на параметры полупроводниковых приборов с субмикронными размерами и ИС высокой степени интеграции оказывают омические контакты. Так, с уменьшением размеров элементов ИС при разработанном уровне технологии изготовления контактов значительно повышается переходное сопротивление омических контактов. С уменьшением глубины залегания n-p переходов остро возникла проблема создания непроникающих контактов. В настоящее время и в ближайшей перспективе единственным решением при создании металлизации ИМС является многоуровневая система металлизации. При формировании многоуровневых систем возникают серьезные проблемы обеспечения планарности, надежности металлизации. Таким образом, наличие множества специфических проблем в технологии создания эффективных систем металлизации ИМС обусловило интенсивные исследования в данном направлении как за рубежом, так и у нас в стране.

Современные ИМС представляют собой многослойные структуры. Для электрического взаимодействия слоев в них необходимо смоделировать и создать контактные и переходные окна. От полноты построения их математической модели и четкости их воспроизведения зависит качество электрических соединений и, следовательно, работоспособность и надежность всей ИМС.

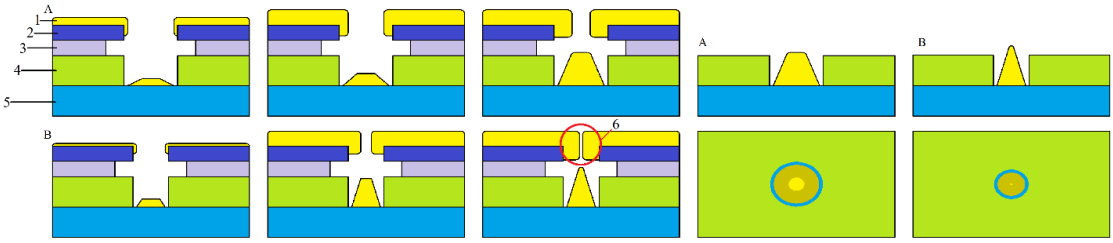


Рис. 1. Рост верхней металлизации к контактному окну с a) широкими вертикальными стенками; b) узкими вертикальными стенками 1) металлизация; 2) фоторезист; 3) PMGI; 4) планаризующий диэлектрик; 5) подложка; 6) смыкание металлической пленки.

Рассмотрим случай формирования верхней металлизации к контактному окну с размерами от 1 до 2 мкм, при толщине металлизации большей 1 мкм. Т.к. РИТ обычно создает вертикальный профиль стенки, то при проведении технологического процесса взрывной литографии наблюдается сужение металлизации, и иногда смыкание пленки металла, что приводит к обрыву металлизации (рис. 1).

Сужение металлической пленки приводит к тому, что растут переходные сопротивления, а обрывы металлизации приводят к возникновению брака. По этой причине необходимо создавать наклонный профиль контактного окна в планаризующем диэлектрике (рис. 2).

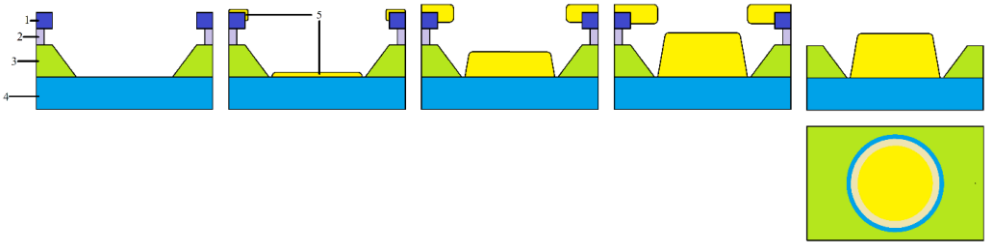


Рис. 2. Рост верхней металлизации к контактному окну с наклонным профилем 1) фоторезист; 2) PMGI; 3) планаризующий диэлектрик; 4) подложка; 5) металлизация

Для анализа процесса были получены данные: по сопротивлению переходов нижняя обкладка – межсоединение (BE-IN) (табл. 1)

Таблица 1

Полученные данные по сопротивлению переходов нижняя обкладка – межсоединение для отобранных 83 пластин

№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm	№	R, Ohm
1	**0,219**	11	**0,217**	21	**0,215**	31	**0,222**	41	**0,181**	51	**0,215**	61	**0,211**	71	**0,195**	81	**0,204**
2	**0,217**	12	**0,219**	22	**0,201**	32	**0,242**	42	**0,205**	52	**0,201**	62	**0,211**	72	**0,192**	82	**0,208**
3	**0,197**	13	**0,291**	23	**0,211**	33	**0,207**	43	**0,206**	53	**0,187**	63	**0,214**	73	**0,195**	83	**0,222**
4	**0,273**	14	**0,2**	24	**0,201**	34	**0,209**	44	**0,211**	54	**0,2**	64	**0,195**	74	**0,198**		
5	**0,204**	15	**0,216**	25	**0,214**	35	**0,202**	45	**0,216**	55	**0,294**	65	**0,304**	75	**0,196**		
6	**0,23**	16	**0,213**	26	**0,217**	36	**0,223**	46	**0,201**	56	**0,199**	66	**0,191**	76	**0,207**		
7	**0,218**	17	**0,231**	27	**0,219**	37	**0,194**	47	**0,201**	57	**0,213**	67	**0,203**	77	**0,219**		
8	**0,216**	18	**0,217**	28	**0,21**	38	**0,217**	48	**0,219**	58	**0,299**	68	**0,203**	78	**0,214**		
9	**0,216**	19	**0,231**	29	**0,219**	39	**0,182**	49	**0,217**	59	**0,282**	69	**0,195**	79	**0,203**		
10	**0,216**	20	**0,217**	30	**0,216**	40	**0,183**	50	**0,213**	60	**0,214**	70	**0,205**	80	**0,199**		

В качестве первичного анализа был использован методом стратификации, данный метод позволит отобразить правильность полученных данных. Был составлен интервальный ряд распределения переходных сопротивлений и построена гистограмма (рис. 3).

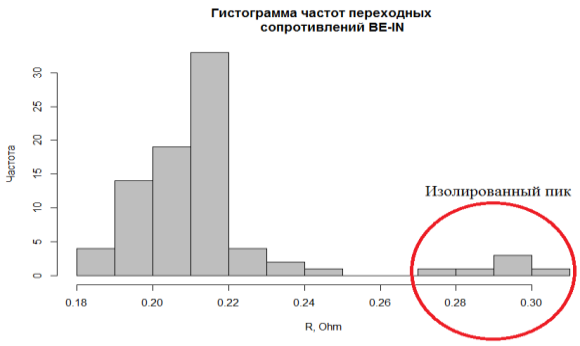


Рис. 3. Гистограмма распределения переходных сопротивлений

Можно сделать выводы, о форме распределения, она соответствует распределению с изолированным пиком [1]. Причины, возникновения изолированного пика вероятно связаны:

1. с несоответствием размеров окон спецификации (рис. 4, a),
2. с недотравленными пленками диэлектрика (рис. 4, b),
3. с ошибками измерений.

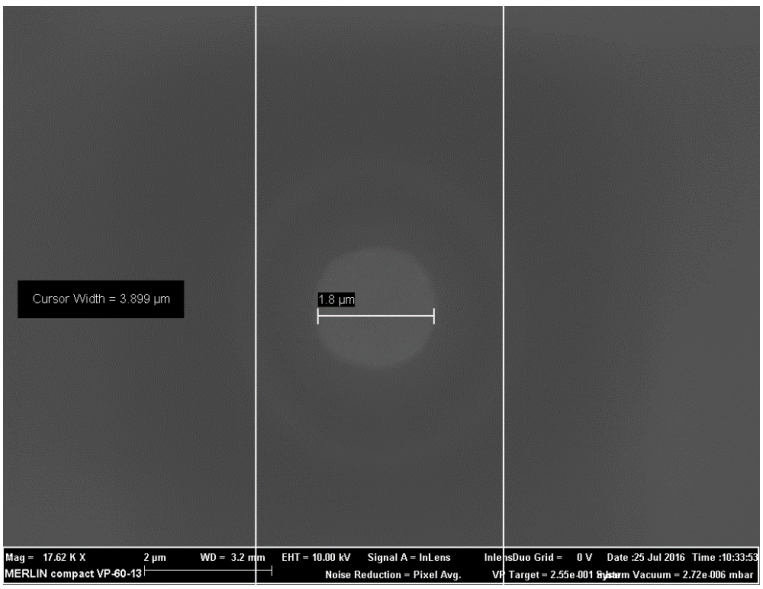


Рис. 4, a, b. РЭМ – микрофотография морфологии поверхности ИС в области дефектного контактного окна (несоответствие его размеров спецификации, размер окна меньше номинального и не удалившимися остатками фоторезиста)

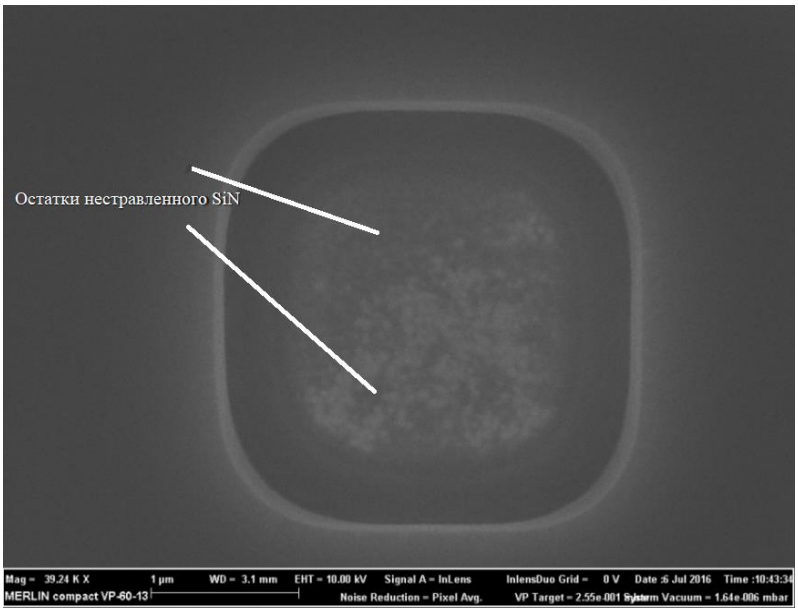


Рис. 4, b. РЭМ – микрофотография морфологии поверхности ИС в области дефектного контактного окна (неотравленные пленки диэлектрика)

После выявлений причин, приводящих к образованию изолированного пика на гистограмме, и проведения корректирующих мероприятий составлена выборка по 77 пластинам, исключив выбросы и построена гистограмма с границами допуска (рис. 5)

Для полученного распределения имеем: Нижняя граница допуска USL = 0,14 Ом; Верхняя граница допуска LSL = 0,26 Ом; Номинальное значение Target = 0,2 Ом; Индекс

воспроизводимости Cp = 2,43; Нижний индекс воспроизводимости Cpu = 2,08; Верхний индекс воспроизводимости Cpl = 2,79; Индекс воспроизводимости Cpk = 2,08.

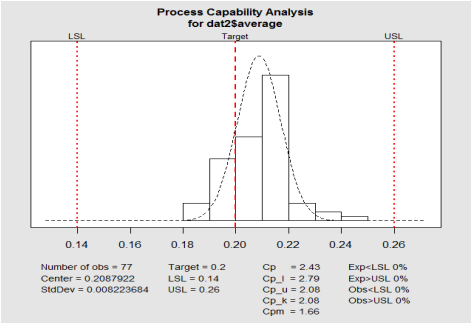


Рис. 5. Гистограмма распределения с центральной линией процесса и границами допуска.

Проанализируя индексы воспроизводимости, были сделаны вывод о том, что процесс управляемый и обладает высокой воспроизводимостью, но центральная линия процесса сдвинута к верхней границе поля допусков, при этом Cpk >1,33, следовательно, вероятность выхода процесса за контрольные границы низка. Дополнительно построена контрольная карта (рис. 6)

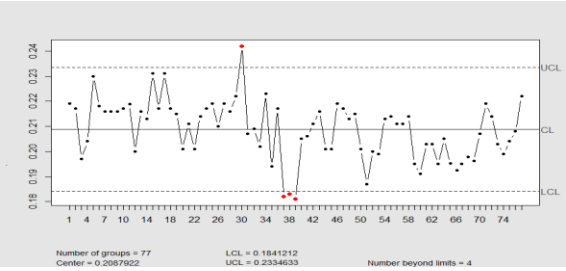


Рис. 6. Контрольная карта по сопротивлению переходов нижняя обкладка – межсоединение для отобранных 77 пластин

В данной контрольной карте точа 30 вышла за верхний контрольный предел, но осталось в границе допуска, точки 37-39 вышли за нижний контрольный предел, аналогично точке 30 остались в границах допуска, выход из контрольных пределов указывает на наличие неслучайных причин изменчивости. Выявленные особые случаи требуют изучения и соответствующей корректировки. Технологический процесс хорошо управляемый количество значений вне контрольных пределов минимально, нет заметного тренда но существует серия из 7 точек оказывающиеся по одну сторону от средней линии, а так же периодичность повторения значений данные критерии так же указывают на ненормальность процесса и требуют изучения.

Вывод: Таким образом, были рассмотрены разные методы формирования металлизации, показан наиболее оптимальный метод формирования контакта к элементам, далее был произведен анализ данных по сопротивлению переходов нижняя обкладка – межсоединение. Анализ показал, что процесс контролируемый, но требует дальнейшего рассмотрения.

Список литературы

1. Кумэ, Х. Статистические методы повышения качества / Х. Кумэ, пер. с англ. - М.: Финансы и статистика, 1990. – 304с.: ил.

ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТИ СОКРАЩЕНИЯ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ЭКСПЕРИМЕНТА ПРИ ИЗУЧЕНИИ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ НА ПОДЛОЖКЕ

В. А. Павлов, А. В. Кочин, А. В. Рудаков

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данной работе исследованы тепловые процессы на подложке при магнетронном распылении разных металлических мишеней. Установлено, что для сокращения продолжительности эксперимента следует использовать метод экстраполяции. Для исследования из каждого полного эксперимента были сформированы несколько сокращенных экспериментов чтобы по ним смоделировать полный и сравнить его с реальным опытом.

Ключевые слова: магнетрон, мишень, подложка, распыление, тепловой процесс.

Осаждение металлической пленки методом магнетронного распыления сопровождается нагреванием подложки. Повышение ее температуры может влиять на кристаллическую структуру, химический состав и, в конечном итоге, на свойства пленки [1]. В связи с этим многие авторы проявляют интерес к изучению кинетики теплового процесса на подложке, как к самостоятельной физической задаче [2]. Обычно постоянная времени нагревания подложки составляет 12-14 минут для меди, для титана и молибдена значение меньше, порядка 6-8 минут. Связано это с тем, что коэффициент распыления у меди значительно больше, чем у двух других материалов.[5]. При планировании многофакторного эксперимента, целью которого является выявление влияния нескольких независимых переменных на кинетический процесс, важным является выбор продолжительности единичного эксперимента. Ожидание выхода процесса в стационарный режим может привести к неоправданным потерям времени. Для того, чтобы предотвратить это, необходима корректная методика сокращения продолжительности единичного эксперимента, основанная на экстраполяции. Погрешность, возникающая при этом, может служить критерием выбора интервала наблюдения [4]. Цель данной работы состояла в оценке возможности сокращения продолжительности измерения кинетики тепловых процессов на подложке.

Эксперименты выполнены на установке с вакуумной камерой объемом $7.8 \cdot 10^{-2}$ м^3, в которой остаточное давление было не выше 10–2 мТорр. В камере был установлен плоский магнетрон диаметром 130 мм с холодной мишенью, работающий на постоянном токе. Распыление проводили в среде аргона при давлении p = (1–9) мТорр и плотности тока j = (5–20) мА/см^2. Для изучения кинетики тепловых процессов на подложках использован термопарный датчик с чувствительным элементом в виде медного диска площадью 100 мм2 и толщиною 1 мм. Диск был закреплен на спае термопары типа хромель-копель. Проводники пары имели длину 500 мм и диаметр 0.3 мм. В каждом эксперименте при заданных значениях p и j измеряли изменение температуры чувствительного элемента при работающем магнетроне. Эксперименты выполнены с мишенями из Cu, Ti и Mo. Каждое измерение включало стадии нагревания сенсора при включенном магнетроне и его остывание при выключенном магнетроне.

В каждом случае продолжительность работы магнетрона была достаточна для выхода в стационарный режим как процесса нагревания, так и остывания сенсора. Результаты

каждого эксперимента, которого назовем полным, были подвергнуты анализу. Его суть заключалась в формировании из каждого полного эксперимента несколько сокращенных так, как это показано на рис. 1. Полный эксперимент представлен на рис. 1 в виде кинетических кривых нагревания 1 в течение 1600 с и остывания 2 в течение 2000 с. Кинетическая кривая нагревания в эксперименте, сокращенном до 500 с представлена частью кривой 1. Для этого эксперимента в качестве кинетической кривой остывания 3 взят соответствующий участок кривой 2, начало которого отмечено на рис. 1 точкой черного цвета. На следующем шаге была выполнена аппроксимация кинетических кривых сокращенных экспериментов. На конечном шаге аппроксимирующие кинетические кривые были использованы для экстраполяции на полный интервал наблюдения. Погрешность процедуры вычисляли в виде среднего квадратического отклонения экстраполирующей зависимости от экспериментальной:

$$\delta = \frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n}. \quad (1)$$

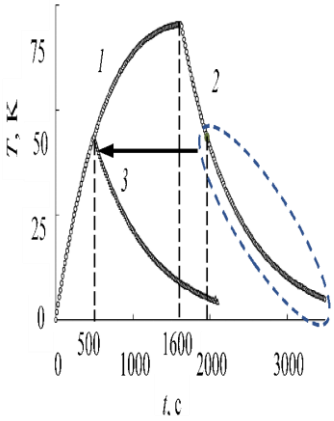


Рис. 1. Формирование сокращенного экспериментов из полной кинетической кривой нагревание (1)-остывание (2) при p = 3 мТорр и j = 28 мА/см²

Для аппроксимации экспериментальных кривых нагревания на заданном интервале времени [0, t_0] использована экспонента:

$$T(t, p, j) \approx T_\infty(p, j)\left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_h(p, j)}\right)\right], \quad (2)$$

где $T_\infty(t, p, j)$ – предельная температура в стационарном состоянии; $\tau_h(p, j)$ – постоянная времени нагревания. Аппроксимацию кривых остывания для $t \geq t0$ использована иная экспонента:

$$T(t, p, j) \approx T_0(p, j)\exp\left(-\frac{t - t_0}{\tau_c(p, j)}\right), \quad (3)$$

где $T_0(t, p, j)$ – начальная температура; $\tau_c(p, j)$ – постоянная времени остывания.

Для устранения систематических погрешностей и упрощения вычислений постоянные составляющие в зависимостях температуры от времени (начальная температура в (2) и конечная температура в (3)) приняты равными нулю.

На рис. 2 показано получение сокращенных экспериментов длительностью нагрева в 250, 500 1000 секунд из полного эксперимента с медной мишенью длительностью 1600с.

Результаты экспериментов по данному и другим материалам представлены в таблицах.

После формирования неполных экспериментов производится аппроксимация кривых с использованием уравнений (2) и (3). Далее по полученным зависимостям T(t) производится экстраполяция на временной интервал полного эксперимента. Так же параметры уравнений заносятся в таблицы 1-3.

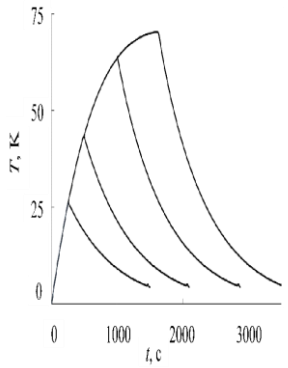


Рис. 2 – Искусственное получение укороченных экспериментов в опыте с медной мишенью

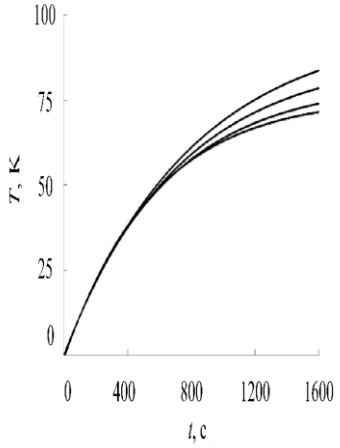


Рис. 3 – Экстраполяция экспериментов с различным временем наблюдения

Из рис. 2 видно, что смоделированные эксперименты отличаются от реального опыта, таким образом мы можем оценить их расхождение как вычислительную погрешность по формуле (1). Допустимой примем погрешность в 10%, так как температуры, входящие в этот интервал, не будут отличаться более чем на 20 градусов от реальной, что не является критичным.

Таблица 1

Сводный результат по нагреванию для материала мишени Cu

Δt, s	T_∞, K	T_0, K	τ_h, c	Погрешн., %
250	97	-97	805	25.9
500	88	-88	720	14.3
1000	80.8	-80.8	632	4.9
1600	77	-77	563	0

Из данных в табл. 1 видно, что оптимальным временем для наблюдения эксперимента является 1000 с, при этом погрешность составляет менее 5%.

Таблица 2

Сводный результат по нагреванию для материала мишени Mo

Δt, s	T_∞, K	T_0, K	τ_h, c	Погрешн, %
250	62.4	-62.4	429	12.2
500	59	-59	393	6.1
1000	56.6	-56.6	370	1.8
1465	55.6	55.6	353	0

Из данных в табл. 2 видно, что оптимальным временем для наблюдения эксперимента является 500 с, при этом погрешность составляет 6.1%.

Таблица 3

Сводный результат по нагреванию для материала мишени Ti

Δt, s	T_∞, K	T_0, K	τ_h, c	Погрешн, %
250	153	-153	344	9.1
500	161	-161	364	4.2
1000	165	-165	378	3
1500	168	-168	405	0

Из данных в табл. 3 видно, что допустимым временем для наблюдения эксперимента является 250с, при этом погрешность составляет 9.1%.

Стоит отметить, что для разных материалов смоделированные кривые сдвигаются в разные стороны относительно реальной. Так, например, для Cu и Mo температуры, при которых процесс выходит в стационарный режим повышаются, тогда как в случае с Ti пиковая температура снижается. Это может быть связано со спецификой метода экстраполяции, который, прежде всего, является прогнозированием возможных значений исходя из реальных данных, что в свою очередь, порождает вычислительную погрешность. Из таблиц 1-3 видно, что при моделировании кривых нагревания для Cu и Mo, погрешность оказалась положительной, а в случае с Ti – отрицательной.

В результате проведения работы мы установили время оптимальное для снятия тепловых характеристик при магнетронном распылении с мишенями из Mo,Cu и Ti. Таким образом сокращение времени, затрачиваемого на опыты составило от $\sim$ 1.5 раз для Cu до 6 раз для Ti.

Список литературы

1. Structure and properties of Ti–O–N coatings produced by reactive magnetron sputtering / M. E. Konischev, O. S. Kuzmin, A. A. Pustovalova [et al.] // Russ. Phys. J. 2014. V. 56. P. 1144–1149.
2. Modeling of a selective solar absorber thin film structure based on double TiNxOy layers for concentrated solar power applications / J. Zhang, T. P. Chen, Y. C. Liu [et al.] // Solar Energy. 2017. V. 142. P. 33–38
3. Titanium oxynitride thin films as high-capacity and high-rate anode materials for lithium-ion batteries / K.-F. Chiu, S.-H. Su, H.-J. Leu [et al.] // Thin Solid Films. 2015. V. 596. P. 29–33. TiON_003
4. Выбор математической модели: баланс между сложностью и близостью к измерениям. А.В. Соколов, В.В. Волошинов
5. IR emission from the target during plasma magnetron sputter deposition / P.-A. Cormier, A.-L. Thomann, V. Dolique, A. Balhamri, R. Dussart, N. Semmar, T. Lecas, P. Brault, R. Snyders, S. Konstantinidis

ЭЛЕКТРЕТНЫЙ ПИНЦЕТ ДЛЯ МАНИПУЛИРОВАНИЯ МИНИАТЮРНЫМИ ПЛОСКИМИ ОБЪЕКТАМИ

Д.В. Рыченков, Н.С. Пщелко, Д.С. Кулманаков

Военная академия связи им. С.М. Буденного

Аннотация. В работе рассмотрены часто возникающие в сборочных операциях микро-и наноэлектроники технологические ситуации, когда необходимо перемещать плоские детали, в том числе, перфорированные и из немагнитных материалов. В этом случае традиционные способы закрепления – с помощью магнитных захватов, вакуумных присосок и др. не всегда приемлемы. Разработана конструкция и выполнен расчет силовых характеристик электретного пинцета – устройства для захвата и переноски небольших плоских деталей, в том числе, и из немагнитных проводящих и полупроводящих материалов. Работа конструкции основана на использовании внешнего электрического поля электрета. Выполненный расчет показал, что при рабочей площади пинцета в несколько мм^2 возможно оперировать плоскими объектами массой до единиц грамм.

Ключевые слова: сборочные операции, электрическое поле, электростатические крепежные устройства, электрет, электроадгезия.

Проблема перемещения плоских небольших деталей часто возникает, например, в технологических сборочных операциях микро-и наноэлектроники. В частности, типичный полупроводниковый чип с размерами 5x5x0,1 мм захватить обычным механическим пинцетом не представляется возможным. В то же время в процессе изготовления изделий микро-и наноэлектроники подобные детали бывает необходимо многократно перемещать между различными технологическими операциями. При этом возникает ряд указанных ниже проблем.

Далеко не всегда, особенно в полупроводниковой электронике детали можно переносить с помощью электромагнита, т.к. сами детали немагнитны. Если же деталь магнитная, то ее можно переносить с помощью магнита, но и в этом случае есть проблемы: во-первых, деталь надо как-то отсоединить, поэтому приходится ее механически отделять от магнита. Во-вторых, не всегда допустимо намагничивание деталей.

Можно использовать электростатические силы для захвата – они одинаково хороши как для магнитных, так и для немагнитных деталей. Однако и тут возникают проблемы: если для захвата детали используется эффект Джонсена-Рабека, то переносимая деталь должна быть электропроводящей, если же используется эффект притяжения за счет градиентных сил электрического поля, то, как правило, электростатические силы обычно невелики а главное - есть проблемы с созданием сильных тянущих электрических полей за счет миниатюрного высоковольтного источника, желательно с автономным питанием.

Наиболее часто поэтому для захвата и перемещения тонких маленьких деталей используют пневматические вакуумные присоски. В этом случае также имеются проблемы: деталь может быть перфорированной. Тогда вакуум не создать, и деталь к захвату не притянется. Кроме того, в этом варианте нужно как-то создавать воздушное разряжение, а это дополнительные затраты, перемещения воздушных масс, поднимающих пыль и так далее.

Представляется, что использование силового действия электрического поля в рассматриваемой ситуации наиболее целесообразно, т к. при этом возможно перемещать детали как магнитные так и немагнитные, а также перфорированные. Эффективность использования элекроадгезионных эффектов для самых разнообразных применений

доказана на практике; также разработаны материалы и технологии получения стабильных во времени электретов [1-21].

Целью настоящей работы является разработка конструкции и анализ силовых характеристик электретного пинцета – захватывающего устройства как для магнитных так и немагнитных небольших плоских деталей, в котором источником достаточно сильного электрического поля является тонкая электретная пленка. Таким образом, отпадает необходимость в использовании высоковольтного источника. Кроме того, устройство недорого в изготовлении, что в совокупности обеспечивает актуальность и перспективность его промышленного внедрения.

Конструкция электретного пинцета схематично (не в масштабе) показана на рис.1.

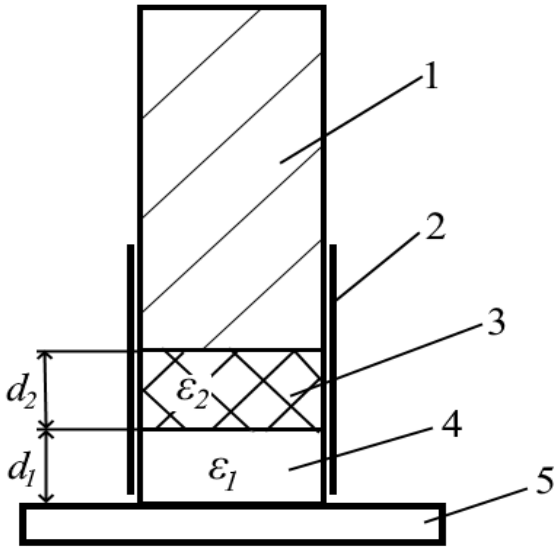


Рис.1. Электретный пинцет. 1- металлический стержень с выемкой снизу для обеспечения воздушного зазора, 2 – устройство для отсоединения переносимой детали (в простейшем варианте – трубка, коаксиальная со стержнем и передвигающаяся с трением по нему), 3 – электретная пленка с диэлектрической проницаемостью ε_2 и толщиной d_2 4 - воздушный зазор с диэлектрической проницаемостью ε_1 и толщиной d_1, 5 - перемещаемая плоская деталь.

При касании детали 5, которую надо переместить, нижней частью пинцета фактически эта деталь совместно с «тянущим» электродом - стержнем 1 образует плоский двухслойный конденсатор: один слой – воздушный зазор 1, а второй – последовательно соединенный слой 2 из электрета. Таким образом, на деталь 5 будет действовать сила притяжения, создаваемая электрическим полем электрета, которую можно рассчитать по формулам, которые будут приведены ниже. Если эта сила превышает силу тяжести, действующую на деталь, то деталь может быть перенесена в нужное положение (например, на следующую технологическую операцию). Чтобы отсоединить деталь, необходимо трубку 2 сдвинуть вниз так, чтобы расстояние между электретом и переносимой деталью уменьшилось и электростатическое поле в воздушном зазоре стало пренебрежимо мало.

Сила притяжения рассчитывается как произведение пондеромоторного давления p, создаваемого электростатическими силами, на тянущую площадь S:

$$F = pS, \tag{1}$$

где

$$p = \frac{1}{2}\varepsilon_0\varepsilon_1 {E_1}^2, \quad (2)$$

а E_1 - напряженность электрического поля в воздушном зазоре, рис 1.

Выражение для напряженности электрического поля в воздушном зазоре 1 электростатического пинцета можно получить, рассчитывая напряженность поля в закороченном двухслойном конденсаторе (один слой – воздушный зазор толщиной d_1 с диэлектрической проницаемостью $\varepsilon_1 \approx 1$, второй – диэлектрическое покрытие - электрет толщиной d_2 с диэлектрической проницаемостью ε_2).

Результат сводится к виду:

$$E_1 = \frac{\varepsilon_2 U_e}{\varepsilon_1 d_2 + \varepsilon_2 d_1}, \quad (3)$$

где $U_e = \frac{\sigma d_2}{\varepsilon_0 \varepsilon_2}$ – поверхностный потенциал электрета (σ – поверхностная плотность заряда электрета, ε_0 – электрическая постоянная.

В таблице 1 приведены значения пондеромоторного давления, создаваемого полем электрета в воздушном зазоре. Результаты получены на основе (1) – (3). Если при рассматриваемых значениях зазора d_1 и поверхностного потенциала электрета U_e расчетное значение напряженности электрического поля E_1 превышало пробивное для воздуха значение, то в соответствующем месте таблицы ставился прочерк, т.к. рассчитанное значение давления не может быть реализовано из-за электрического пробоя воздушного зазора.

Таблица 1.

Зависимость пондеромоторного давления в кПа, создаваемого в воздушном зазоре электретного пинцета, в зависимости от величин зазора и используемого поверхностного потенциала электрета. d_2=10 мкм, ε_2=3,3.

d_1 , мкм	U_e=200 В	U_e=400 В	U_e =600 В	U_e =800 В	U_e =1000 В
10	1,04	4,17	-	-	-
20	0,335	1,34	3,02	5,36	8,38
30	0,161	0,647	1,46	2,59	4,05
40	0,0956	0,382	0,861	1,53	2,39
50	0,0629	0,251	0,566	1,01	1,89

Из полученных данных следует, что при рабочей тянущей площади S в несколько мм^2 и при разумных значениях используемых поверхностных потенциалов и толщин зазоров с помощью разработанного пинцета можно уверенно переносить плоские детали массой порядка десятых долей грамма. В большинстве практических ситуаций этого достаточно. Так, масса уже рассмотренной кремниевой пластины с размерами 5x5x0,1 мм составляет около 0,006 г. Полученные результаты позволяют сделать вывод о перспективности предлагаемой разработки.

Список литературы

1. Афанасьев В.П., Чигирев Д.А., Пщелко Н.С., Сидорова Н.П. Влияние постоянного электрического поля на процесс осаждения тонких пленок платины методом ионно-плазменного распыления. - Известия высших учебных заведений России. Радиоэлектроника. 2010. № 6. С. 59-65.

2. Nalimova S.S., Spivak Yu.M., Moshnikov V.A., Pshchelko N.S., Kadi Y.S. Morphological feature Analysis of the Prospective Combined Gas Sensitive Sensor Elements. - Smart Nanocomposites. 2014. V. 5. № 1. P. 29-38.
3. Aleksandrova O.A., Mazing D.S., Matyushkin L.B., Moshnikov V.A., Pshchelko N.S. Features of Colloidal Quantum Dots Synthesis in Nonpolar and Aqueous Media. - Smart Nanocomposites. 2014. V. 5. № 2. P. 1-10
4. Пщелко Н.С., Сырков А.Г., Вахренёва Т.Г., Пантюшин И.В., Сырков Д.А. Электрофизические и химико-физические микро-и нанотехнологии усиления адгезии компонентов в системе металл-диэлектрик. - Российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. № 11-12. С. 42-47.
5. Moshnikov V.A., Gracheva I.E., Pshchelko N.S., Anchkov M.G., Levine K.L. Investigating Properties of Gas-sensitive Nanocomposites Obtained Via Hierarchical Self-Assembly. - Smart Nanocomposites. 2011. Т. 2. № 2. С. 165-179.
6. Кошевой В.Л., Белорус А.О., Пщелко Н.С. Исследование получения сенсоров на основе пористых полупроводников А3В5 группы с применением электроадгезионных контактов. - Альтернативные источники энергии в транспортно-технологическом комплексе: проблемы и перспективы рационального использования. 2016. Т. 3. № 2. С. 35-40
7. Пщелко Н.С., Мустафаев А.С. Использование полевых транзисторов для контроля характеристик диэлектриков. - Записки Горного института. 2010. Т. 187. С. 125-131
8. Пщелко Н.С. Поляризация приповерхностных слоев ионных диэлектриков на границе электроадгезионного контакта с проводником. - Цветные металлы. 2005. № 9. С. 44-50.
9. Воробьев К.В., Мешалкина М.Н., Пщелко Н.С., Рублевская О.Н., Спичкин Г.Л. Поглощение органических и неорганических газовых загрязнителей высшими растениями в условиях антропогенных нагрузок. - Биотехносфера. 2014. № 5 (35). С. 23-29.
10. Pshchelko N.S., Sevryugina M.P. Modeling of Physical and Chemical Processes of Anodic Bonding Technology.- Advanced Materials Research. 2014. V. 1040. P. 513-518
11. Спичкин Г.Л., Чистов Е.К., Пщелко Н.С., Сырков А.Г. Модификация поверхности материалов обработкой в плазме низкотемпературного объемного разряда.- Цветные металлы. 2009. № 12. С. 61-66.
12. Климова Н.В., Лебедева Г.К., Рудая Л.И., Юрре Т.А., Соколова И.М., Пщелко Н.С. Модификация термостойких фотолаков для новых областей применения. - Петербургский журнал электроники. 2002. № 3. С. 33
13. Пщелко Н.С. Методика определения параметров капсюлей конденсаторных структур с подвижными обкладками.- Записки Горного института. 2010. Т. 187. С. 117-124.
14. Pshchelko N.S. Interlayer Polarization of Ionic Dielectrics at Anodic Bonding Process With a Conductor Surface. - Non-Ferrous Metals. 2006. № 4. P. 27.
15. Пщелко Н.С. Электрофизические методы неразрушающего контроля и формирования металлодиэлектрических структур. - Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук / Санкт-Петербургский государственный горный университет. Санкт-Петербург, 2011
16. Акчурин Т.Р., Пщелко Н.С., Буевич В.В. Программное обеспечение для контроля параметров емкостных структур на основе использования силового действия электростатического поля - Записки Горного института. 2012. Т. 196. С. 289-295
17. Левин К.Л., Пщелко Н.С. Электрохимические свойства композита полипиррола и полиимида Левин К.Л., Пщелко Н.С. - Высокомолекулярные соединения. Серия А. 2011. Т. 53. № 6. С. 906-917.
18. Пщелко Н.С., Буевич В.В. Использование электрического поля для получения и неразрушающего контроля емкостных сенсоров и активаторов. - Записки Горного института. 2010. Т. 186. С. 253-256
19. Пщелко Н.С., Шаппо С.Э. Использование модифицированных поверхностей для улучшения адгезии к металлической части зубных протезов.- Биотехносфера. 2014. № 4 (34). С. 19-25
20. Нагорный В.С., Пщелко Н.С. Экспериментальное исследование способов повышения адгезии проводящих частиц к диэлектрическим подложкам. - Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Информатика. Телекоммуникации. Управление. 2009. № 3 (80). С. 185-190
21. Нагорный В.С., Пщелко Н.С. Теоретические основы повышения адгезии проводящих слоев к диэлектрическим подложкам. - Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Информатика. Телекоммуникации. Управление. 2009. № 4 (82). С. 217-221.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФОТОПРОВОДИМОСТИ НАНОСТЕРЖНЕЙ ОКСИДА ЦИНКА В ВИДИМОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА

А.А. Рябко

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В работе представлены результаты исследования фотопроводимости покрытия, состоящего из наностержней оксида цинка, полученных низкотемпературных гидротермальным методом, в видимой области спектра. Показано наличие фототока при облучении наностержней оксида цинка через узкополосные интерференционные светофильтры с длиной волны в середине полосы пропускания 405, 497 и 707 нм. Фотопроводимость наностержней оксида цинка в видимой области спектра обусловлена дефектами кристаллической решетки. Измерение фототока при облучении покрытий из наностержней оксида цинка зеленым светом (~500 нм) может служить методом детектирования относительной концентрации поверхностных кислородных вакансий, а также эффективности пассивации таких поверхностных дефектов.

Ключевые слова: фотопроводимость, видимая область спектра, наностержни, оксид цинка, низкотемпературный гидротермальный синтез

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-90088

Оксид цинка – широкозонный полупроводник (Eg ≈ 3.3 эВ при T = 300 K) n-типа проводимости в форме наностержней является одним из перспективных металлооксидных материалов для использования в фотовольтаических элементах с объемным гетеропереходом [1,2]. Поглощение видимой (и иногда инфракрасной) части оптического спектра обеспечивается более узкозонными полупроводниками, в качестве которых особо перспективным является использование коллоидных квантовых нанокристаллов, позволяющих варьировать и расширять спектр поглощения фотовольтаической структуры [3-5]. Интерес к оксиду цинка в форме наностержней обусловлен не только уникальными электрофизическими свойствами, но и возможностью синтезировать наностержни оксида цинка низкотемпературным гидротермальным методом, который не требует сложного оборудования и легко масштабируется [6]. Фотопроводимость в видимой области спектра наностержней оксида цинка, синтезированных низкотемпературным гидротермальным методом может быть обусловлена остаточными примесями и отклонением от стехиометрии, то есть собственными электрически активных дефектами. Поэтому исследование фотопроводимости является важным аспектом для изучения особенностей работы фотовольтаических гетероструктур на основе наностержней оксида цинка и коллоидных нанокристаллов. Для формирования массивов наностержней оксида цинка использовалась двухэтапная методика, состоящая из получения затравочного слоя методом центрифугирования и последующего низкотемпературного гидротермального синтеза. В качестве прекурсора для затравочного слоя оксида цинка использовался ацетат цинка с концентрацией 5 ммоль/л, растворенный в изопропиловом спирте. Процесс нанесения состоял из трех циклов центрифугирования со скоростью 3000 об/мин в течение 30 секунд с последующим отжигом в муфельной печи при температуре 500 °C в течение 5 минут после каждого центрифугирования. Низкотемпературный гидротермальный синтез производился в стальном автоклаве с тефлоновым вкладышем при температуре 86 °C в течение часа. В качестве раствора использовался водный раствор нитрата цинка и гексаметилентетрамина с эквимолярной концентрацией 25 ммоль/л. Дополнительно для подавления нуклеации в объеме раствора

добавлялись полиэтиленимин и аммиачная вода. Для удаления органических соединений с поверхности нанокристаллов полученный образец также подвергался отжигу в муфельной печи (500 °C, 10 минут). Для исследования фотопроводимости в качестве подложки использовалась керамическая подложка с встречно-штыревыми электродами NiCr/Ni/Au (Sensor Platform, Tesla Blatna, a.s.). Ширина и расстояние между электродами составляет 25 мкм. Для определения оптической ширины запрещенной зоны также было сформировано покрытие из наностержней оксида цинка с использованием подложки из кварцевого стекла. Значение оптической запрещенной зоны оценивалось из спектров оптической плотности (спектрофотометр ПЭ-5400УФ) в координатах Тауца. Измерение фототока производилось с помощью пикоамперметра (Keithley 6485) при облучении образца через узкополосные интерференционные светофильтры (405, 497, 707 нм). Для определения соотношения между значениями фототока при облучении образца предварительно были измерены спектры облучения через светофильтры и проинтегрированы площади под ними. Оптическая ширина запрещенной зоны покрытия из системы наностержней ZnO составила Eg ≈ 3.27 эВ, что соответствует излучению с длиной волны около 380 нм, однако образец демонстрировал фотоотклик на облучение через все светофильтры (405, 497, 707 нм). Результаты временных измерений фототока через образец при облучении в видимой области спектра с вычетом темнового тока представлены на рисунке 1.

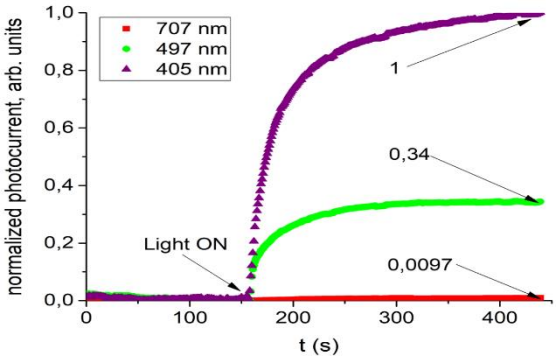


Рис. 1. Временные зависимости нормированного фототока при облучении через узкополосные интерференционные светофильтры с длиной волны в середине полосы пропускания 405, 497 и 707 нм.

Как видно из рисунка, длительность отклика образца на облучение составляет десятки секунд (около 1.5-2 минут до достижения 90% от максимума). Безусловно, генерация электрон-дырочных пар при облучении в видимой части спектра обусловлена дефектными уровнями в запрещенной зоне оксида цинка. В исследованиях фотолюминесценции наностержней оксида цинка, выращенных гидротермальным методом, излучение в видимой области связывают с поверхностными дефектами в виде вакансий цинка, и одно- и двухзарядными вакансиями кислорода $V_O^+ V_O^+, V_O^{++} V_O^{++}$ с максимумами гауссовых компонент люминесценции зелено-желтого цвета 483 нм, 530 нм, 580 нм, соответственно. Также отмечается, что отжиг приводит к увеличению концентрации вакансий кислорода у поверхности нанокристаллов, что подтверждается данными рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии [7,8]. Отметим, что косвенно об изменении концентрации собственных электрически активных дефектов в поверхностных слоях можно судить по зависимостям локальных вольт-амперных характеристик, получаемых с помощью проводящей атомно-силовой микроскопии [9,10]. Для оценки энергетики поверхностных центров возможен анализ кислотно-основных характеристики [11,12]. Теоретические основы метода, а также возможности управления свойствами функциональных материалов и композитов путем

направленного регулирования кислотно-основного состояния поверхности твердых тел систематически изложено в монографии [13].

Таким образом, результаты исследования фототока через образец при облучении в видимой области спектра показали наличие фотопроводимости наностержней оксида цинка, обусловленной дефектами кристаллической решетки, такими как кислородные вакансии у поверхности нанокристаллов. Эти точечные дефекты и ассоциации на их основе могут значительно ухудшать вольт-амперные характеристики и КПД фотовольтаических структур на основе наностержней оксида цинка и коллоидных нанокристаллов, выступая ловушками на интерфейсе. Измерение фототока при облучении покрытий из наностержней оксида цинка зеленым светом (~500 нм) может служить методом детектирования относительной концентрации поверхностных кислородных вакансий, а также эффективности пассивации таких поверхностных дефектов. В то же время генерация электрон-дырочных пар в наностержнях оксида цинка при облучении видимым светом делает их привлекательными для применения в качестве фотокатализаторов, разлагающих органические соединения с использованием солнечного излучения, а также для чувствительных слоев газовых датчиков, работоспособных при комнатных температурах [14-15].

Список литературы

1. Наноструктурные оксидные материалы в современной микро-, нано- и оптоэлектронике / Под ред. Мошникова В.А. и Александровой СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ». 2017. 266 с.

2. Лашкова Н.А., Максимов А.И., Рябко А.А .и др. Синтез наноструктур на основе оксида цинка для создания гетероструктурных фотовольтаических элементов //Физика и техника полупроводников. 2016. Т. 50. № 9. С. 1276-1282

3. Наночастицы, наносистемы и их применение часть 1 коллоидные квантовые точки / под ред. В. А. Мошникова, О. А. Александровой- / Уфа: Аэтерна. 2015. 236 с.

4. Zang Sh., Wang Y., Su W. et al. PbS quantum dot bulk heterojunction solar cells with solution-deposited $Mg(OH)_2$ interlayer // Phys. Status Solidi RRL. 2016. V.10. P.745-748

5. Рябко А.А. Система «наностержни оксида цинка и коллоидные квантовые точки» для солнечной энергетики // Вестник НовГУ. 2019. №4(116). С. 40-43

6. Рябко А.А., Максимов А.И., Мошников В.А. Гидротермальный синтез для управляемой самосборки иерархических покрытий на основе оксида цинка с воспроизводимой формой наностержней // Вестник Новгородского государственного университета им. Ярослава Мудрого. 2017. № 6 (104). С. 32-37

7. Jamal Al-S., Tanujjal B., Mohammed Al-A., Joydeep D. Controlled Defects of Zinc Oxide Nanorods for Efficient Visible Light Photocatalytic Degradation of Phenol // Materials 2016. 9. 238.

8.Налимова С.С., Шомахов З.В., Мошников В.А., Бобков А.А., Рябко 1 А.А., Калажоков З.Х. Исследование формирования слоев станната цинка методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии// Журнал технической физики, 2020, том 90, вып. 7 с.1132-1135

9. Спивак Ю.М., Мошников В.А. Особенности строения фоточувствительных поликристаллических слоев сетчатого типа на основе PbCdSe < i >// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2010. № 1. С. 97-102.

10. Lashkova N.A., Maximov A.I., Matyushkin L.B., Moshnikov V.A., Ryabko A.A., Somov P.A., Tulenin S.S. Local electrophysical properties of conductive ZnO films // Бутлеровские сообщения. 2015. Т. 42. № 6. С. 48-53

11. Налимова С.С., Мошников В.А., Максимов А.И. и др. исследование влияния кислотно-основных свойств поверхности оксидов ZnO, Fe_2O_3 и $ZnFe_2O_4$ на их газочувствительность по отношению к парам этанола//Физика и техника полупроводников. 2013. Т. 47. № 8. С. 1022-1026.

12. Карпова С.С., Мошников В.А., Мякин С.В., Колованги на Е.С. Функциональный состав поверхности и сенсорные свойства ZnO, Fe_2O_3 И $ZnFe_2O_4$ //Физика и техника полупроводников. 2013. Т. 47. № 3. С. 369-372.

13. Сычев М.М., Минакова Т.С., Слижов Ю.Г., Шилова О.А. Кислотно-основные характеристики поверхности твердых тел и управление свойствами материалов и композитов.- СПб.: Химиздат, 2016.- 276 с.

14. Zinc oxide hierarchical nanostructures for photocatalysis Yukhnovets O., Semenova A.A., Levkevich E.A., Maximov A.I., Moshnikov V.A. // Journal of Physics: Conference Series 19th Russian Youth Conference on Physics of Semiconductors and Nanostructures, Opto- and Nanoelectronics, RYCPS 2017. 2018. С. 012009.

15. Bobkov A.A., Mazing D.S., Ryabko A.A. et,al. Study of gas-sensitive properties of zinc oxide nanorod array at room temperature // In: 2018 IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics, EExPolytech 2018 Proceedings. 2018. -P. 219-221

АНАЛИЗ СВОЙСТВ ФУЛЛЕРЕНОВ И ПЕРСПЕКТИВЫ ИХ ПРИМЕНЕНИЯ

А.Р. САЙФУЛИНА

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Рассматриваются фуллерены и фуллереносодержащие материалы, их свойства и области применения. Особое внимание уделяется композитам на основе пористого кремния. Показаны перспективы применения пористого кремния с углеродными материалами. Слои пористого кремния получены методом электрохимического травления.

Ключевые слова: фуллерен, пористый кремний, композитные материалы.

Углерод принимаются и его способность образовывать различные типы химической связи широко используется в современной микро- и наноэлектронике. Сейчас широко исследуется и находит всё большее практическое применение фуллерены, которые характеризуются необычными свойствами, проявляющиеся при различных условиях [1].

Целью данной работы является анализ свойств и области применения фуллеренов, в том числе в качестве композиционного материала с пористым кремнием, а также обоснование выбора параметров пористого кремния для создания углерод-содержащих композитов на их основе.

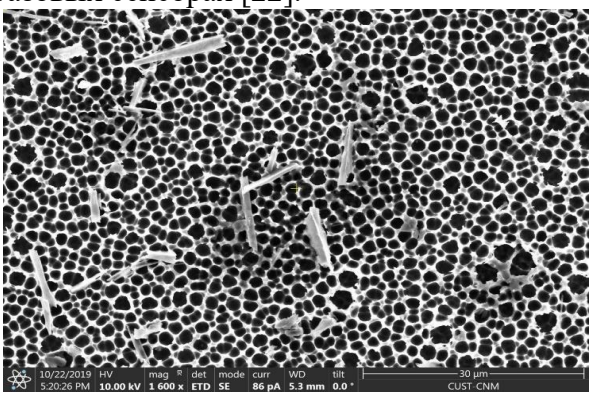
Необычным, в первую очередь, является геометрия фуллерена. Благодаря высокой симметрии и энергии связи между атомами фуллерен обладает большой термической стабильностью. Так C60 сохраняет свою структуру вплоть до 1700 К в инертной среде и до 500 К в кислородосодержащей [2]. Благодаря высоким значением сродства к электрону C60 является окислителям, способным принимать до 6 электронов. Стоит отметить, необычным является сочетание этого свойства с небольшим значением энергии ионизации, что говорит о том, что фуллерен одновременно может быть как акцептором, так и донором электронов [3].

Из-за наличия внутри полости и большого числа реакционных центров на поверхности фуллерен позволяет модифицировать его для создания соединений с уникальными свойствами [4]. Фуллерены в кристаллические форме (фуллериты) представляют собой полупроводники, обладающие фотопроводимостью в оптическом диапазоне длин волн. Однако их способность к соединению с щелочными металлами придает им металлические свойства вплоть до сверхпроводимости [5]. Стоит отметить, что структура фуллерита может существенно изменяться при относительно небольших изменениях температуры и давления [6]. Фуллерены способны полимеризоваться при нагревании и повышении давления. Такой же эффект наблюдается при воздействии УФ и видимого света, а также при бомбардировке кристаллов ионами или электронами [7]. C60 обладает магнитными [8, 9], оптическими нелинейными [10, 11], высокими сорбционными [12, 13] свойствами и механической прочностью [14].

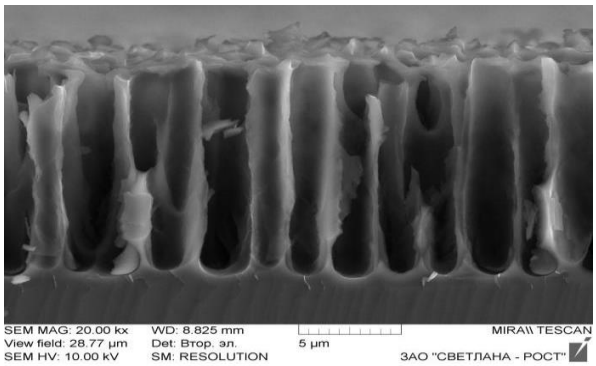
Вышеописанные свойства позволяют использовать фуллерены и фуллереносодержащие материалы в сверхпроводниках, электронных и оптических

элементах, устройствах памяти, фотовальтаике, водородной энергетике, биологии, медицине и строительстве, а также в качестве фоторезистов, катализаторов.

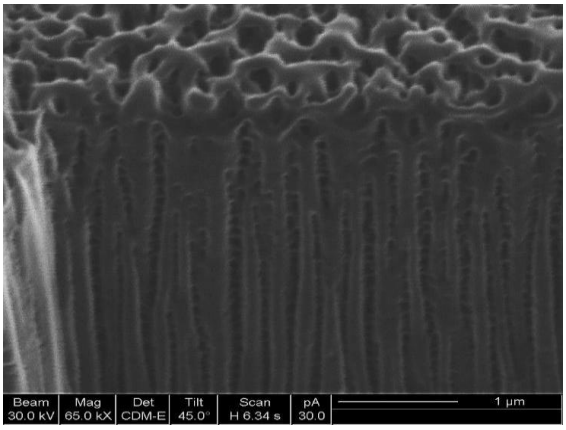
Особенно актуальным является создание композиционных материалов на основе фуллерена и пористого кремния (por-Si). Так композиты «por-Si – углеродный материал» являются перспективными для создания фотолюминесцентных элементов [15,16], автоэмиссионных электродов [17], суперконденсаторов [18], анодов литий-ионных аккумуляторов [19], а также для синтеза электродов для солнечных концентраторов, основанных на явлении фотонно-усиленной термоэлектронной эмиссии и термоэлектронно-плазменных энергетических систем [20]. Стоит отметить, что композиты пористого кремния с серебром, никелем, металлооксидами (Fe_2O_3, SnO_2, NiO) также являются перспективными и могут применяться в солнечной энергетике [21] и газовых сенсорах [22].



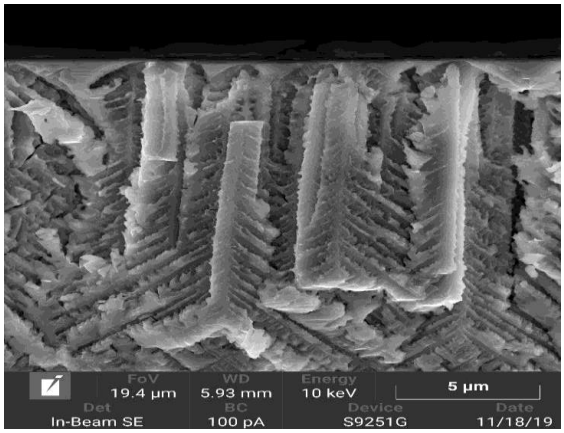
а



б



в



г

Рис. 1. Растровая электронная микроскопия пористого кремния: а, б – макропористый кремния со столбчатым типом текстуры (поверхность и скол соответственно) на основе КДБ 12 (100); в – мезо-макропористый кремний на основе КДБ 12 (100); г – мезо-макропористый кремний на основе КЭФ 4,5 (111)

Такое разнообразие композитов на основе пористого кремния как матричного материала обусловлено его следующими преимуществами: высокая развитость поверхности, высокая пористость, многообразие вариантов пористых текстур, зависимость ее фазового состава от технологических условий получения и возможность управления размерами и конфигурацией пор [23].

Таким образом, модифицирование поверхности пористого кремния фуллеренами является актуальной задачей. В качестве матричного элемента для углеродных материалов чаще всего используется кремний со столбчатой структурой пор.

Слои por-Si получали методом электрохимического анодного травления в лаборатории УНЛ «Наноматериалы», каф. МНЭ, СПбГЭТУ «ЛЭТИ». В качестве исходного материала был использован монокристаллический кремний марки КДБ 12 (100) и КЭФ 4,5 (111). Пористый кремний получали методом электрохимического анодного растворения кремния в электролите на основе водно-спиртового раствора фтороводорода в гальваностатическом режиме (при вариации плотности тока анодирования, времени анодирования). Исследования морфологии поверхности проводили методом растровой электронной микроскопии при исследовании поверхности и сколов (Tescan MIRA 3), рис. 1.

Таким образом, были получены образцы пористого кремния со столбчатой структурой пор при различных технологических условиях. Также в работе обсуждаются возможности функционализации пористого кремния фуллеренами и перспективы их применения в оптоэлектронике, альтернативной энергетике, сенсорике и медицине.

Список литературы

1. Мошников В. А., Александрова О. А. Новые углеродные материалы: Учеб. пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ "ЛЭТИ", 2008. 92 с.
2. Сорокин В. С., Антипов Б. Л., Лазарева Н. П. С. Материалы и элементы электронной техники. Проводники, полупроводники, диэлектрики: Учебник. Т. 1. 2-е изд., испр. СПб.: Издательство «Лань», 2015. 448 с.
3. Сидоров Л.Н. Бакминстерфуллерен, высшие фуллерены, их эндо- и фторпроизводные // ФТТ. 2002. Т. 44, вып. 3. С. 401-405.
4. Соколов В. И., Станкевич И. В. Фуллерены – новые аллотропные формы углерода: структура, электронное строение и химические свойства // Усп. хим., 1993. Т. 62(5). 455–473
5. Елецкий А.В. Новые направления в исследованиях фуллеренов // УФН. 1994. Т. 164, №9, С. 107-109.
6. Лебедев В. В., Жогова К. Б., Быкова Т. А., Каверин Б. С., Карнацевич В. Л., Лопатин М. А. Термодинамика фуллерена С60 в области 0-340 К // Изв. АН. Сер. Химическая. 1996. Т. 9. С. 2229-2233.
7. Загинайченко С. Ю., Матысина З. А., Щур Д. В. Статистическая теория фото- и электрополимеризации фуллеренов // Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии. 2009. Т. 7. № 4. С. 1131-1145.
8. Mihailovic, D. Ferromagnetism in Metallocene-Doped Fullerenes. Monatshefte füer Chemie, 2003. 134, P. 137–147.
9. Wood R. A., Lewis M. H., Lees M. R., Bennington S. M., Cain M. G., Kitamura N. Ferromagnetic fullerene // J. Phys.: Condens. Matter. 2002. № 14. P. L385–L391.
10. Tutt, L. W., Kost, A. Optical limiting performance of C60 and C70 solutions. Nature. 1992. 356, P. 225–226.
11. Каманина Н. В. Электрооптические системы на основе жидких кристаллов и фуллеренов – перспективные материалы наноэлектроники. Свойства и области применения. Учебное пособие. - СПб: СПбГУ ИТМО, 2008. 137с.
12. Gracheva, I. E., Moshnikov, V. A., Maraeva, E. V., Karpova, S. S., Alexsandrova, O. A., Alekseyev, N. I. Olchowik, J. M. Nanostructured materials obtained under conditions of hierarchical self-assembly and modified by derivative forms of fullerenes // Journal of Non-Crystalline Solids, 2012. 358(2). С. 433–439.
13. Березкин В.И., Викторовский И.В., Вуль А.Я., Голубев Л.В., Петрова В.Н., Хорошко Л.О. Фуллереновые микрокристаллы как адсорбенты органических соединений // ФТП, 2003. Т. 37. вып. 7. С. 802-810.
14. Пуха В.Е., Ходос И.И., Кабачкова Е.Н. Структурные особенности плёнок, сформированных из ускоренных ионов С60 в атмосфере азота // РКЭМ, 2020. С. 1-2.
15. Pikulev V.B., Kuznetsov S.N., Saren A.A., Gardin Yu.E., Gurtov V.A. Energy transfer photoexcitation of porous silicon-fullerene anocomposite in oxygen-containing ambient // Tech. Phys. Lett, 2006. 32, P. 129–131.
16. Сресели О.М., Горячев Д.Н., Беляков Л.В., Вуль С.П, Захарова И.Б., Е.А. Алексеева Е.А. Влияние фуллерена на фотолюминесценцию пористого кремния // ФТП, 2004. Т. 38. вып. 1. С. 124-127.
17. Смердов Р.С. Композиционные материалы на основе пористого кремни для синтеза эмиссионных электродов // Материалы конференции «Неделя науки СПбПУ» - 2019: СПб, Россия, ноябрь 2019 года. С. 49-52.

18. Oakes L., Westover A., Mares J.W., Chatterjee S. et al. Surface engineered porous silicon for stable, high performance electrochemical supercapacitors // Scientific Reports, 2013. P. 03020-1-7.
19. Ge M., Fang X., Rong J., Zhou C. Review of porous silicon preparation and its application for lithium-ion battery anodes // Nanotechnology, 2013. V. 24. P. 422001-1-10.
20. Smerdov, R.S., Mustafaev, A.S., Spivak, Y.M., Moshnikov, V.A. Graphene and porous silicon structures for novel nanoelectronic systems. 439-447 p. In book: Topical Issues of Rational Use of Natural Resources, February 2019. Ed. V. Litvinenko. Publisher: CRC Press/Balkema Schipholweg 107C, 2316 XC Leiden, The Netherlands.
21. Smerdov R.S., Spivak Yu. M., Moshnikov V.A. Nanostructures based on functionalized porous silicon for promising solar energy systems // Journal of Physics Conference Series, November 2019. P. 1-6.
22. Moshnikov V.A., Gracheva I.E., Lenshin A.S., Spivak Yu.M., Anchkov M. ., Kuznetsov V.V., Olchowik J.M. Porous silicon with embedded metal oxides for gas sensing applications // Journal of Non-Crystalline Solids,2012. V. 358, is. 3. P. 590–595.
23. Леньшин А.С., Кашкаров В.М, Спивак Ю.М., Мошников В.А. Исследование электронного строения и фазового состава пористого кремния// ФХС, 2012. Т. 38, вып. 3. С. 383-392.

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТРИСУЛЬФИДА ТИТАНА КАК ЭЛЕКТРОДНОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ ПЕРЕЗАРЯЖАЕМЫХ АККУМУЛЯТОРОВ

Е. И. Сысоев [1], М.Ю. Арсентьев [2]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)*

[2]*Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН*

Аннотация. В данной работе проведены исследования TiS_3 как электродного материала для мультивалентных Li, Na, K, Ca, Zn и Mg-ионных электрохимических батарей с неорганическим водным электролитом. Представлена методика изготовления электродов. Метод основан на получении порошков TiS_3 методом твердофазового синтеза с последующим нанесением на металлическую сетку со связующим. Проведен ряд расчетов методом теории функционала электронной плотности в целях прогнозирования, а также более детального исследования свойств данных материалов.

Ключевые слова: TiS_3, электрод, электролит, миграционный барьер, интерколяция/деинтерколяция.

Введение

TiS_2 в слоистой кристаллической структуре является многообещающим катодным материалом для перезаряжаемых магниевых аккумуляторов (ПМА), благодаря его низкой стоимости и высокой электронной проводимости. Однако, TiS_2 демонстрирует высокую энергию активации миграции (~1 эВ) при комнатной температуре, что препятствует его практическому применению.[1] Помимо TiS_2, слоистый TiS_3 также может быть рассмотрен как материал для ПМА. Согласно данным, полученным методом компьютерного моделирования авторами[2], энергия активации процесса миграции Mg^{2+} в TiS_3 в направлении [010] составляет 0,292–0,698 эВ, что ниже, чем у TiS_2 в слоистой структуре и структуре шпинели (0,8–1,2 эВ).

В относительно недавнем исследовании[3] K. Taniguchi и др. методом твердофазового синтеза был получен порошок TiS_3. Авторы данной работы наблюдали интенсивный обратимый процесс интеркаляции/деинтеркаляции Mg^{2+} в TiS_3, при температуре 25°C, предпо-

ложительно вследствие гибридизации d- и p-орбиталей TiS_3. Однако, необходимо дальнейшее понимание свойств данного материала.

Целью настоящей работы является синтез, экспериментальное и теоретическое исследование электрохимических свойств трисульфида титана с использованием циклической вольтамперометрии и метода теории функционала электронной плотности.

Метод циклической вольтамперометрии

Электрохимические измерения применяют для исследования электродов из-за относительно простой аппаратуры, требуемой для измерений. Для получения сведений о покрытии электрода и кинетике электродных реакций в большинстве случаев используют циклическую вольтамперометрию.

Эксперимент

Паста, содержащая 75% активного вещества (TiS_3), 5% фторопласта (связующее) и 20% проводящей сажи, была получена следующим образом: сперва была рассчитана шихта, затем смесь перетиралась и гомогенизировалась в ступке в течение 15-20 минут. Далее смесь помешалась в пробирку, после чего к ней добавлялось необходимое количество растворителя, зависящее от массы сухого вещества. Перемешивание смеси, для однородности, производилось с помощью ротора. Скорость вращения: 80 об/мин, время: 20 мин.

Электроды вырезались из стальной сетки по форме электрода, промывались и обрабатывались этиловым спиртом. Затем производилась сушка в сушильном шкафу при температуре 60°C в течение 30 минут. На часть поверхности электрода наносилась паста лакокрасочным способом. Далее производилась сушка в вакуумной печи (2 ч, 60°C).

В качестве электролитов (0,5 M) использовались нитраты Li, Na, K, Ca, Zn и Mg.

Таблица 1

Полученные методом компьютерного моделирования и экспериментальные параметры решетки TiS_3 (Å).

	Оптимизация	Эксперимент[7]
a	**4.901**	**4.948**
b	**3.403**	**3.379**
c	**8.558**	**8.748**

В результате было изготовлено 6 различных типов электролитов для экспериментальных исследований электрохимических свойств данных электродов.

Ниже представлены результаты компьютерного моделирования свойств TiS_3 и TiS_2 в программе Quantum Espresso. Данная программа предназначена для решения задач квантовой химии с использованием методов теории функционала электронной плотности (DFT). Оптимизированные значения приведены в таблице 1 вместе с экспериментальными данными. Обменно-корреляционный член был описан в обобщенной градиентной аппроксимации (GGA), параметризованной функционалом Perdew-Burke-Ernzerhof (PBE).[4,5] Использовался метод функционала плотности Ван-дер-Ваальса (vdW-DF). Интегрирование по зоне Бриллюэна выполнялось с помощью набора k-точек Монхорста-Пака[6] 8x8x8 и 6x8x4 для TiS_2 и TiS_3 соответственно. Оптимизация геометрии (параметры решетки и ко-

ординаты атомов) проводилась до тех пор, пока силы на всех атомах не стали ниже заданного порогового значения (0,01 эВ/Å). Рис. 1 демонстрирует структуры, полученные в результате проделанной релаксации.

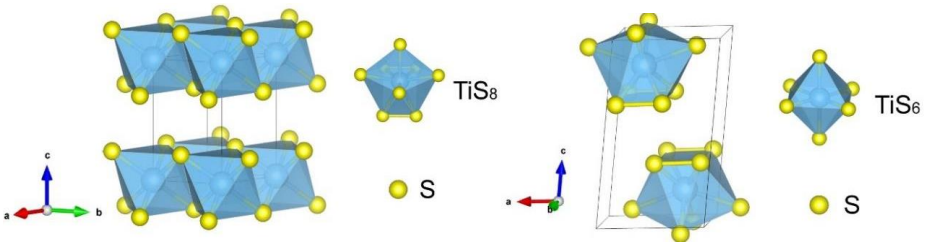


Рис. 1. Структуры, полученные релаксацией в программе Q. Espresso (слева – TiS_2, справа – TiS_3).

Дальнейшие исследования были связаны с изучением устойчивости структуры TiS_3 при интеркаляции катиона. Катион помещался в центроид полиэдра, образованного атомами S, формирующего неправильную прямоугольную пирамиду. Координаты данной позиции рассчитывались с использованием программного пакета TOPOS. Далее полученная структура подвергалась оптимизации геометрии (Рис. 5) в Quantum Espresso.

В результате оптимизации атомы Li и Na изменили координацию из прямоугольной пирамидальной к тригональной призматической. Наблюдалось смещение слоев TiS_3 на 0,08 Å вдоль оси *a* и на 0,02 Å вдоль оси *b* при интеркаляции Li и 0,12 Å, 0,03 Å при интеркаляции Na, соответственно. Параметр *c* уменьшился на 0,03 Å для Li и увеличился на 0,17 Å для Na.

Энергия связи Li/Na атомов, $E_b(Na/Li)$, формируемая между атомами Li/Na и TiS_3, рассчитывалась в соответствии со следующей формулой:

$$E_b(Li/Na) = E_{tot}(TiS_3) + E_{tot}(Li/Na) - E_{tot}(TiS_3 - Li/Na),$$

где $E_{tot}(TiS_3 - Li/Na)$ и $E_{tot}(TiS_3)$ – полная энергия TiS_3, содержащего интеркалированные атомы Li/Na, и чистого TiS_3, соответственно. $E_{tot}(Li/Na)$ – полная энергия металлического Li/Na. Положительные значения E_b указывают на самопроизвольное протекание реакции интеркаляции: атомы Li/Na абсорбируются структурой TiS_3. В нашем случае значения получились -0,36 и -1,57 эВ для Li и Na соответственно, что говорит о необходимости приложить напряжение для интеркаляции данных катионов в электрод.

Результаты

Ниже изображена (Рис. 2) зависимость параметров решетки, пролеченная методом компьютерного моделирования, от энергии обрезания для каждой структуры.

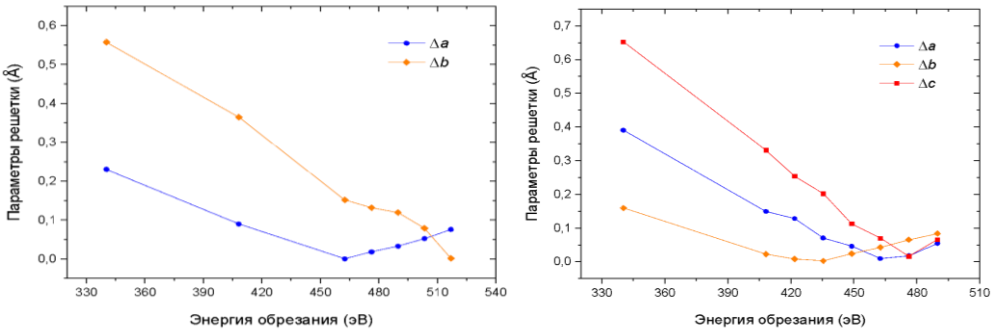


Рис.2. Зависимость параметров решетки, полученных методом компьютерного моделирования, от энергии обрезания (слева – TiS_2, справа – TiS_3).

Рис. 3 демонстрирует зависимость полной энергии системы от энергии обрезания набора волновых функций.

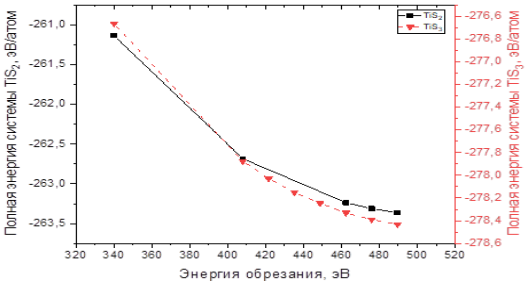


Рис. 3. Зависимость полной энергии системы от энергии обрезания для TiS_2 и TiS_3.

Заключение

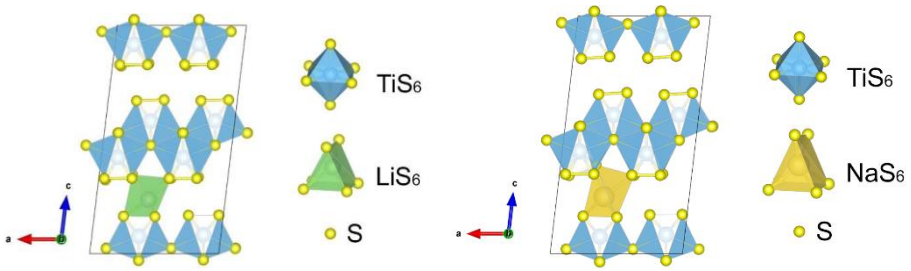


Рис. 4. Внешний вид суперъячеек TiS_3 размером 2×2×2, содержащих (слева – Li, справа – Na), полученных релаксацией геометрии в Quantum Espresso.

В ходе проделанной работы были произведены синтез и экспериментальное исследование электрохимических свойств электродов на основе TiS_3. Методом теории функционала электронной плотности исследованы изменения структуры TiS_3 при интеркаляции Li и Na. Определена оптимальная энергия обрезания для данных материалов и рабочее напряжение.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИХС РАН по Программе фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы (тема № АААА-А19-119022290087-1) и Программой фундаментальных исследований РАН "Создание теории образования химических веществ на основе разработки принципов самоорганизации наночастиц и прогнозирование свойств методом компьютерного моделирования" - Программа Президиума РАН №32 «НАНОСТРУКТУРЫ: ФИЗИКА, ХИМИЯ, БИОЛОГИЯ, ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИЙ», подпрограмма II "Наноматериалы" на 2018-2020 гг, рук. Шевченко В.Я.

Список литературы

1. Y. Zhang, H. Geng, W. Wei, J. Ma, L. Chen, C. C. Li // Energy Storage Mater. 2019, 20, 118.
2. M. Arsentev, A. Missyul, A. V. Petrov, M. Hammouri // J. Phys. Chem.C 2017, 121, 15509
3. K. Taniguchi, Y. Gu, Y. Katsura, T. Yoshino, H. Takagi // Appl. Phys. Express 2016, 9, 011801
4. Perdew, J. P. Generalized gradient approximation made simple / J. P. Perdew, K. Burke, M. Ernzerhof // Physical Review Letters. – 1996. – Vol. 77, № 18. – P. 3865– 3868.
5. Perdew, J. P. Generalized gradient approximation made simple [Phys. Rev. Lett. 77, 3865 (1996)]: [Errata] / J. P. Perdew, K. Burke, M. Ernzerhof // Ibid. – 1997. – Vol. 78, № 7. – P. 1396.
6. Monkhorst, H. J. Special points for Brillouin-zone integrations / H. J. Monkhorst, J. D. Pack // Physical Review B. – 1976. – Vol. 13, № 12. – P. 5188– 5192.
7. Lipatov, A.; Wilson, P. M.; Shekhirev, M.; Teeter, J. D.; Netusil, R.; Sinitskii, A. Fewlayered titanium trisulfide (TiS_3) field-effect transistors. Nanoscale, 2015, 7, 12291-12296

8. Wang, Y.; Richards, W. D.; Ong, S. P.; Miara, L. J.; Kim, J. C.;Mo, Y.; Ceder, G. Design principles for solid-state lithium superionic conductors. Nat. Mater. 2015, 14, 1026−1031
9. ОСНОВЫ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ-ТЕХНОЛОГИИ НАНОКОМПОЗИТОВ Максимов А.И., Мошников В.А., Таиров Ю.М., Шилова О.А. Санкт-Петербург,Технолит 2008. (2-е издание)

ВАХ МАГНЕТРОНА С МОЛИБДЕНОВОЙ МИШЕНЬЮ

А.А. Фисенко, Д.С. Шестаков

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Приведены результаты изучения разряда в плоском магнетроне с молибденовой мишенью, работающего на постоянном токе. Установлено, что в среде аргона напряжение на разряде возрастает примерно пропорционально току. Увеличение давления приводит к приводит к уменьшению напряжения. Вольтамперная характеристика магнетрона в реактивной среде полностью отражает процессы, происходящие на мишени магнетрона.

Ключевые слова: магнетронное распыление, молибден, холодная мишень.

Среди множества методов осаждения пленок простых соединений молибдена большое внимание уделяют реактивному магнетронному распылению [1]–[4]. Многочисленные эксперименты показали, что основными независимыми переменными процесса реактивного распыления служат расход реактивного газа Q_0 и ток разряда I (мощность). Для этой многофакторной технологии характерны нелинейные эффекты [5]. Они обусловлены процессами на внутренних поверхностях вакуумной камеры. При малом расходе реактивного газа или большом токе разряда мишень работает в металлическом режиме. Увеличение Q_0 или уменьшение I способствует переходу мишени в реактивный режим. Эти режимы обычно изучают по зависимостям парциального давления реактивного газа от его расхода или тока разряда [6]. Дополнительную информацию о процессе распыления содержит вольтамперная характеристика (ВАХ) магнетрона.

Целью данной работы было изучение общих особенностей ВАХ магнетрон при распылении молибденовой мишени в разных газовых средах.

Исследования проведены в высоковакуумной системе, оснащенной паромасляным диффузионным и механическим насосами с номинальной быстротой действия 0.3 м^3/с и 0.005 м^3/с, соответственно. Объем вакуумной камеры равен 0.076 м^3, остаточное давление в которой не превышало $5 \cdot 10^{-2}$ мТорр. Для создания рабочей газовой среды использованы газы высокой чистоты. Эксперименты выполнены на сбалансированном магнетроне диаметром 130 мм, оснащенном молибденовой мишенью толщиною 2 мм, с типовым охлаждением проточной водой. Изучена работа магнетрона на постоянном токе при токе разряда до 10 А в Ar и смесях Ar + N_2 и Ar + O_2.

Наиболее простым случаем, требующим изучения, является работа магнетрона в среде инертного газа. На рис. 1 представлены ВАХ разряда изучаемого магнетрона, из которого видно, что увеличение давления приводит к уменьшению напряжения. Все приведенные зависимости приближаются по своему виду к линейным, но не являются таковыми, а имеют вид аномального тлеющего разряда.

Изменение напряжения разряда с увеличением давления в рабочей камере можно объяснить следующим образом. Увеличение давления в камере означает увеличение количе-

ства частиц рабочего газа, в следствие чего, энергии, затрачиваемой на создание разряда, требуется меньше. Благодаря этому, при одинаковых значениях тока разряда для кривых, например, *1* и *5* значения напряжений отличаются примерно на 60 В.

Рис. 2 отражает типичные ВАХ магнетрона, работающего в разных газовых средах. ВАХ в инертной среде отражает зависимость *1* (при $Q_{O2} = Q_{N2} = 0$). Влияние только азота демонстрирует кривая *2*, которая измерена при Q_{N2} = 6 см^3/мин и увеличении тока разряда. Она имеет максимум, слева от которого начальный участок соответствуют нитридному режиму работы мишени. На нем напряжение больше до ~ 80 В, чем при распылении мишени в чистом аргоне (кривая *1*). В этом режиме поверхность мишени покрыта пленкой нитрида молибдена поэтому разряд формируется за счет ее ионно-электронной эмиссии.

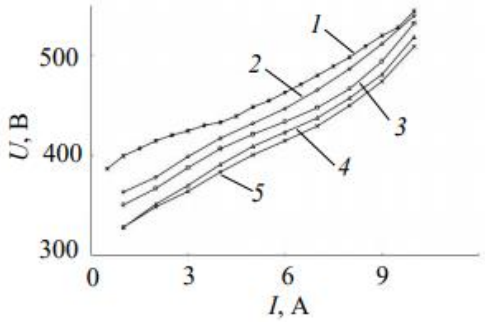


Рис. 1. ВАХ магнетрона в среде аргона при давлении (мТорр): 1 – 1.5; 2 – 2.0; 3 – 2.5; 4 – 3; 5 – 3.5

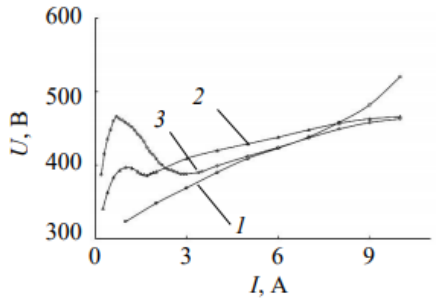


Рис. 2. ВАХ магнетрона в средах: 1 – Ar; 2 – Ar + N_2; 3 – Ar + O_2

ВАХ *2*, измеренная в среде Ar + O_2 (при Q_{O2} = 6 см^3/мин) имеет следующие особенности: при $I < 1$ А наблюдается более интенсивный рост напряжения, чем при разряде в среде аргона. Мишень в этом диапазоне работает в оксидном режиме, далее переходя в металлический.

В заключении отметим, что выполненное исследование позволило установить характерные особенности ВАХ плоского магнетрона с молибденовой мишенью. Так, в инертном газе ВАХ соответствуют режиму аномального тлеющего разряда и незначительно отличается от аналогичных ВАХ магнетронов с другими металлическими мишенями. ВАХ в реактивной среде, как и для всех других металлических мишеней, отражает процессы, происходящие на их поверхности. При этом для молибденовой мишени характерно:

1) ВАХ имеют максимум в области тока 1–2 А;

2) влияние азота и кислорода имеют схожий характер и при токе менее 1 А напряжение возрастает более интенсивно, чем в среде инертного газа. Возможно, что в этой области мишень работает в реактивном режиме;

3) при токе болеет 2 А ВАХ в реактивной среде стремится к характеристике вида аномального тлеющего разряда. Есть основание считать, что в этой области режим работы мишени изменился на металлический.

Список литературы

1. Effect of nitrogen flow rate on structure and properties of MoNx coatings deposited by facing target sputtering / T. Wang, G. Zhang, S. Ren // J. Alloys Comp. 2017. V. 701. P. 1–8.
2. Relation between modulation frequency of electric power oscillation during pulse magnetron sputtering deposition of MoNx thin films / B. Wicher, R. Chodun, K. Nowakowska-Langier // Appl. Sur. Sci. 2018. V. 456. P. 789–796.
3. Industrial-scale sputter deposition of molybdenum oxide thin films: Microstructure evolution and properties / J. M. Pachlhofer, A. T. Martín-Luengo, R. Franz. // J. Vac. Sci. Technol. A: Vac. Sur. Films. 2017. V. 5. P. 021504.
4. Effect of sputtering pressure on molybdenum oxide thin films prepared by RF magnetron sputtering / A. L. Sonera, K. V. Chauhan, D. B. Chauhan// AIP Confer. Proc. 2018. V. 1953. P. 030133.
5. Комлев А. Е., Шаповалов В. И., Шутова Н. С. Магнетронный разряд в среде аргона и кислорода при осаждении пленки оксида титана // ЖТФ. 2012. Т. 82, Вып. 7. С. 134–136.
6. Барыбин А. А., Шаповалов В. И. Пленки оксидов переходных металлов: физика и технология реактивного распыления СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2009. 176 с.

ИНФОРМАТИКА В ТЕХНИЧЕСКИХ СИСТЕМАХ И ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА

МНОГОПОТОЧНАЯ АРХИТЕКТУРА АГЕНТА РЕАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ ДЛЯ ВИРТУАЛЬНОГО ФУТБОЛА

М.А. Золотухин

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В области многоагентных систем искусственного интеллекта особое внимание привлекает футбольный симулятор RoboCup. В этой статье рассмотрен подход к созданию клиента для этого симулятора на основе многопоточности.

Ключевые слова: футбол, симуляция, многоагентные системы, RoboCup

Введение

Система по симуляции футбольных матчей RoboCup Soccer Simulator — это признанная в мире платформа по тестированию разработок в сфере многоагентных систем искусственного интеллекта. Каждый год проходит международный чемпионат между виртуальными футбольными игроками, разработанными командами из различных университетов мира. Одним из финансируемых проектов СПбГЭТУ ЛЭТИ является разработка такого игрока, который сумел бы победить на одном из чемпионатов мира. Для того, чтобы добиться этого необходимо разработать игрока с максимальным быстродействием и оптимальным модулем принятия решений, что и было сделано.

Основная информация

Футбольный симулятор — это набор программ, который позволяет моделировать футбольные матчи между командами из 11 игроков, где каждый из таких игроков — это самостоятельный субъект, который принимает решения в зависимости от поступающей ему информации. Каждый из этих субъектов — это программа, максимально приближенная к реальному футбольному игроку — человеку. Так же как и он, программа не знает всей ситуации на игровом поле и принимает решения из ограниченной картины мира — того, что игрок видит, того, что он слышит, и того, как он себя ощущает (например, насколько он устал) [1].

Для обеспечения выше описанных условий необходимо обеспечить игроков источником ограниченной информации. Эти источником в симуляторе является сервер. Он полностью владеет всей информацией о поле — где расположены игроки, какой сейчас счёт и время игры и так далее. Однако сервер не отдаёт всю эту информацию игрокам (клиентам), он лишь вычисляет сколько каждой программе нужно отдать данных. Сам сервер также принимает информацию от игроков о том какой «ход» они хотят совершить — куда переместиться, что прокричать, в каком направлении и с какой силой ударить по мячу и так далее. С точки зрения реализации взаимодействие между сервером и клиентами происходит через сетевой протокол UDP.

Взаимодействие с сервером

Взаимодействие с сервером происходит через текстовые посылки в формате *S-expression* — каждая посылка представляет собой объект с данными. Существует мно-

жество форматов посылок: от простейшего *init* (регистрирует клиента на сервере) до сложной посылки с переменной длинной *see* (представляет собой информацию, которую видит получивший эту посылку игрок) [2]. Посылки от сервера приходят не в случайное время — отправка привязана к некоторому такту по умолчанию равному 100 миллисекунд. Некоторые посылки отправляются каждый такт, как например посылка *sense_body* (сообщение о внутреннем состоянии игрока), некоторые в какое-то другое время, например, посылка *hear* (представляет собой голосовое сообщение, посланное одним из игроков или судьей).

Архитектура клиента

Архитектура клиента многопоточная — это позволит распределить не связные задачи во времени и этим повысить производительность клиента, сократив время ожидания необходимых ресурсов от каждого модуля. Для избежания проблем взаимных блокировок используется высокоуровневая система событий фреймворка Qt [3]. Клиент представляет собой 3 потока – поток взаимодействия с сервером, поток обработки текстовых посылок и поток обдумывания. Первый из них отвечает за работу с футбольным сервером по UDP и отдает полученные посылки потоку обработки текстовых посылок. Через него также клиент будет отправлять текстовые посылки к серверу. Второй поток обрабатывает текстовые посылки (десериализует данные) в удобные объекты, которые потом будет обрабатывать поток обдумывания.Поток обдумывания занимается обработкой полученных данных и формирует посылки к серверу, если посчитает нужным это сделать.

Технологическая реализация

Клиент написан на языке C++ с использованием фреймворка Qt. Это позволяет сохраняя эффективность и быстродействие в нужных местах воспользоваться готовыми решениями. Так, например, для взаимодействия с сервером используется готовая реализация сокета *QUdpSocket [4],* а для многопоточности используется *QThread [5]*. Десериализаторный поток работает через систему свойств [6] и метаобъектов Qt [7]. Каждая посылка представляет собой объект с свойствами, которые получены проекцией структуры посылки в формате S-expression. Каждое свойство может быть как таким же объектом со другими свойствами, либо примитивным типом – целым числом, строкой или числом с плавающей точкой. Данный подход обеспечит максимальное удобство в разработке с неплохим быстродействием. Другим способом выполнить десериализацию может быть подход, основанный на шаблонах языка C++. Он не очень удобен в разработке, но позволяет обеспечить прирост в быстродействии обработки посылок за счет того, что типы объектов в которые нужно десериализовать будут вычислены на этапе компиляции.

Список литературы

1. The RoboCup Soccer Simulator // The RoboCup Soccer Simulator [Электронный ресурс]. URL: https://rcsoccersim.github.io/ (дата обращения: 05.05.2020).
2. Soccer Server — The RoboCup Soccer Simulator documentation [Электронный ресурс]. URL: https://rcsoccersim.github.io/manual/soccerserver.html#protocols (дата обращения: 05.05.2020).
3. Synchronizing Threads | Qt 5.14 [Электронный ресурс]. URL: https://doc.qt.io/qt-5/threads-synchronizing.html#high-level-event-queues (дата обращения: 13.05.2020).
4. QUdpSocket Class | Qt Network 5.14.2 [Электронный ресурс]. URL: https://doc.qt.io/qt-5/qudpsocket.html (дата обращения: 04.05.2020).
5. QThread Class | Qt Core 5.14.2 [Электронный ресурс]. URL: https://doc.qt.io/qt-5/qthread.html (дата обращения: 04.05.2020).
6. The Property System | Qt Core 5.14.2 [Электронный ресурс]. URL: https://doc.qt.io/qt-5/properties.html (дата обращения: 05.05.2020).
7. The Meta-Object System | Qt Core 5.14.2 [Электронный ресурс]. URL: https://doc.qt.io/qt-5/metaobjects.html (дата обращения: 05.05.2020).

ИСЛЛЕДОВАНИЕ МОДЕЛЕЙ ОЦЕНКИ ПОЛЕЗНОСТИ ДЕЙСТВИЙ АГЕНТОВ В ВИРТУАЛЬНОМ ФУТБОЛЕ

Д.М. Киварин, М.Г. Пантелеев

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данной статье рассмотрена модель оценки полезности действий агентов в многоагентных системах. С помощью модели проанализирована конкретная ситуация из виртуального футбола. На основе полученных результатов сделаны выводы о сложности используемых при оценке полезности алгоритмов.

Ключевые слова: многоагентные системы, виртуальный футбол, robocup, оценка полезности

Введение

Многоагентная система (МАС) представляет собой совокупность взаимодействующих интеллектуальных агентов (ИА), осуществляющих целенаправленную деятельность в динамической среде [1, 2]. Одной из ключевых задач ИА является планирование действий в реальном масштабе времени в условиях непрерывно меняющегося состояния окружающей среды [2, 3]. Одним из подходов к решению данной задачи является модель опережающего итеративного планирования действий ИА реального времени (ИА РВ) [2, 3], в соответствии с которой уточнение вариантов действий, возможных в рассматриваемой ситуации, и оценка их полезности выполняются в рамках динамически выявляемых временных ограничений. Подход предполагает использование алгоритмов произвольного времени (АПВ) [4], в которых качество результата повышается при увеличении времени выполнения.

Наиболее популярной платформой для исследования МАС и ИА РВ является в настоящее время сервер виртуального футбола Robocup Soccer Server [5]. Данная платформа позволяет моделировать сценарии командного противодействия в реальном времени в условиях ограниченного восприятия окружающего мира. С учетом этого вопросы оценки полезности действий в данной статье рассматриваются применительно к виртуальному футболу.

Модель оценки полезности действий агентов

Обобщенный алгоритм определения полезности действия ИА Act_i в текущей ситуации [2, 3]:

Определение подмножеств актуальных акторов - союзников $\{T_m\}$ и оппонентов $\{O_k\}$ рассматриваемого ИА, которые могут существенно повлиять на состояние среды после выполнения оцениваемого действия

1) Определение множеств возможных действий актуальных акторов $\{TAct_i{}^m\}$ и $\{OAct_i{}^k\}$
2) Определение множества возможных ситуаций $\{S_n{}^{**}\}$. Возможные ситуации прогнозируются как состояния мира на момент завершения выполнения действия $\mathrm{Act_i}$ и всех возможных комбинаций действий $\{TAct_i{}^m\}$ и $\{OAct_i{}^k\}$
3) Определение полезности $U(S^{**})$ всех ситуаций из множества $\{S_n{}^{**}\}$
4) Полезность действия ИА в текущей ситуации определяется как минимальное значение из множества полезностей возможных ситуаций $\{U_n(S_n{}^{**})\}$

Обобщенный алгоритм определения действия ИА, с максимальной полезностью в текущей ситуации [2, 3]:

1) Генерация базового множества возможных действий ИА $\{\mathrm{Act_i}\}$
2) Определение полезности всех действий $U(\mathrm{Act_i})$ из множества $\{\mathrm{Act_i}\}$
3) Искомое действие ИА определяется как действие из множества $\{\mathrm{Act_i}\}$ с максимальной оценкой полезности $U(\mathrm{Act_i})$

Уточнение модели оценки полезности действий агентов

В данной модели при оценке полезности используются АПВ, поэтому каждое действие должно иметь априорную оценку полезности – фиксированное значение полезности, установленное до начала работы алгоритма. Априорное значение полезности для одного и тоже действия может различаться в зависимости от рассматриваемой ситуации.

Оценка полезности ситуации происходит по критериям полезности – набору условий, характеризующих приближение данной ситуации к поставленным задачам. Сами критерии и их количество зависят от рассматриваемой ситуации.

Определение множества актуальных акторов происходит с помощью условий, показывающих, могут ли агенты существенно повлиять на прогнозируемые состояния мира. Условия будут различаться для партнеров и оппонентов рассматриваемого ИА и зависят от ситуации.

Оценка полезности действий агента в виртуальном футболе

Рассмотрим ситуацию, которая может возникнуть в виртуальном футболе в ходе матча (рис. 1). В данной ситуации рассматриваемый ИА (игрок) ведет мяч, форсируя атаку на ворота соперника.

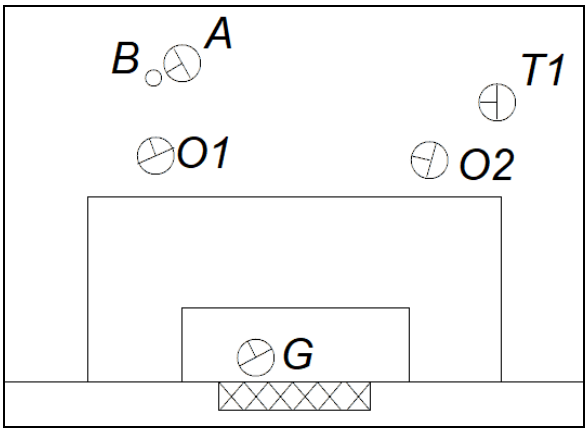


Рис. 1. Расстановка игроков на поле

На рисунке приведены следующие обозначения:

A – игрок, владеет мячом на начальный момент времени;

B – мяч;

T1 – напарник игрока по команде;

O1, O2 – противники игрока из другой команды;

G – вратарь команды противника.

Определим базовое множество действий игрока, критерии оценки ситуаций, а также условия вхождения агентов в подмножества актуальных акторов и их возможные действия (таблицы 1-3).

Таблица 1

Базовое множество действий рассматриваемого игрока

Действия игрока	Априорная полезность
Act_1 = Удар по воротам	90%
Act_2 = Пас	60%
Act_3 = Ведение мяча	50%

Таблица 2

Критерии полезности

Критерий полезности	Значимость критерия
Совершен удар по воротам	60%
Противник не перехватывает мяч	30%
Есть возможность ударить по воротам	10%

Таблица 3

Множества действий актуальных акторов

Действие игрока	Действия партнеров	Действия противников
Удар по воротам	-	$OAct_1$ = Попытаться перехватить мяч
		$OAct_2$ = Оставаться в обороне
Пас	$TAct_1$ = открыться для принятия паса	$OAct_1$ = Попытаться перехватить мяч
		$OAct_2$ = Оставаться в обороне
Ведение мяча	$TAct_1$ = увести защитника с линии атаки	$OAct_1$ = Закрыть проход игроку
		$OAct_2$ = Попытаться отобрать мяч

Представим переход из текущего состояния во множество возможных состояний в виде графа двудольное дерево (рис. 2) [3]. Корневая вершина графа соответствует текущему состоянию мира S*. Исходящими из нее дугами показаны возможные действия игрока $\{Act_i\}$. Второй ярус дерева содержит вершины-разветвлители, из которых исходят дуги, обозначающие комбинации возможных действий актуальных акторов при совершении игроком действия Act_i, соответсвующего дуге, входящей в вершину.

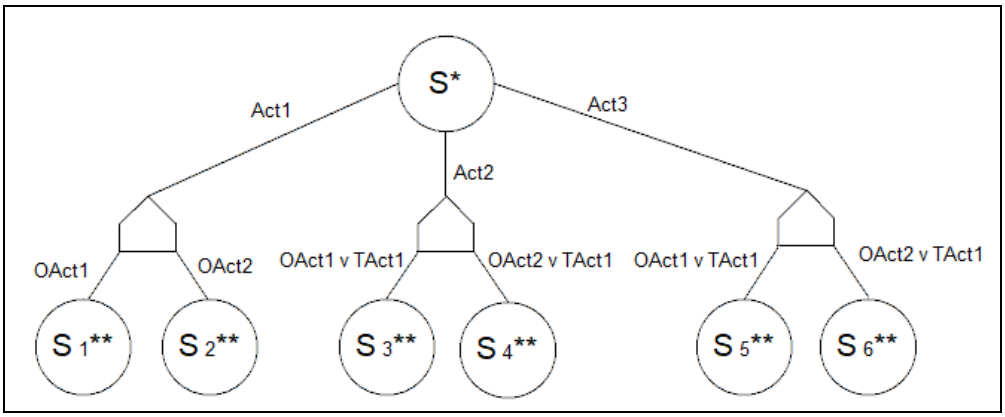


Рис. 2. Дерево прогнозируемых ситуаций

Используя критерии полезности, определим полезность каждого возможного состояния мира после выполнения игроком одного из действий. Исходя из предположения, что противник использует наиболее рациональные ходы при игре, определим полезность возможных действий (таблица 4).

Таблица 4

Оценки полезности действий

Действия игрока	Прогнозируемые ситуации	Полезность ситуации	Полезность действия
Удар по воротам	S_1**	70%	70%
	S_2**	100%	
Пас	S_3**	10%	10%
	S_4**	40%	
Ведение мяча	S_5**	30%	10%
	S_6**	10%	

Оценка сложности алгоритмов оценки полезности действий агентов

Сложность алгоритма оценки полезности действий зависит от числа актуальных акторов, а также от количества действий, которые они могут предпринять. В худшем случае ее можно оценить как $O(m^n)$, где m – максимальное количество возможных действий одного актора, а n – количество актуальных акторов.

Сложность алгоритма определения наиполезнейшего действия агента в текущей ситуации зависит от количества возможных действий рассматриваемого агента и вычисления оценки полезности конкретного действия. В худшем случае ее можно оценить как $O(m^n * k)$, где m – количество возможных действий одного актора, n – количество актуальных акторов, а k – количество возможных действий рассматриваемого агента.

Принимая во внимание такую высокую вычислительную сложность и жесткие ограничения для выбора действия в реальном времени, алгоритм вычисления полезности построен как АПВ. Построение дерева возможных миров выполняется в порядке убывания априорной (а затем и текущей) полезности действий в течение всего доступного времени.

Заключение

В ходе исследования была уточнена модель оценки полезности действий агентов, предложенная в модели опережающего итеративного планирования действий ИА РВ. Предложенная модель была исследована на примере типовой ситуации из виртуального футбола. На основании полученных результатов были сделаны выводы о сложности используемых алгоритмов, что позволяет организовать их как АПВ.

Список литературы

1. Рассел С., Норвиг П. Искусственный интеллект: современный подход. – М.: Издательский дом «Вильямс», 2007. – 1410 с.
2. Пантелеев М.Г., Пузанков Д.В. Интеллектуальные агенты и многоагентные системы: монография. - СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2015. - 215с.
3. Пантелеев М.Г. Формальная модель опережающего итеративного планирования действий интеллектуальных агентов реального времени// Труды 14-ой Нац. Конф. по ИИ с международным участием КИИ-2014. Т 1. – Казань: Изд-во РИЦ «Школа». – 2014. – С. 323-333.
4. Zilberstein, S. (1996). Using Anytime Algorithms in Intelligent Systems. AI Magazine, 17(3), 73.
5. Официальный сайт RoboCup [Электронный ресурс]: режим доступа- http://www.robocup.org.

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕКУРРЕНТНОЙ НЕЙРОННОЙ СЕТИ LSTM ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ ЭМБЕДДИНГОВ НУКЛЕОТИДНЫХ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЕЙ

Д.О. Комаровских[1], А.М. Панюков[2], Н.И. Трофимов[3]

[1]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина),*

[2]*EPAM Systems,*

[3]*Санкт-Петербургский государственный экономический университет*

Аннотация. В данной работе исследуются возможности рекуррентной нейронной сети LSTM для построения эмбеддингов нуклеотидных последовательностей. Для этого построена и обучена модель на датасете из 1 690 410 пар последовательностей, принадлежащих к виду Escherichia coli с посчитанными для них расстояниями в филогенетическом дереве.

Ключевые слова: LSTM рекуррентная нейронная сеть, множественное выравнивание последовательностей, филогенетическое дерево

Введение

Множественное выравнивание последовательностей является одним из инструментов, который используют ученые биологи для проведения филогенетического анализа. Из-за высокой вычислительной сложности (поиск глобального оптимума относят к *NP*-полным задачам [1]) выравнивание большого числа последовательностей может занимать большое время. Существуют эвристические алгоритмы, у которых вычислительная сложность не такая большая, но они не гарантируют получение глобального оптимального выравнивания. Встает вопрос о том, как можно работать с последовательностями по-другому.

В данной работе рассматривается возможность использования такого подхода как эмбеддинги слов, который широко применяется в естественной обработке языка. Его суть состоит в том, чтобы создать сопоставление слов из некоторого словаря векторам из векторного пространства. Можно применить этот подход к нуклеотидным последовательностям и обучить рекуррентную нейронную сеть LSTM [2] строить эмбеддинги так, чтобы схожие последовательности располагались близко друг к другу в векторном пространстве.

Построение модели

Модель, которая будет располагать вектора одних последовательностей близко друг к другу, а других далеко друг от друга, по сути, будет решать задачу классификации, т. е. определять являются ли две последовательности схожими или нет.

LSTM рекуррентная нейронная сеть способна решать большое количество разнообразных проблем и на сегодняшний день широко используется [3]. Она хорошо приспособлена к задачам классификации, и поэтому ее можно применить для решения нашей задачи.

Модель будет состоять из двух слоев, первый – векторное представление полученных на вход токенов последовательности размерности 300, второй – двухслойная LSTM-сеть с размерностью выходного вектора 300. Применив на выход модели функцию арифметического среднего, получим один общий вектор нуклеотидной последовательности.

Чтобы подобрать оптимальные параметры модели минимизируется следующая функция потерь [4]:

$$loss(x_1, x_2, y) = \begin{cases} 1 - \cos(x_1, x_2), & if\ y = 1 \\ \max(0, \cos(x_1, x_2)), & if\ y = -1 \end{cases},$$

где x_1, x_2 – два вектора одинаковой размерности, y – метка, которая показывает являются ли входные вектора схожими или нет, $cos(x_1, x_2)$ – косинусное сходство, которое вычисляется по следующей формуле:

$$\cos(x_1, x_2) = \frac{x_1 \cdot x_2}{\max(\|x_1\|_2 \cdot \|x_2\|_2, \varepsilon)},$$

где ε – малое положительное число, нужное для того, чтобы избежать деления на ноль.

Подготовка данных для обучения

Для создания датасета использовались гены, принадлежащие к виду Escherichia coli (кишечная палочка). Всего было подготовлено 116 580 уникальных последовательностей. Гены были сгруппированы по их именам и разбиты на батчи размера 30.

В каждом батче последовательности были выровнены при помощи прогрессивного метода множественного выравнивания MAFFT [5]. Затем по выравниваниям было построено 3886 филогенетических деревьев при помощи программы FastTree [6].

Филогенетическое дерево – это граф, который отражает эволюционные взаимосвязи между различными организмами. На рис. 1. показан пример такого дерева. Листьями графа являются организмы, а внутренними узлами – эволюционные события, которые как-то повлияли на разделение организма.

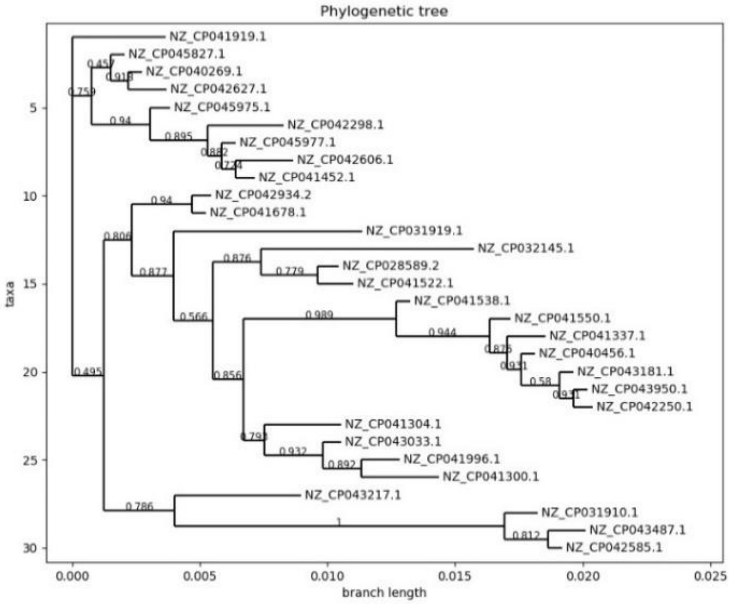


Рис. 1. Пример филогенетического дерева

Для того, чтобы определить, являются ли два организма похожими, были рассчитаны расстояния между всеми листьями в графе. Так как в одном дереве 30 организмов, то все-

го получается $3886 * C_{30}^{2} = 1690410$ пар нуклеотидных последовательностей с посчитанными для них расстояниями. На рис. 2. изображен график распределения расстояний по всем графам.

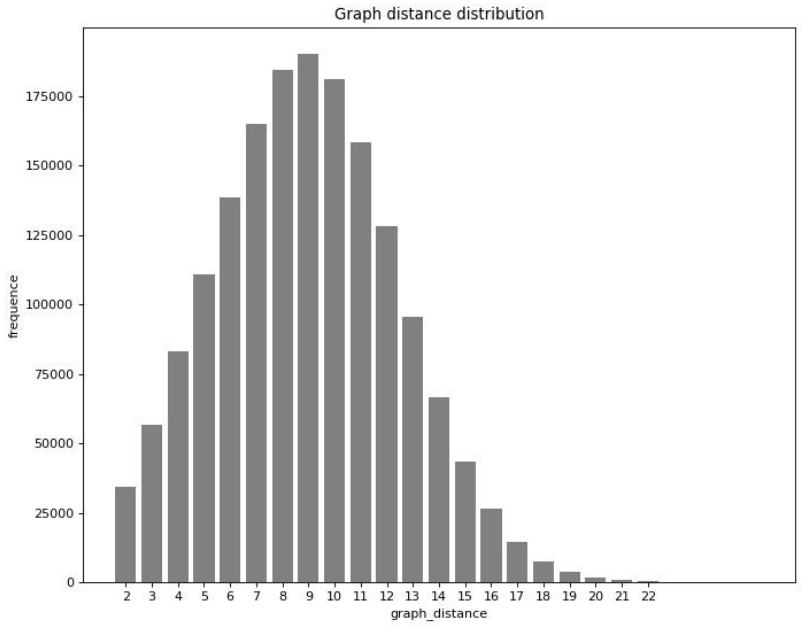


Рис. 2. График распределения расстояний в графе между организмами

Подготовим данные для двух экспериментов. В первом эксперименте две последовательности будут являться похожими, если расстояние в графе между ними меньше 4, а во втором если расстояние меньше 9.

Также нуклеотидную последовательность нужно разбить на токены, чтобы их можно было подать на вход модели. Для этого будем использовать адаптированный для сегментации слов алгоритм *byte pair encoding* [7].

Проведение экспериментов

Обучение модели проводилось на обучающей выборке (70% от общего числа пар последовательностей), а тестирование на тестовой выборке (30% от общего числа пар последовательностей). Для того, чтобы можно было понять на сколько хорошо обучилась модель, использовались следующие метрики [8]:

- Accuracy – доля пар последовательностей, для которых было верно предсказано, являются ли они схожими или нет.
- Precision (точность) – доля пар последовательностей, определенных моделью схожими (не схожими) и при этом действительно являющимися схожими (не схожими).
- Recall (полнота) – доля пар схожих (не схожих) последовательностей, определенных моделью верно.
- F_1-мера – среднее гармоническое precision и recall.

В таблице 1 представлены результаты обучения модели. В первом эксперименте, где две последовательности считались схожими, если расстояние в графе между ними меньше 4, мы получили плохую точность для класса схожих последовательностей, но хорошую

полноту. Низкая точность связана с тем, что схожих пар последовательностей было гораздо меньше, чем несхожих, и датасет получился несбалансированным, рис. 2. Для класса несхожих последовательностей модель показала хорошие результаты. Во втором эксперименте датасет получился более сбалансированным и результаты обучения модели для обоих классов получились хорошими.

Таблица 1

Результаты обучения модели

Первый эксперимент			
	Precision	Recall	F_1-мера
Схожая пара	0.36	0.78	0.45
Несхожая пара	0.99	0.9	0.94
Accuracy	0.9		
Второй эксперимент			
	Precision	Recall	F_1-мера
Схожая пара	0.75	0.74	0.74
Несхожая пара	0.78	0.79	0.78
Accuracy	0.77		

Заключение

Таким образом, была исследована LSTM рекуррентная нейронная сеть для решения задачи построения эмбеддингов нуклеотидных последовательностей. Обученная модель показала хорошие результаты в расположении векторов генов в векторном пространстве относительно их схожести.

Список литературы

1. Jurate Daugelaite, Aisling O' Driscoll, Roy D. Sleator. An Overview of Multiple Sequence Alignments and Cloud Computing in Bioinformatics // ISRN Biomathematics, 2013. P. 14.
2. Sepp Hochreiter, Jurgen Schmidhuber. Long short-term memory // Neural Computation, Vol. 9, No. 8, 1997. pp. 1735-1780.
3. Christopher Olah. Understanding LSTM Networks [Электронный ресурс] // colah's blog: [сайт]. [2015]. URL: http://colah.github.io/posts/2015-08-Understanding-LSTMs/ (дата обращения: 5.3.2020).

4. TORCH.NN [Электронный ресурс] // PyTorch: [сайт]. [2019]. URL: https://pytorch.org/docs/stable/nn.html (дата обращения: 2.2.2020).
5. Kazutaka Katoh, Daron M. Standley. MAFFT Multiple Sequence Alignment Software Version 7: Improvements in Performance and Usability // Molecular Biology and Evolution, Vol. 30, No. 4, 2013. pp. 772-780.
6. Morgan N. Price, Paramvir S. Dehal, Adam P. Arkin. FastTree: Computing Large Minimum Evolution Trees with Profiles instead of a Distance Matrix // Molecular Biology and Evolution, Vol. 26, No. 7, 2009. pp. 1641-1650.
7. Rico Sennrich, Barry Haddow, Alexandra Birch. Neural Machine Translation of Rare Words with Subword Units // Proceedings of the 54th Annual Meeting of the Association for Computational Linguistics, Vol. 1, 2016. pp. 1715-1725.
8. Метрики в задачах машинного обучения [Электронный ресурс] // Habr: [сайт]. [2017]. URL: https://habr.com/en/company/ods/blog/328372/ (дата обращения: 15.2.2020).

АРХИТЕКТУРА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДЛЯ ПРОСМОТРА И АНАЛИЗА АКУСТИЧЕСКИХ ДАННЫХ

Р.Л. Крючков

[1]*АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор»,*

[2]*Санкт-Петербургский Государственный Электротехнический Университет «ЛЭТИ» им. В.И.Ульянова, Санкт-Петербург*

Аннотация. В докладе приводится результаты построения архитектуры программного обеспечения для просмотра и анализа акустических данных с использованием готовых технических решений на базе технологии обмена аудио данными. Выбранные решения были апробированы при разработке имитатора первичного и вторичного акустического поля.

Ключевые слова: открытая архитектура, анализ звуковых данных.

Введение

При разработке ПО для обработки акустической информации традиционно решаются следующие задачи:

– графическое представление данных с возможностью просмотра и оценки параметров входных аудиоданных во временной, частотной и частотно-временной области;

– воспроизведение заранее созданных аудиоданных;

– возможность подключение и конфигурирование различных источников аудиоданных, включая оборудования входящее в государственный реестр средств измерений;

– архивации информации в заданном формате.

В результате проведенных исследований были выбраны и разработаны программные решения, которые позволили сформироваться открытую архитектуру для решения перечисленных выше задач с возможностью наращивания функциональности без необходимости изменений ранее реализованных в системе элементов.

В настоящем докладе представлены выбранные технические решения по созданию открытой архитектуры при разработке имитатора первичного и вторичного акустического поля.

Выбор ПО для вывода и воспроизведения аудиоданных

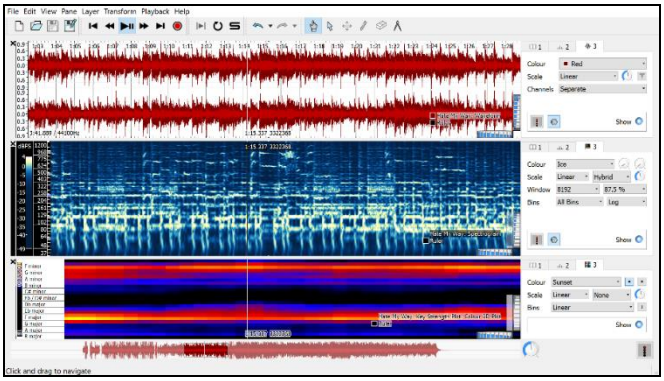


Рис.1. Пример графического вывода аудиоданных в окне SV

Одним из критериев выбора программных средств по воспроизведению и просмотра аудиоданных, было задано требование по кроссплатформенности и наличию открытого

исходного кода с возможностью его дальнейшей модернизации. По результату поиска, была выбрана программа Sonic Visualiser (SV).

SV – это программа с открытым исходным кодом для ОС Windows, Linux и Mac, предназначенное для просмотра и анализа аудиоданных [1]. SV позволяет оператору просматривать входной поток аудиоданных в реальном масштабе времени. Благодаря поддержке в SV механизма плагинов, можно реализовать дополнительные функции по обработке и генерации сигналов. Дополнительно, SV поддерживает технологии по обмену аудиоданных, что позволило определить SV одним из ключевых звеньев разрабатываемой открытой архитектуры. Пример экрана SV приведено на рисунке 1.

Технологии информационного обмена аудиоданными

На этапе выбора технологии обмена были заданы следующие критерии:

1. Кроссплатформенность: возможность использовать ПО на разных ОС;
2. Возможность одновременной коммутации нескольких источников аудиоданных без перезапуска программного продукта и использования средств разработки;
3. Низкая задержка при трансляции данных;
4. Открытый исходный код;
5. Простота использования при разработке ПО.

По результату проведенных поисков были выделены следующие технологии обмена аудиоданными: PortAudio, PulseAudio и JACK.

PortAudio – является бесплатной кроссплатформенной библиотекой с открытым исходным кодом реализованным на языке C. Программы, использующие ее, могут работать на многих ОС, включая Windows, Mac OS X и Linux. PortAudio поддерживает Core Audio, ALSA и MME, DirectSound, ASIO и WASAPI в Windows [2]. PortAudio основан на парадигме обратного вызова, аналогичной JACK и ASIO. К сожалению, разработка кода была прекращена в 2016 году.

PulseAudio – это кроссплатформенный сервер, созданный в качестве замены ESD (Enlightened Sound Daemon), распространяемый через проект freedesktop.org. Сервер разработан под ОС Linux, и был переведён под ОС Solaris, FreeBSD, NetBSD, Mac OS X и Windows без последующей поддержки и обновления. PulseAudio является свободным программным обеспечением и распространяется под лицензией GNU GPL [3].

PulseAudio работает в качестве прослойки между приложениями и аудио устройствами, он принимает данные от одного или нескольких источников и транслирует их одному или нескольким приемникам (аппаратными устройствами, ALSA или OSS).

К плюсам PulseAudio можно отнести:

– Поддержка более одного источника
– Смешивание потоков с разными частотными характеристиками от разных источников.
– Низкая задержка
– Точное измерение задержки
– Возможность синхронизации нескольких поток воспроизведения.
– Возможность объединить несколько звуковых карт в одну.

JACK (JACK audio connection kit) – это кроссплатформенный сервер с низкой задержкой при передачи аудиоданных, который работает под ОС Linux, Mac OS X, Solaris, FreeBSD и Windows и позволяет работать с ALSA, PortAudio, CoreAudio, FFADO и OSS [4].

JACK позволяет подключить несколько клиентских приложений к аудио устройству и обмениваться аудио и MIDI данными друг с другом. Клиенты, могут быть построены как отдельные процессы, так и работать в составе JACK-сервера в качестве плагина.

JACK предоставляет API, который обеспечивает высокий уровень абстракции для разработчиков и позволяет им сосредоточится на основной функциональности разрабатываемого ПО. JACK API основан на парадигме обратного вызова: клиент JACK предоставляет функцию, которую JACK вызывает в нужное время. Аудио данные в JACK представлены в виде 32-битных значений с плавающей запятой.

– К плюсам JACK можно отнести:
– Поддержка более одного источника
– Кроссплатформенность
– Смешивание потоков от разных источников
– Низкая задержка
– API с высоким уровнем абстракции

Сравнение технологий обмена представлены в следующей таблице:

Таблица 1

Сравнение технологий обмена

Заданные критерии	Технологии		
	PortAudio	PulseAudio	JACK
Кроссплатформенность	+	-	+
Возможность одновременной коммутации нескольких устройств	-	+	+
Наличие открытого исходного кода	+	+	+
Простота использования.	+	-	+

Заключение

Наличие необходимого функционала и простота по использованию JACK в качестве средств обмена аудиоданными позволило за короткие сроки разработать открытую архитектуру программного обеспечения для работы как с бытовыми, профессиональными аудиоустройствами, так и с анализатором спектра Zet 017-U2 (зарегистрированным в государственном реестре средств измерений) в интересах создания имитатора первичного и вторичного поля с выводом и воспроизведением данных под управлением Sonic Visualiser.

Список литературы

1. Официальный сайт Sonic Visualiser: сайт. -URL: https://www.sonicvisualiser.org (дата обращения: 28.01.2020). – Текст: электронный.
2. Официальный сайт PortAudio: сайт. -URL: http://portaudio.com (дата обращения: 28.01.2020). – Текст: электронный.
3. Свободная энциклопедия Википедия, статья "PulseAudio": сайт. -URL: https://en.wikipedia.org/wiki/PulseAudio (дата обращения: 28.01.2020). – Текст: электронный.
4. Официальный сайт JACK: сайт. -URL: https://jackaudio.org (дата обращения: 28.01.2020). – Текст: электронный.

ОБЗОР КОМПОНЕНТОВ SPRING FRAMEWORK ДЛЯ РАЗРАБОТКИ МИКРОСЕРВИСНЫХ ПРИЛОЖЕНИЙ

О.В. Макарова, А.С. Машанин, А.С. Ястребков

Санкт-петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В статье рассматривается набор инструментов для создания микросервисных приложений для платформы Java с использованием свободного фреймворка Spring Framework. Даётся краткий обзор библиотек и подходов, используемых при создании и работе микросервисных приложений.

Ключевые слова: микросервисы, Java, Spring.

Традиционным подходом к проектированию информационных систем является монолитная архитектура — вся система разрабатывается в виде одного приложения, отвечающего за выполнение всех функций, возложенных на систему [1]. Такой подход имеет проблемы с масштабированием: в случае увеличения нагрузки требуется или наращивать вычислительные мощности серверного оборудования, или разворачивать новые экземпляры приложения и решать задачу синхронизации данных. Его эволюцией можно считать сервис-ориентированную архитектуру — подход, предполагающий разработку модульных систем, состоящих из слабо связанных компонентов, взаимодействующих через заранее определённые протоколы [2].

Развитием идеи сервис-ориентированной архитектуры в проектировании отказоустойчивых распределённых систем является микросервисный подход [3]. В основе его лежит тот же принцип разбиения системы на независимые компоненты, причём во главу угла ставится облегчение этих компонентов и их взаимодействие через «лёгкие» каналы, как правило, в стиле REST (representational state transfer — репрезентативная передача состояния). Каждый компонент микросервисного приложения выполняет как можно более простую и независимую функцию, его развёртывание не зависит от состояния остальных компонентов, возможна реализация компонентов с использованием разных языков, фреймворков, средств виртуализации и т. д. Компоненты могут быть легко развёрнуты в нескольких инстансах (экземплярах), поскольку каждый компонент достаточно легковесный; поведение системы не меняется от конфигурации отдельных инстансов, возможно гибкое масштабирование тех компонентов, на которые ложится большая нагрузка.

Язык Java за счёт своего чистого синтаксиса и высокой скорости разработки нашёл широкое распространение при разработке высоконагруженных отказоустойчивых монолитных систем; с ростом же популярности микросервсиного подхода был разработан ряд инструментов для разработки микросервисных систем. Фреймворк Spring, разработанный компанией Pivotal Software и распространяемый под открытой лицензией Apache License 2.0, является одним из самых мощных и популярных средств разработки веб-приложений, при этом он обладает богатым набором средств для реализации микросервисного подхода при проектировании и реализации сложных программных систем. Изначально Spring Framework — контейнер внедрения зависимостей (dependency injection) для Java-платформы [4]. Сегодня фреймворк предлагает ряд средств, серьёзно упрощающих разработку микросервисных приложений.

Spring Boot — библиотека для быстрого развёртывания и конфигурации веб-приложений. Автоматизирует менеджмент зависимостей для остальных компонентов

Spring, создаёт и автоматически настраивает сетевое окружение, разворачивает встроенный веб-сервер (Embedded Tomcat, Jetty и др.), что облегчает развёртывание приложений в контейнерах (например, в Docker) [5].

Spring Boot предлагает подключение дополнительных компонентов через Starter-паки — наборы библиотек, объединённых общей задачей. Например: Spring Boot Starter Security — подключение библиотек, связанных с безопасностью, Spring Boot Starter Data JPA — подключение ORM-системы и слоя работы с базами данных в терминах Java Persistence API, и т. п.

Spring Cloud — пакет библиотек для работы с микросервисными проектами. Включает набор следующих инструментов [6]:

- Cloud Bootstrap — ряд служебных компонентов, не входящих в основные библиотеки.
- Cloud Security — пакет декларативных средств разработки системы безопасности, позволяющий сконфигурировать систему для централизованной или внешней аутентификации пользователей. Отдельно включается зависимость Cloud OAuth2 для поддержки протокола авторизации OAuth 2.0.
- Cloud Connectors — библиотека, позволяющая легко подключаться и вручную управлять состоянием сервиса, развёрнутого на облачной платформе. Позволяет использовать как ряд встроенных коннекторов для распространённых облачных сред, так и написать свой, под уникальное облачное окружение. Включает компоненты для связи с нереляционными (NoSQL) базами данных и брокерами сообщений.
- Config Client и Config Server — клиент и сервер для централизованного обмена конфигурацией сервисов. Микросервисная архитектура допускает горячую подмену конфигурации отдельных компонентов приложения. Данные компоненты позволяют централизованно хранить и распространять файлы конфигурации через защищённые хранилища (HashiCorp Vault) или системы контроля версий (Git, SVN). Кроме базовых пакетов, имеются более специализированные: Vault Configuration (для работы только с защищёнными хранилищами), Apache Zookeeper Configuration (конфигурация парка микросервисов, запускаемого под управлением Apache Zookeeper), Consul Configuration (аналогично для HashiCorp’s Consul).
- Дискавери-сервисы (discovery service) — компоненты для управления и взаимодействия микросервисов между собой. В микросервисном приложении отдельные компоненты могут динамически менять свою конфигурацию, может быть развёрнуто несколько инстансов (экземпляров) одного сервиса, они могут быть развёрнуты на разных физических и виртуальных машинах. При этом возникает необходимость динамически доставлять сервисам информацию о текущем состоянии тех компонентов, от которых зависит работа сервиса, вплоть до адресов и портов, к которым необходимо посылать запрос. Централизованное хранение информации и управление парком сервисов выполняет дискавери-сервис. Spring поддерживает интеграцию с несколькими популярными сервисами: Netflix Eureka (в виде отдельных библиотек Eureka Discovery Server и Eureka Client для дискавери-сервиса и клиентов соответственно), Apache Zookeeper, Cloud Foundry Discovery, Consul Discovery. При этом, благодаря слабой связности компонентов в контексте Spring возможна быстрая замена дискавери-сервисов.
- Роутинг запросов. Внутри микросервисного приложения может потребоваться определение получателя запроса. Ещё чаще у микросервисного приложения есть единая внешняя точка входа, которая предоставляет внешний API всей системы и перенаправляет

входящие запросы их обработчикам. Поддерживается несколько библиотек: ZUUL (компонент от Netflix, работающий в паре с Eureka, переведён в режим поддержки, считается устаревшим; дополняется библиотекой Ribbon — балансировщиком нагрузки), Spring Gateway (с балансировщиком нагрузки Cloud LoadBalancer).

- Spring Cloud OpenFeign — декларативный REST-клиент для формирования запросов к другим сервисам. Придерживается спецификации OpenFeign.
- Реализация шаблона «circuit breaker» («разрыв контура») — алгоритм, позволяющий отслеживать исправность работы сети и отдельных компонентов, к которым обращается конкретный сервис. В случае, если запрос к какому-то компоненту не может быть выполнен, алгоритм позволяет освободить системные ресурсы и дождаться момента, когда неисправность будет устранена. Поддерживаются несколько реализаций: Hystrix (библиотека из стека Netflix, считается устаревшей), Tubine (считается устаревшей), Resilience4J.
- Spring Sleuth и Zipkin — библиотеки для трассировки запросов в приложении и ведения логов. Интегрируются с библиотеками для логгирования (например, Slf4J), присваивают запросам уникальные идентификаторы, по которым можно отследить путь обработки запроса, места возникновения ошибок, места просадки производительности и т. п.
- Интеграция с крупными облачными провайдерами. Spring из коробки предоставляет набор средств для работы с инфраструктурой многих крупных облачных провайдеров: Amazon Web Services, Microsoft Azure, Google Cloud Platform, Alibaba. Имеется ряд свободных внешних библиотек для других провайдеров.

Поддержка брокеров сообщений. В более сложных системах с высокой нагрузкой и сложным взаимодействием между компоненты используются брокеры сообщений. Они представляют собой компоненты, которые добавляют определённую логику в обмен сообщениями между сервисами. Spring поддерживает интеграцию со следующими брокерами [7]:

- ActiveMQ (Classic и Artemis);
- RabbitMQ;
- Apache Kafka (включая Kafka Streams);
- Solace PubSub+

Имеются дополнительные библиотеки (Cloud Bus, Cloud Stream) для построения сервисов вокруг высоконагруженных очередей сообщений.

Таким образом, Spring Framework даёт достаточно богатый набор средств для разработки микросервисных решений, которые удобно интегрировать с облачной инфраструктурой, разворачивать в контейнерах, применять горизонтальное и вертикальное масштабирование, мониторить состояние и управлять компонентами микросервисного приложения.

Список литературы

1. Фаулер М. Архитектура корпоративных программных приложений. М.: Вильямс, 2007. 544 с.
2. Laskey K., под ред. Brown P., Estefan J. A., McCabe F. G., Thornton D. Reference Architecture Foundation for Service Oriented Architecture Version 1.0 [Электронный ресурс] // Oasis-open.org: Open Standard Open Source. 04.12.2012. URL: http://docs.oasis-open.org/soa-rm/soa-ra/v1.0/cs01/soa-ra-v1.0-cs01.pdf (дата обращения: 30.04.2020).
3.FowlerM.,LewisJ.Microservices//MartinFowler.com. 25.03.2014.URL:https://martinfowler.com/articles/microservices.html (дата обращения: 26.04.2020).
4. Козмина Ю., Харроп Р., Шефер К., Хо К. Spring 5 для профессионалов. М.: Диалектика-Вильямс, 2019 г. 1120 с.

5. Spring Framework Documentation // Docs.spring.io. URL: https://docs.spring.io/spring/docs/current/spring-framework-reference/index.html (дата обращения: 30.04.2020).
6. Spring Cloud // Spring.io. URL: https://spring.io/projects/spring-cloud (дата обращения: 30.04.2020).
7. Messaging with JMS // Spring.io. URL: https://spring.io/guides/gs/messaging-jms/ (дата обращения: 30.04.2020).

РАЗРАБОТКА АРХИТЕКТУРЫ СИСТЕМЫ АВТОМАТИЧЕСКОГО ФОРМИРОВАНИЯ ТРЕБОВАНИЙ НА РАЗРАБОТКУ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Т.С. Карпова, С.Ю. Малышева

ФГБОУ ВО «Петербургский государственный университет путей сообщения Императора Александра I»

Аннотация. В статье рассматривается структура и механизм работы разрабатываемой системы, способствующей принятию решения аналитиком или техническим писателем на основе накопленного опыта (выполненных проектов), с применением методов аффинитивного анализа для формирования базы знаний на основе написанных ранее технических заданий и данных, полученных при реализации предыдущих проектов по расширению функционала системы или устранению ошибок при её функционировании, и исходных пожеланий заказчика.

Ключевые слова: база знаний, аффинитивный анализ, требования, программное обеспечение, проектирование, разработка.

В сфере проектов с постоянным совершенствованием и расширением функционала системы целесообразно разработать базу знаний (БЗ) [1, 2] для накопления опыта и знаний по разработке программного обеспечения (ПО) или по причинам устранения ошибок ПО.

Такой подход будет способствовать уменьшению времени для решения задачи за счёт сокращения времени проведения анализа «с нуля» по каждому заказу и, как следствие, уменьшению временного ресурса, затрачиваемого при реализации новой функциональности или выявлению причины ошибки. На этапе анализа выясняется потребность заказчика, исследуется суть задачи, рассматриваются готовые при наличии или аналогичные решения, способы реализации, а также уточняются потребности заказчика. Данная стадия занимает значительную часть времени работы над заявкой.

Целью работы является разработка системы, способствующей принятию решения аналитиком или техническим писателем о включении перечня действий в техническое задание (ТЗ) [3]. Предложенный системой выбор будет основан на ТЗ, написанных при реализации предыдущих проектов по расширению функционала системы или устранению ошибок при её функционировании, с применением методов аффинитивного анализа для формирования БЗ.

Аффинитивный анализ позволяет исследовать взаимосвязи между событиями, происходящими совместно, в рамках одной транзакции. Разновидностью данного анализа является анализ рыночной корзины, цель которого — нахождение ассоциативных правил – правил для количественного описания взаимной связи между двум или более событиями [4]. Ассоциативное правило имеет вид: "Из события A следует событие B".

В рамках выполняемой работы рассматривается применение аффинитивного анализа к разработке базы знаний путём анализа и выделения ключевых фраз в заявке с

последующим формированием правил, из которых в дальнейшем будет происходить формирование технического задания по новому проекту.

Для поддержки БЗ и её расширения нужно преобразование текста заявки, написанной заказчиком в виде бизнес-требований, т.е. на естественном языке и без применения технических терминов, в функциональные требования (ФТ) [5] для разработчика путём формирования документа – технического задания на разработку из правил, хранимых в БЗ. Процесс работы с заявкой в разрабатываемой системе представлен на рисунке 1.

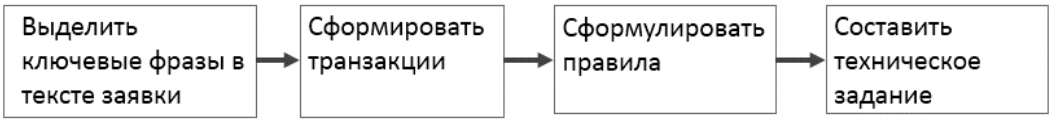


Рис. 1. Алгоритм работы с заявкой для формирования и расширения БЗ

Ниже приведён упрощённый пример работы с поступившей заявкой для формирования технического задания.

Существуют уже выделенные ранее ключевые фразы в рамках выполнения предыдущих заявок. При поступлении нового заказа на доработку имеющегося в информационной системе (ИС) заказчика отчёта по клиентам компании, в электронной заявке с помощью алгоритма выделяются ключевые фразы, отмеченные ниже (рисунок 2).

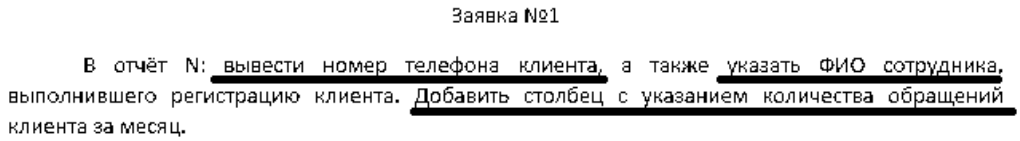


Рис. 2. Ключевые фразы в бизнес-требованиях заказчика

Из выделенных ключевых фраз, представленных на рисунке 2, можно сформировать запись с указанием номера заявки – уникального идентификатора, определяющего каждую транзакцию (заявку) и перечня выполняемых задач в рамках её реализации, представленную в таблице 1.

Таблица 1

Предметный набор

№ заявки	Действия
1	вывести номер телефона клиента, указать ФИО сотрудника, добавить столбец с указанием количества обращений

Далее происходит преобразование выделенных действий в транзакцию, путём добавления строк в хранимую таблицу, содержащую номер заявки и ключевые выражения, выделенные в данной заявке, как показано в таблице 2.

Таблица 2

Сформированная транзакция

№ транзакции	Действия
1	Вывести номер телефона клиента
1	Указать ФИО сотрудника
1	Добавить столбец с указанием количества обращений

Для каждого действия отдельная запись в таблице. Существуют различные алгоритмы поиска ассоциативных правил, каждый из которых имеет свои особенности. В общем

смысле для поиска ассоциативных правил нужно определить поддержку предметного набора – количество или процент транзакций, содержащих определенный набор данных, в рассматриваемом примере – частоту встречи определённых фраз в написанных ранее технических заданиях. В результате такого анализа формулируются закономерности вида «Если в заявке встретилась фраза, назовём её А, …, то можно сделать вывод, что в этой же заявке встретиться фраза, назовём её В», называемые ассоциативными правилами.

Таким образом, на основе имеющихся записей, как в таблице 2, только по большему количеству реализованных ранее проектов, с помощью алгоритмов, например, Apriori, аналитик сможет получить сформированные правила с уровнем поддержки и достоверности. На основании полученных правил автоматически составляется ТЗ, которое читается и корректируется экспертом перед передачей на реализацию программисту.

Работа алгоритма Apriori заключается в формировании на первом этапе одноэлементных кандидатов и определение частоты встречи наборов из этих элементов, затем формирование двухэлементных кандидатов и определение частоты двухэлементных наборов, аналогичные действия повторяются до нахождения набора с заданным минимальным уровнем поддержки, при котором данных набор можно считать часто встречающимся.

При выборе средства реализации описанного выше механизма были рассмотрены программные решения и написание функционала авторами. Предлагаемое решение о формировании БЗ может быть реализовано на платформе 1С, включающего:

интерфейс и интерфейсные механизмы, например, работа с формами;

необходимые объекты для хранения данных;

процедуры их обработки.

При использовании данного программного продукта не требуется разрабатывать интерфейс и типовые кнопки. Также достоинством платформы 1С являются:

- адаптируемость к различных задачам;
- масштабируемость;
- интегрируемость;
- аналитическая отчётность;
- отнесение к среде быстрой разработки.

Важным элементом при выборе платформы 1С в качестве средства реализации БЗ является возможность работы с кодом в конфигураторе для внесения изменений и быстрая проверка написанного кода с помощью синтакс-помощника и переключения в режим пользователя, не закрывая режим конфигуратора. Такой подход позволяет оперативно вносить изменения в код и отслеживать работоспособность написанного функционала.

Встроенные в платформу объекты позволяют хранить необходимые данные. Например, список транзакций может быть представлен в виде прикладного объекта конфигурации «Справочники» или «Регистры сведений», позволяющего хранить произвольные данные (ресурсы) в разрезе нескольких измерений, в качестве которых будут выступать номер транзакции – номер заявки и ключевые выражения, выделенные из неё. Формируемое ТЗ можно хранить в виде объекта «Документы» с созданием печатной формы и макета для удобного выведения на печать.

Описанное решение будет способствовать:

- снижению нагрузки на эксперта или аналитика;
- сокращению времени на изучение заявок на исправление ошибок или доработку программного обеспечения (ПО);

- частичной автоматизации работы сотрудника, разрабатывающего техническое задание;
- передаче накопленного опыта.

Список литературы

1. Бураков Д. П. Логические основы интеллектуальных систем: учеб. пособие. СПб.: ФГБОУ ВО ПГУПС, 2017. Ч. 1. 45 с.
2. Бураков Д. П. Логические основы интеллектуальных систем: учеб. пособие. СПб.: ФГБОУ ВО ПГУПС, 2019. Ч. 2. 72 с.
3. Карпова Т.С., Малышева С.Ю. Перспектива применения методов аффинитивного анализа для разработки базы знаний // Актуальные проблемы современной науки: состояние, тенденции развития: сборник материалов III Всероссийской научно-практической конференции. / СевКавГГТА. – Черкесск: БИЦ СевКавГГТА, 2019. – Ч. 1. С. 124-127.
4. Аффинитиавный анализ (ассоциативные правила) // KBI Group Consult. 2020. URL: https://kbi.ucoz.ru/index/0-41 (дата обращения: 01.05.2020).
5. Вигерс К. Разработка требований к программному обеспечению. 3-е изд, дополненное / Пер. с англ. / К. Вигерс, Д. Битти. М.: Издательство «Русская редакция»; СПб. : БХВ-Петербург, 2014. 736 с.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИСКУССТВЕННЫХ НЕЙРОННЫХ СЕТЕЙ ДЛЯ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ ИЗМЕНЕНИЙ В СИСТЕМАХ ПЕРЕКАЧКИ ТЕМНЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ

А.С. Машанин, А.О. Староказников, И.И. Шпаковская

Санкт-петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В статье описана проблема износа винтовых насосов в процессе перекачки нефтепродуктов. Авторами статьи предложено использование искусственной нейронной сети для прогнозирования параметров работы винтовых насосов.

Ключевые слова: кавитация, винтовые насосы, нефтепродукты, искусственная нейронная сеть, память.

Основу технологического процесса перевалки тёмных нефтепродуктов (мазутов) составляют операции по разогреву нефтепродуктов и перекачки их в резервуарные парки. Нефтепродукт проходит фильтры очистки и буферную ёмкость, затем поступает на один из насосов, и далее в теплообменник. Прошедший процедуру нагрева мазут вводится внутрь цистерны, где перемешивается с холодным.

Циркуляционный процесс осуществляется с применением винтовых насосов (ВН), которые отлично подходят для перекачки высоковязких продуктов и смесей с твердыми включениями [1]. При перекачке вязких жидкостей с использованием ВН исключается пенообразование, так вещество движется в осевом направлении без турбулентности. Также при использовании ВН перекачка более вязких жидкостей может осуществляться без потери скорости потока.

Одна из ключевых проблем процесса перекачки нефтепродуктов — износ оборудования. Процесс разогрева и перекачки сопровождается образованием парогазовых пузырьков с последующим их схлопыванием в потоке жидкости. Так называемый процесс кавитации сопровождается гидравлическими микроударами высокой частоты и

характеризуется большими значениями давления и температуры в центрах схлопывания пузырьков. Возникают шум (треск, удары) и вибрация, происходит интенсивная эрозия поверхностей рабочих органов. Кавитация изменяет технические характеристики насоса, а недопустимые вибрации ВН приводят к преждевременному выходу из строя дорогостоящего оборудования [1].

Характеристики процесса кавитации для насосных агрегатов зависят от большого числа условий. Режимы кавитации могут быть выявлены оператором дистанционно. Для такого выявления требуется анализ данных ряда датчиков: параметров вибрации, давления на входе и выходе насоса, частоты вращения и тока нагрузки двигателя, температуры перекачиваемого продукта и др. Опытный специалист спустя достаточное количество времени работы с оборудованием может отметить специфические закономерности в его поведении. Однако точная оценка режима работы оборудования, прогноз ошибки или сбоя в работе на основе большого числа значений различных датчиков является сложной задачей для человека. Человеческий фактор может оказаться причиной несвоевременного обнаружения и принятия мер по устранению неисправностей. Актуальна задача автоматизации учёта показаний датчиков и анализа тенденции изменения показаний для возможного предсказания возникновения ошибок и сбоев в работе оборудования. С задачей учёта большого числа значений и определения закономерностей хорошо справляются искусственные нейронные сети (ИНС), применение которых рассматривается в данной статье.

В настоящее время для решения большого ряда разнообразных задач широко применяются нейронные сети с кратковременной памятью (LSTM) [2]. LSTM были специально разработаны для изучения длинных последовательностей данных. Преимущество использования нейронных сетей этого типа заключается в их возможности обучения одношаговому многоэтапному прогнозированию. Полученный одношаговый прогноз может быть полезен для построения прогноза длинных временных рядов. При этом LSTM в сложны в использовании из-за трудности их настройки: для получения данных в подходящем для обучения формате может потребоваться большой объём подготовки.

В случае применения ИНС для работы с данными подготовка данных в принципе является ключевой задачей. При работе с данными, полученными с контрольно-измерительных устройств на производстве возникает проблема неполноты данных. Причина её возникновения в разной периодичности измерений технологических параметров датчиками. Запись значения величин может происходить не через равные промежутки времени, а, например, в момент их изменения. Для успешного обучения нейронной сети необходимо подавать на вход полный вектор величин без пропусков во временных в рядах.

Существуют несколько способов решения проблемы неполноты данных: удаление записей с пропущенными значениями, замена пропущенных значений фиктивными, замена средними значениями, замена медианными значениями, замена пропущенных значений регрессионными [1]. Для описанной выше причины возникновения неполноты подходящим методом восстановления недостающих значений является интерполяция: способ построения недостающих значений по набору известных. В случае, когда запись значения величины производится в момент её изменения, целесообразно использовать кусочно-постоянную интерполяцию: самый простой метод интерполяции, при котором недостающему значению данных присваивается ближайшее из известных. Поскольку

запись значений производилась в момент изменения величин, ближайшие их значения и будут верными.

Модель нейронной сети реализована на языке Python с применением открытой библиотеки машинного обучения Tensorflow. Модель основана на базовом классе для рекуррентных генеративных моделей SequentialTimeSeriesModel. Класс предоставляет готовые методы для обучения, тестирования и построения предсказаний [3]. Ключевую роль в модели играет LSTM слой сети. В этом слое хранятся изученные сетью закономерности, за счёт данных о которых в последствии предсказывается поведение системы. Визуальное представление этого слоя сети представлено на рисунке 1.

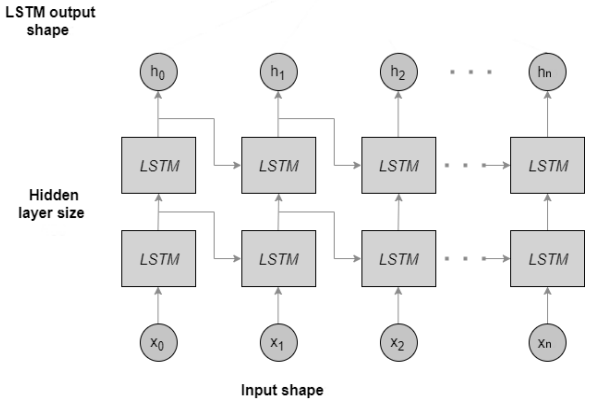


Рис. 1. Визуальное представление скрытого слоя сети

После описания модели требуется провести её обучение, что позволит сети запомнить поведение параметров системы. Для обучения модели на подготовленных данных эти данные разбиваются на три набора. Первый предназначен для обучения нейронной сети. Набор данных для обучения должен превышать набор, используемый для тестирования. Поэтому в набор для обучения выбрано 70% всех имеющихся данных. После окончания обучения сеть должна научится прогнозировать поведение системы на основе текущих значений. Второй набор данных необходим для проверки эффективности прогнозирования, в этот набор выбраны следующие 20% данных. Третий набор данных используется для следующего этапа прогнозирования, при котором следующий шаг прогнозирования основывается на результатах предыдущего, а не на реальных данных.

Эффективность нейронной сети оценивается с помощью созданной для этого функции, которая получает весь объем величин из объекта чтения данных для проверки. С помощью функции данные пропускаются через нейронную сеть и получаются выходные значения. Сразу после оценки было выполнено последовательное прогнозирование в течении некоторого промежутка времени. С помощью векторов полученных выходных значений построены графики для анализа данных. Наиболее интересен результат прогнозирования для величины вибрации, так как именно вибрация приводит к преждевременному выходу оборудования из строя. Графики, визуализирующие исходные данные и выходные данные вибрации построены на рисунках 2 и 3 соответственно.

Нейронная сеть верно определила тренд вибраций. После начала прогнозирования они усилились, что видно на обоих графиках. Также по почти совпадающим линиям наблюдений и оценки можно сказать, что нейронная сеть справляется с кратковременным прогнозированием.

ИНН может быть использована для создания алгоритма, выходом которого станет индикация текущего качества процессов в системе и характера их возможных изменений.

Режим текущей работы оборудования также может быть диагностирован с использованием обученной на верифицированных данных искусственной нейронной сети [1]. На основе индикации об изменениях в режиме работы оператор сможет принять решение о характере необходимых изменений в управлении, чтобы качественно изменить работу системы в требуемую сторону. Появляется возможность управления режимами перекачки нефтепродуктов с потенциальным сокращением ситуаций, приводящих к износу оборудования.

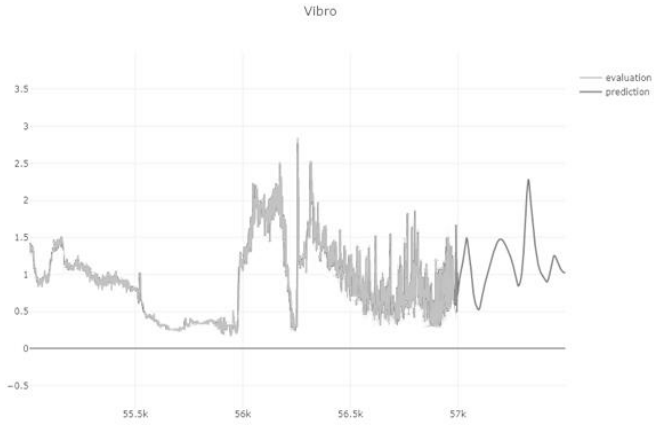


Рис. 2. Визуализация выходных данных вибрации

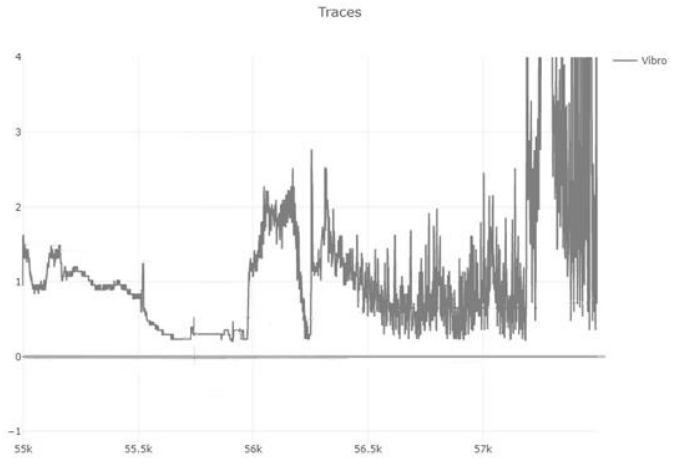


Рис. 3. Визуализация исходных данных в том же масштабе

Список литературы

1. Немудрук М.Л., Федоров М.С., Шпаковская И.И. Диагностирование кавитационных режимов в системах перекачки темных нефтепродуктов, IX Всероссийская научная конференция «Системный синтез и прикладная синергетика»: сборник научных трудов. Ростов-на-Дону; Таганрог: Издательство Южного федерального университета, 2019. с. 241-249

2. Christopher Olah, Understanding LSTM Networks – 2015 [Электронный ресурс]. URL: https://colah.github.io/posts/2015-08-Understanding-LSTMs/ (дата обращения: 25.04.2020)

3. Документация к библиотеке Tensorflow для языка программирования высокого уровня Python [Электронный ресурс]. URL: https://www.tensorflow.org/api_docs/python (дата обращения: 10.05.2019)

РАЗРАБОТКА КРОССПЛАТФОРМЕННЫХ МОБИЛЬНЫХ ПРИЛОЖЕНИЙ НА SDK FLUTTER. ОСНОВНЫЕ АРХИТЕКТУРНЫЕ ПОДХОДЫ

А.А. Мишанов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данном докладе приведен обзор SDK Flutter – современного фреймворка для разработки кроссплатформенных мобильных приложений. В статье описаны особенности и преимущества, которые выгодно отличают фреймворк от остальных кроссплатформенных и нативных решений. Кроме того, представлен процесс разработки приложения, учитывая особенности данного набора средств разработки, а также показаны основные архитектурные подходы управления состояниями (state management).

Ключевые слова: Flutter, кроссплатформенность, мобильное приложение.

Введение

Flutter – это фреймворк от компании Google, который позволяет создавать кроссплатформенные приложения. Спектр платформ широк - это веб-приложения, мобильные приложения под Android и iOS, графические приложения под настольные операционные системы Windows, MacOS, Linux, а также это пока единственный способ разработки приложений под Google Fuchsia.

Особенностью работы с Flutter является то, что приложения под разные платформы могут иметь один и тот же код. Поскольку используемые платформы не эквиваленты, то какие-то отдельные части кода необходимо настраивать под определенную ОС, например, под iOS, но тем не менее большая часть кода может совпадать. Это позволяет разработчикам существенно сэкономить время и ресурсы на создание приложений под обе платформы.

В качестве языка разработки используется язык программирования Dart.

При построении приложения Flutter транслирует код на Dart в нативный код приложения, которое можно запускать на Android или iOS или другой платформе.

На момент написания данной статьи последней стабильной версией является Flutter 1.12.

Основные особенности и преимущества

Рис. 1. Основные уровни Flutter

Flutter построен по-новому, по сравнению с другими платформами, работая больше как игровой движок, чем традиционный фреймворк приложений. В докладе рассмотрены

основные уровни устройства движка, того, что у него «под капотом», как работает Flutter, и как он обеспечивает простой, высокопроизводительный результат.

Platform channel

Flutter использует гибкую систему, которая позволяет вызывать методы конкретного API, специфичные для платформы, обращаясь к коду, написанному на Kotlin или Java на Android, Swift или Objective-C на iOS. Эта возможность реализована через механизм платформенных каналов (platform channel), и состоит в виде асинхронном передаче сообщений между нативной частью (хостом) и Flutter-приложением (клиентом).

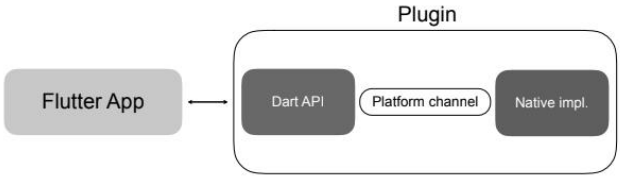


Рис. 2. Модель вызова нативных методов

В своем проекте мною был реализован данный механизм для вызова методов из фреймворка MLKit, так как данная библиотека, а именно распознавание образов-достопримечательностей, отсутствовала. Были написаны отдельные модули под Android, на языке Java, и iOS, на языке Swift. Данные модули были скомпонованы в плагин, который затем был включен в готовый проект.

Реализация приложения

Мною было реализовано приложение путеводитель по городам со следующим стеком технологий:

Cloud Firestor – бэкенд приложения

Firebase Authentication – аутентификация пользователя

MLKit – функции машинного обучения для мобильных приложений

Google Maps – API для отображения карт и навигации

Это приложение предоставляет всю необходимую информацию для туриста. Отличительной особенностью является использование технологий машинного обучения, а именно распознавание образов-достопримечательностей через камеру мобильного устройства.

Архитектурные подходы управления состояниями

Процесс создания насыщенного приложения скрупулёзен и непрост, поэтому существует несколько архитектурных паттернов, следуя которым процесс написания кода становится легче и понятнее. При разработке бизнес-логики приложения мною были выбраны следующие архитектурные принципы:

- Иметь возможность развития проекта
- Не зависеть от внешних фреймворков, библиотек и баз данных
- Не завить от логики отображения (presentation)
- Иметь модульный код, изменения частей которого не потревожат остальные
- Тестируемость
- Предсказуемость и понятность

Учитывая описанные выше принципы, в разработанном приложении используется архитектурный подход – clean architecture, предложенный Робертом Мартиным в 2012

году, также используемый повсеместно в нативной разработки мобильных приложений. Суть данного принципа построения архитектуры приложения ничем не отличается от «классической» разработки под ОС Android, за исключением слоя отображения. В виду специфических особенностей фреймворка Flutter, при построении слоя отображение на первое место выходят виджеты – их композиция, взаимодействие, управление состоянием. Учитывая данные особенности, в докладе представлены основные архитектурные подходы управления состояниями на Flutter.

Описанные архитектурные решения управления состоянием:

- Simple native management
- Provider & Scoped Model
- Redux
- BLoC – Business Logic Component

Список литературы

1. Flutter documentations // URL: https://flutter.dev/docs/
2. How Flutter Works // URL: https://buildflutter.com/how-flutter-works/
3. Flutter architecture samples // URL: https://fluttersamples.com/

ПРИМЕНЕНИЕ НЕЧЁТКИХ МЕТОДОВ В ПРОЕКТИРОВАНИИ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ПРОМЫШЛЕННЫМ МОБИЛЬНЫМ АГЕНТОМ ПРИ ДВИЖЕНИИ В НЕДЕТЕРМИНИРОВАННОЙ СРЕДЕ

К. Мукешимана

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. С развитием области индустриального интернета вещей применение мобильных агентов при решении большего количества задач стало в центре внимания многих исследователей. Применяемые агенты должны быть полностью автономными, управление оборудованием и приводами должно осуществляться бортовой системой, агент не должен представлять опасности для людей. Данная статья предлагает систему управления автономным движением агента, разработанного на базе платформы Arduino и оснащенного различными датчиками расстояния и препятствий. Для управления подобной системой предлагается применение аппарата нечеткого логического вывода.

Ключевые слова: мобильный агент, автономное движение, управление, датчики, нечёткая логика.

Введение

Под мобильным агентом понимается механизм, который способен совершить перемещение в пространстве с определённой степенью автономии, которая связана с внешними датчиками, предоставляющими информацию об окружающей среде.

Современные агенты могут автономно перемещаться в окружающем пространстве и выполнять необходимые действия. Они оснащены системами технического зрения и информационных датчиков, способных дать комплексное представление о текущей ситуации. База знаний агента позволяет ему самостоятельно ориентироваться в

окружающей среде и принимать решения о действиях, необходимых для выполнения поставленной задачи [1-2].

Цель исследования заключается в разработке структуры навигационной системы управления (НСУ) мобильным агентом, которая обеспечивает его движение к цели без столкновения с препятствиями, на основе принципов нечеткого управления.

Общая структура платформы

Управляемый мобильный агент построен на базе платформы структура, которой позволяет путем комбинации модулей добиться нужной функциональности для конкретного опыта, не переделывая платформу. Были выделены следующие группы модулей (рисунок 1) [1]:

1. Управляющий модуль
2. Коммуникационный модуль
3. Вычислительный модуль
4. Сенсорные модули.

Сенсорные системы мобильных агентов составляют основную часть их информационно-измерительных систем, назначение которых формировать и выдавать информацию о состоянии объектов и процессах в окружающей среде и о самом роботе, для функционирования которого эта информация требуется [2]. При проведении научных исследований был выбран следующий набор сенсоров:

- GPS Модуль
- Модуль дальномер
- Модуль определения препятствий
- Климатический модуль
- Модуль акселерометра и гироскопа

Рис. 1. Общая схема соединения модулей

В исследовании используются модули локального позиционирования [2]. К ним относятся:

- Ультразвуковой дальномер HC SR04 для определения расстояния до препятствия,
- ИК-датчики препятствий TCRT5000 для определения преград при движении в слепых зонах,
- Акселерометр MPU6050 для определения наклона поверхности.

Принцип работы ультразвуковых дальномеров

Ультразвуковой дальномер во время измерения формирует ультразвуковой импульс (обычно 40 кГц), звук отражается от препятствия на пути и принимается микрофоном (Рис.2).

Электронное устройство дальномера регистрирует время Δt между моментом формирования сигнала динамиком и его приема микрофоном (по некоторому пороговому уровню). Расстояние до препятствия определяется по формуле:

$\Delta t = (D1+D2)/c \approx 2D/c \approx 58$[мкс/с] .D[см]

$D=(\Delta t.c)/2$, где: c – скорость звука в воздухе (343 м/с).

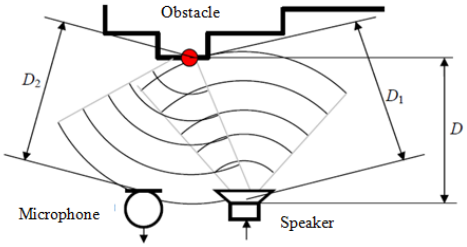


Рис. 2. Иллюстрация принципа работы ультразвукового дальномера

Для формирования ультразвукового сигнала обычно используется пьезоэлектрический микрофон и динамик, т.к. обычные электромагнитные микрофоны и динамики не предназначены для данного звукового диапазона. Также в ультразвуковом дальномере имеется полосовой фильтр на данную звуковую частоту, чтобы отфильтровать чужеродные звуки [6].

Важной особенностью ультразвуковых дальномеров является наличие относительно широкого угла сканирования, обычно от 20 до 60 градусов. Дальномер формирует отметку дальности, если в зоне сканирования оказывается любое, даже небольшое препятствие.

Другой особенностью является ориентация поверхности препятствия относительно дальномера. Препятствие не регистрируется, если угол между осью дальномера и нормалью к поверхности более 70-80 градусов (в зависимости от гладкости поверхности), т.к. отраженная звуковая волна уходит в пустоту. Следует отметить, что конструктивно и микрофон и динамик устроены одинаково. Практически любой динамик может использоваться в качестве микрофона. Поэтому в некоторых дальномерах микрофон и динамик совмещены в одно устройство: в момент излучения устройство работает в режиме динамика, а затем переключается в режим микрофона.

Модуль инфракрасного датчика препятствия

Каждый агент, способный ездить, летать или плавать, должен видеть препятствия, находящиеся у него на пути. Чтобы робот смог это сделать, ему необходимы соответствующие датчики. ИК-датчик содержит направленный источник света и детектор света.

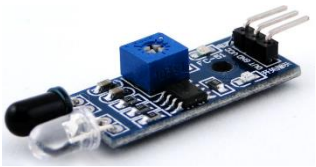


Рис. 3. ИК-датчик препятствия

Источником часто служит инфракрасный светодиод с линзой, а детектором — фотодиод или фототранзистор [5-6]. ИК приемник и передатчик для обнаружения препятствия по отраженному сигналу на заданном расстоянии, рабочее расстояние от 2 до 30см, угол срабатывания 35°, напряжение питания 3.3-5В, расстояние срабатывания настраивается подстроечным резистором.

Нечёткая система управления движением мобильного автономного агента

Нечёткая логика обеспечивает возможность описания сложного поведения посредством набора простых лингвистических правил, что делает её подходящим инструментом для моделирования и управления сложными системами.

В данной работе были разработаны два контроллера нечеткой логики, которые используются для навигации мобильного агента от начальной точки до цели:

1. Первый дает скорость движения агента в зависимости от полученных сигналов датчика и скорости изменения этих сигналов;

2. При обнаружении препятствия второй позволяет осуществлять объезд в зависимости от расстояния до препятствия и его положения. Дает на выход значения угла поворота и рулевого направления.

Данные нечёткие алгоритмы объединяются и позволяют осуществлять перемещение мобильного агента к цели по пути без столкновения с препятствием. Если датчики обнаруживают какие-либо препятствия в пути, тогда алгоритм управления переключается на объезд.При исследовании была выбрана среда MATLAB. В среде MATLAB нечеткое моделирование осуществляется с использованием пакета расширения Fuzzy logic ToolBox, в рамках которого пользователь может выполнять необходимые действия по разработке и использованию нечётких моделей [4]. При разработке модели контроля изменения скорости движения были определены входные и выходные параметры, показанные в таблице 1. Успех практического использования нечётких систем управления определяется качеством базы знаний. Система содержит 15 правил нечетких продукций (таблица 2).

Таблица 1

Термы лингвистических переменных

Входные переменные		Выходная переменная
Сигнал (Signal)	Скорость изменения сигнала(Rate of change)	Скорость(Speed)
Very weak (VW)	Negative(N)	Very fast(VF)
Weak (W)	Zero(Z)	Fast(F)
Medium (M)	Positive(P)	Medium(M)
Strong (S)		Slow(S)
Very strong(VS)		Very slow(VS)

Таблица 2.

Правила нечетких продукций

IF	Input 1(Signal)	Condition	Input 2 (RateChange)	Condition	Output (Speed)
1	VW	AND	N	THEN	VF
2	VW	AND	Z	THEN	F
3	VW	AND	P	THEN	M
4	W	AND	N	THEN	VF
5	W	AND	Z	THEN	F
6	W	AND	P	THEN	M
7	M	AND	N	THEN	F
8	M	AND	Z	THEN	M
9	M	AND	P	THEN	S
10	S	AND	N	THEN	M
11	S	AND	Z	THEN	S
12	S	AND	P	THEN	VS
13	VS	AND	N	THEN	S
14	VS	AND	Z	THEN	VS
15	VS	AND	P	THEN	Stop

Если датчики не показывают присутствие препятствия, то агент движется по прямой – целевое направление. Целевое направление при отсутствии препятствия называют разрешенным, а при его наличии запрещенным.

Для регистрации возникновения препятствия и для безопасного объезда введем 2 входных и 2 выходных лингвистических переменных: Расстояние(Distance), Положение препятствия(Obstacle), Рулевое направление (Steering) и Угол поворота (AngleRotation).

Для системы управления объездом препятствий аппаратом нечёткого логического вывода построена база правил, продукционные правила которой указаны в таблице 3.

Таблица 3.

База правил для нечеткого контроллера

Rules	Input		Output	
	Distance	*Obstacle*	*Steering*	*AngleRotation*
R1	Big	Right	Forward	Small
R2	Big	Ahead	Forward	Small
R3	Big	Left	Forward	Small
R4	Medium	Right	Left	Medium
R5	Medium	Ahead	Right	Medium
R6	Medium	Left	Right	Medium
R7	Small	Right	Left	Large
R8	Small	Ahead	Right	Large
R9	Small	Left	Right	Large

Для проверки системы в действии необходимо открыть окно просмотра правил и установим значения переменных. Программа просмотра правил не позволяет редактировать правила и функции принадлежности термов переменных и используется после разработки системы нечеткого вывода на этапе ее анализа и оценки.

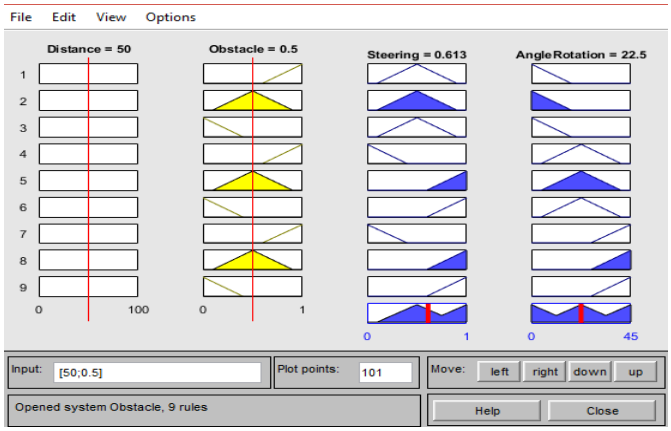


Рис. 4. Окно программы просмотра правил

Заключение

В результате исследования мобильный агент способен самостоятельно двигаться вдоль определенной траектории, определять расстояние до препятствия и осуществлять его объезд. Выполненная работа является актуальной, а ее результаты будут использоваться для проведения серий различных экспериментов в областях: автомобильная техника, сельскохозяйственная техника, робототехника и др., а также при организации взаимодействия устройств в платформах индустриального Интернета Вещей.

Список литературы

1. Алексеев А.П. Сенсорная сеть с беспроводным интерфейсом на базе микроконтроллера фирмы «МИЛАНДР». 2016
2. Момот М.В. Мобильные роботы на базе Arduino. – СПБ.:БХВ-Петербург, 2017.- 288с.
3. Пегат А. Нечеткое моделирование и управление: пер . с англ. – 2-е изд. – М.:БИНОМ.Лаборатория знаний, 2017.-798с.
4. Гайдук А.Р., Беляев В.Е., Пъявченко Т.А. Теория автоматического управления в примерах и задачах с решениями в MATLAB: Учебное пособие. – СПб.: Лань, 2011. – 464 с.
5. Белоглазов Д.А., Гайдук А.Р., Косенко Е.Ю., Медведев М.Ю., Пшихонов В.Х., Соловьев В.В., Титов А.Е., Финаев В.И., Шаповалов И.О. Групповое управление подвижными объектами в неопределенных средах. – М.: ФИЗИМАТЛИТ, 2015. – 305с.
6. Евстигнеев Д.В. Проектирование робот и робототехнических систем в среде Dyn- Soft Robsim 5. Часть 2. – М. , 2012. – 145с.

РАЗРАБОТКА МОДУЛЯ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ ОТРАЖЕННОГО СИГНАЛА РЕФЛЕКТОМЕТРИЧЕСКОГО НАВИГАЦИОННОГО ПРИЕМНИКА

Д.Г. Мюррей, С.В. Шафран

Самарский национальный исследовательский университет им. академика С.П. Королева

Аннотация. В данной статье приведены результаты разработки модуля рефлектометрического навигационного приемника с использованием системы на кристалле «Xilinx Zynq-7000». Рассмотрен алгоритм детектирования отраженных сигналов, представлены результаты программной симуляции алгоритма, а также рассмотрены ключевые особенности реализации.

Ключевые слова: рефлектометрия, отраженный сигнал, система на кристалле, навигация

Детектирование и изучение отраженных от поверхности Земли навигационных сигналов на сегодняшний день является одним из самых перспективных средств для наземных и орбитальных планетарных исследований.

В 2000 году В. Заворотным и А. Вороновичем было предложено использование отраженных от океана навигационных сигналов для определения скорости ветра. [1][2] Также использование отраженных навигационных сигналов предлагалось использовать для изучения состояния льда [3] и растительной биомассы [4].

В данной статье приводятся результаты разработки модуля детектирования отраженных сигналов рефлектометрического навигационного приемника, результаты программного моделирования работы алгоритма, а также описываются ключевые технические решения его реализации.

Реализация канала слежения за прямым сигналом

Модуль навигационного приемника, осуществляющий детектирование навигационных сигналов, состоит из канала слежения за прямым сигналом (основной канал) и дополнительных каналов, позволяющих детектировать слабые отраженные сигналы (субканалов).

Реализация, рассматриваемая в данной статье, предусматривает представление числовых данных в 32-битном формате с фиксированной точкой, поскольку арифметика

фиксированной точки не требует значительных ресурсов ПЛИС и позволяет производить вычисления с достаточной для решаемых задач точностью.

Демодуляция и интегрирование входного сигнала реализовано с использованием программируемой логики (ПЛ). Для расчета величин τφ и τcode, которые являются шагом для счетчиков фазы и кода соответственно, содержимое аккумуляторов прямого канала по сигналу прерывания передается в программируемую систему (ПС), где происходит их вычисление.

Размер блока данных, определяющий момент сброса аккумуляторов, также конфигурируется ПС. Взаимодействие ПС и ПЛ осуществляется через интерфейс AXI4 Lite. На уровне RTL взаимодействие организовано через блоки AXI GPIO, так как такие блоки содержат адресуемые регистры, позволяющие инициировать чтение со стороны ПС. (рисунок 3) [5]

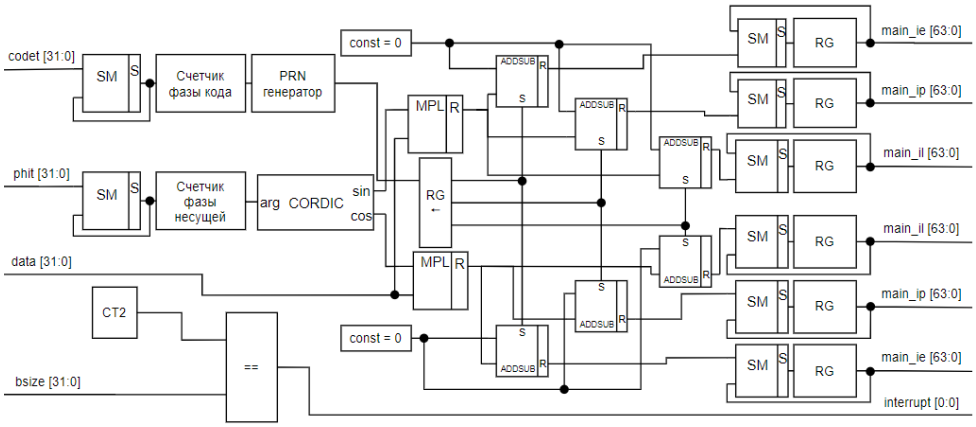


Рис. 1. Схема основного канала

Реализация канала слежения за отраженным сигналом

Поскольку, в силу принятых допущений, отраженный сигнал является задержанной и ослабленной копией прямого сигнала, возможно использование локальных генераторов несущего колебания и дальномерного кода прямого канала, дополненных линией задержки. [6] Величина задержки определяется расстоянием до отражателя. Линия задержки, настроенная на определенное время и аккумуляторы образуют субканал.

Элемент задержки субканала задерживает отсчеты генератора кодовой последовательности основного канала, путем записи его в блок памяти по адресу, начальное значение которого совпадает со значением задержки, пересчитанным с учетом частоты дискретизации в отсчеты входных данных. При поступлении нового отсчета адрес записи инкрементируется.

При достижении значения, равного объему памяти, происходит сброс, таким образом обеспечивая циклическую адресацию. Считывание из блока памяти происходит по адресу, начальное значение которого равно нулю, и которое аналогичным образом инкрементируется. Для устранения навигационного сообщения из отраженного сигнала перед записью в блок памяти бита кодовой последовательности (чипа) Iprompt, он складывается в полусумматоре по модулю два со знаком аккумулятора основного канала S.

Задержка по фазе несущего сигнала задается со стороны ПС как значения синуса и косинуса разности фаз $\varphi_{dir} - \varphi_{ref}$. Сдвиг по фазе происходит путем вычисления синуса суммы текущей фазы и задержки.

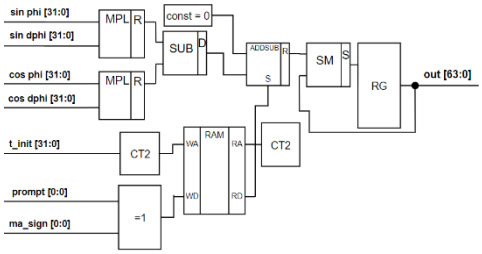


Рис. 2. Схема субканала

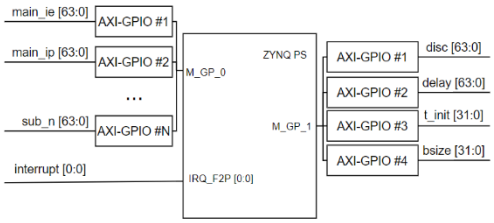


Рис. 3. Размещение элементов модуля рефлектометрического навигационного приемника в системе на кристалле

Результаты тестирования алгоритма

Для оценки работоспособности алгоритма использовалась программная модель, симулирующая рассматриваемую в данной статье реализацию модуля рефлектометрического навигационного приемника. Задача симуляции – имитация работы модуля, выбор проектных параметров и валидация алгоритма.

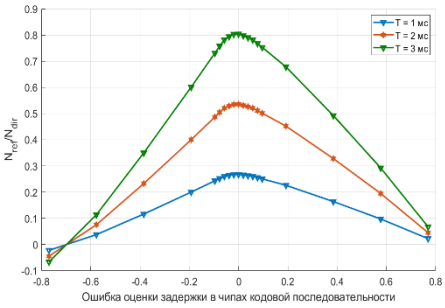


Рис. 4. График чувствительности модуля к ошибке предсказания задержки

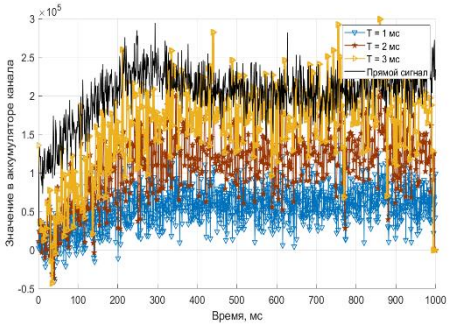


Рис. 5. Интегрированный отраженный навигационный сигнал для различного времени интегрирования

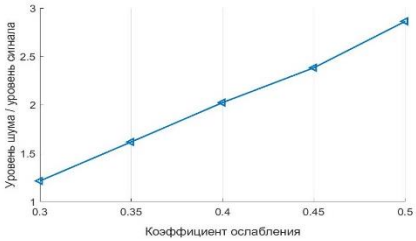


Рис. 6. Зависимость отношения уровня сигнала к уровню шума от коэффициента ослабления отраженного сигнала

При времени интегрирования, эквивалентном времени интегрирования на основном канале, детектирование отраженного сигнала может быть затруднено из-за ослаблений сигнала и низкого отношения сигнал-шум. На рисунке 5 показан график чувствительности модуля, из которого видно, что при увеличении времени интегрирования ведет к увеличению чувствительности модуля детектирования, что позволяет определить необходимое время интегрирования для обнаружения ослабленного сигнала. По оси абсцисс на графике расположены значения аккумулятора субканала, нормированного к аккумулятору основного канала.

Результаты реализации модуля на устройстве

При разработке реализации модуля использовалась система на кристалле “Xilinx Zynq-7000” (XC7Z020-CLG484).

Таблица 1

Отчет реализации основного канала

Тип элемента	Использовано	Доступно
Slice LUTs	2906 (5.46%)	53200
LUT as Logic	2867 (5.39%)	53200
LUT as Memory	39 (0.22%)	17400
Slice Registers	1919 (1.80%)	106400
Register as Flip Flop	1918 (1.80%)	106400
Register as Latch	1 (< 0.1%)	106400
DSP48E1	2 (0.91%)	220

Таблица 2

Отчет реализации субканала

Тип элемента	Использовано	Доступно
Slice LUTs	2088 (3.92%)	53200
LUT as Logic	2088 (3.92%)	53200
LUT as Memory	0 (0.0%)	17400
Slice Registers	610 (0.57%)	106400
Register as Flip Flop	610 (0.57%)	106400
Register as Latch	0 (0.0%)	106400
DSP48E1	2 (0.91%)	220

Заключение

В результате работы была разработана реализация модуля детектирования отраженных сигналов рефлектометрического навигационного приемника, проведена валидация используемого алгоритма детектирования и рассмотрены особенности его реализации на целевом устройстве.

По отчетам об объеме занимаемых ресурсов ПЛИС можно видеть, что основной канал и субканал близки по ресурсоемкости. Соответственно, на рассматриваемом устройстве в общей сложности возможно реализовать 18 каналов слежения за прямыми или отраженными сигналами.

Список литературы

1. Zavorotny V.U., Voronovich A.G. “Scattering of GPS signals from the ocean with wind remote sensing application”. (2000) IEEE Trans Geosci Remote Sens 38:951–964

2. Gleason S., "Remote sensing of ocean, ice and land surfaces using bistatically scattered GNSS signals from low Earth orbit", University of Surrey, Thesis (Ph.D.), Dec 2006.

3. A. Komjathy, J. Maslanik, V. U. Zavorotny, P. Axelrad and S. J. Katzberg, "Sea ice remote sensing using surface reflected GPS signals," IGARSS 2000. IEEE 2000 International Geoscience and Remote Sensing Symposium. Taking the Pulse of the Planet: The Role of Remote Sensing in Managing the Environment. Proceedings (Cat. No.00CH37120), Honolulu, HI, USA, 2000, pp. 2855-2857 vol.7.

4. Chew, C., Small, E.E. & Larson, K.M. An algorithm for soil moisture estimation using GPS-interferometric reflectometry for bare and vegetated soil. GPS Solut 20, 525–537 (2016).

5. Xilinx AXI GPIO v2.0 LogiCORE IP Product Guide: документация. – URL: https://www.xilinx.com/support/documentation/ip_documentation/axi_gpio/v2_0/pg144-axi-gpio.pdf (дата обращения: 5.05.2020). – Текст: электронный.

6. Gleason, Scott. “A Real-Time On-Orbit Signal Tracking Algorithm for GNSS Surface Observations.” Remote Sensing 11 (2019): 1858.

РАЗРАБОТКА АЛГОРИТМОВ ПРОИЗВОЛЬНОГО ВРЕМЕНИ ДЛЯ ВЫЧИСЛЕНИЯ ТРАЕКТОРИИ ПАСА В ВИРТУАЛЬНОМ ФУТБОЛЕ

Б.М. Новиков, М.Г. Пантелеев

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Статья посвящена реализации паса в среде виртуального футбола. Рассматривается метод определения области, передача мяча в которую будет осуществлена без возможности перехвата мяча во время его полета игроком из команды соперников и с заведомым преимуществом игрока-цели в ее пределах. Предложенный алгоритм также отвечает требованиям к алгоритмам произвольного времени, позволяя добиваться результата, качество которого пропорционально затраченному на вычисления времени.

Ключевые слова: RoboCup, интеллектуальные агенты, алгоритмы произвольного времени, виртуальный футбол, реализация паса.

Вступление

Создание интеллектуальных агентов, способных решать задачи группами, в том числе в условиях командного противодействия, является в настоящее время одной из центральных проблем искусственного интеллекта [1]. Для экспериментальной отработки моделей многоагентного противодействия ежегодно проводятся чемпионаты мира по виртуальному футболу RoboCup [2]. Одной из важных частных задач при построении интеллекта агента-футболиста является определение возможности и параметров реализации паса в конкретной ситуации.

Важная особенность среды виртуального футбола – необходимость принятия решений в реальном времени, причем допустимое время обдумывания может меняться в зависимости от ситуации [4]. С учетом этого алгоритмы решения агентом различных частных задач целесообразно строить как алгоритмы произвольного времени (АПВ) [5], позволяющие разменивать время работы алгоритма на качество получаемого результата.

Постановка задачи

В игре участвуют две команды роботов-агентов, по 11 игроков с каждой стороны: $T = \{T_i\}, O = \{O_i\}$, где $i = \overline{1,11}$.

Каждый игрок характеризуется параметрами, которые целесообразно разделить на:

- постоянные, к которым относятся радиус r тела, область владения мячом, максимальная скорость бега V_{max} и др.;

- динамические, к которым относятся координаты (x, y), текущая скорость V, направление w и др.

Игроки могут выполнять команды: Kick – удар по мячу (мяч должен находиться в KICKABLE_AREA игрока); Dash – ускорение бега; Catch –захват мяча (только для вратаря) и др. [6].

Для выполнения паса игрок должен выполнить команду Kick так, чтобы направить мяч в сторону партнера, которому он хочет отдать пас.

Рассмотрим ситуацию, когда игрок T_i принял решение отдать пас партнеру T_j. Необходимо определить направление движения и начальную скорость мяча так, чтобы партнер T_j добегал до мяча в требуемой точке приема паса и при этом никакой игрок другой команды не мог перехватить мяч, т.е. добежать до него раньше, чем T_j.

Будем решать задачу в допущении худшего случая. Полагаем, что все игроки другой команды (оппоненты) в момент отдачи паса (выполнения команды Kick) уже движутся на перехват по кратчайшему пути к траектории полета мяча с максимальной скоростью V_{max}. Полагаем, также что агенту известны точные (очищенные от генерируемого сервером шума) глобальные (декартовы) координаты мяча и всех игроков, задействованных в эпизоде.

Тогда задачу сводится к определению «Области Безопасного Паса» (ОБП), каждая точка которой удовлетворяет сформулированным выше условиям.

Алгоритм определения ОБП будем строить как АПВ.

Постановка задачи

Введем вспомогательные обозначения: «Область игры» – ОИ, «Доминантная область» – ДО, «Область возможного нахождения мяча после удара» – ОВНМПУ, «Область безопасного приема» – ОБПР.

Тогда, ОБП получается путем нахождения пересечения множеств по формуле (1):

$$\text{ОБП} = \text{ОИ} \cap \text{ДО} \cap \text{ОВНМПУ} \cap \text{ОБПР} \quad (1)$$

Область игры. Представляет собой четыре координаты, определяющие область возможного нахождения объектов игры. Является заранее известным параметром, установленным сервером [5].

Доминантная область [7]. Вычисляется при помощи построения диаграммы Вороного [8] относительно координат цели для паса Tj и оппонентов из множества O. Диаграмма разбивает на соответствующие игрокам многоугольники всю ОИ. Каждый многоугольник определяется некоторым количеством координат вершин и содержит в себе все точки, которые находятся ближе к соответствующему игроку, нежели к другим игрокам. Из этого исходит, что при равных условиях, игрок Tj, находящийся в центре своего многоугольника, будет первый в любой его точке. Таким образом, многоугольник игрока и будет его ДО.

Область возможного нахождения мяча после удара. Данная область является множеством точек, в которых может оказаться мяч после применения команды Kick, и представляет собой окружность с радиусом L и центром в координате мяча, где L - максимальная длина полета мяча. Стоит отметить, что если получаемая область не имеет общих точек с ДО, то безопасный пас отдать нельзя.

Для ее нахождения необходимо вычислить, какова будет начальная скорость движения мяча $V_{0_{max}}$ при ударе с максимальной силой в текущий момент. Обозначим реальное значение силы act_pow и вычислим его с помощью формулы (2) [9]. Она зависит от расстояния игрока до мяча dist_diff и угла между направлением тела и мячом dir_diff. Значение power = 100, так как мы ищем изменение максимальной приложенной силы. Параметр kickable_margin устанавливается сервером [5] и заранее известен.

$$act_pow = power * (1 - 0.25 * \frac{dir_diff}{180} - 0.25 * \frac{dist_diff}{kickable_margin}) \quad (2)$$

Подставляем полученное значение в формулу (3) [8], позволяющую найти величину начальной скорости, где kick_power_rate является установленным сервером параметром [6]:

$$V_0 = act_pow * kick_power_rate \quad (3)$$

Таким образом, мы узнаем максимальную начальную скорость движения мяча $V_{0_{max}} = V_0$.

Зная $V_{0_{max}}$ и установленный сервером параметр замедления скорости мяча DECAY [6], при помощи формулы (4) можно рассчитать расстояние, на котором мяч остановится:

$$L = \frac{v_0}{(1 - DECAY)} \tag{4}$$

Определение перехватчиков. Для этого, сначала, ограничим количество потенциальных траекторий полета мяча. С этой целью необходимо найти две точки ОД, которые находятся под минимальным α и максимальным углом β относительно координаты мяча.

Тогда, определим перехватчиков как игроков-оппонентов, которые находятся на расстоянии от мяча не большем, чем игрок-цель, и под углом в диапазоне [α-90; β+90] относительно мяча. Обозначим найденных P игроков как $E = \{E_i\}$, где $i = \overline{1, p}$.

Определение области. Далее будем понимать обозначения B, E_i, T_i, и др. как непосредственно координаты объекта.

Выпускаем в диапазоне ранее найденных углов [α; β] M лучей $R = \{\overrightarrow{R_i}\}$, где $i = \overline{1, m}$, представляющих собой векторы единичной длины. $(\overrightarrow{B + R})$ - множество возможных траекторий полета мяча.

Необходимо для каждого i и j в $(\overrightarrow{B + R_i})$ и E_j найти точку перехвата I_{ij}. Как говорилось ранее, исходим из допущения, что противник E_j выбрал наикратчайший путь до траектории полета мяча, а именно, перпендикуляр к $(\overrightarrow{B + R_i})$. Тогда, чтобы определить точку I_{ij} необходимо по формуле (5) найти проекцию вектора $(\overrightarrow{B - BE_j})$ на луч $\overrightarrow{R_i}$, которая представляет собой длину вектора $\overrightarrow{BI_{ij}}$:

$$|\overrightarrow{BI_{ij}}| = \text{Пр}_{\overrightarrow{R_i}}(\overrightarrow{B - BE_j}) = \frac{(\overrightarrow{B - BE_j}, \overrightarrow{R_i})}{|\overrightarrow{R_i}|} \tag{5}$$

Тогда точка перехвата находится по формуле (6):

$$I_{ij} = B + \overrightarrow{R_i} * |\overrightarrow{BI_{ij}}| \tag{6}$$

Вычислив длину $\overrightarrow{E_j I_{ij}}$, можно получить время t_{ij}, за которое E_j достигнет I_{ij}. Учитывая исходное допущение, что противник движется с постоянной скоростью V_{max}, время t_{ij} рассчитывается по формуле (7):

$$t_{ij} = \frac{\overrightarrow{|E_j I_{ij}|}}{V_{max}} \tag{7}$$

Теперь вычисляем максимально удаленную от мяча точку X_{ij}, при передаче мяча в которую он будет перехвачен. Сначала находим значение начальной скорости мяча $V_{0_{ji}}$ по формуле (8) с учетом act_pow, высчитанной по формуле (2), при которой он за время t_{ij} пройдет расстояние $|BI_{ij}|$, а после вычислим по формуле (9) расстояние S_{ij}, которое мяч пройдет с такой начальной скоростью.

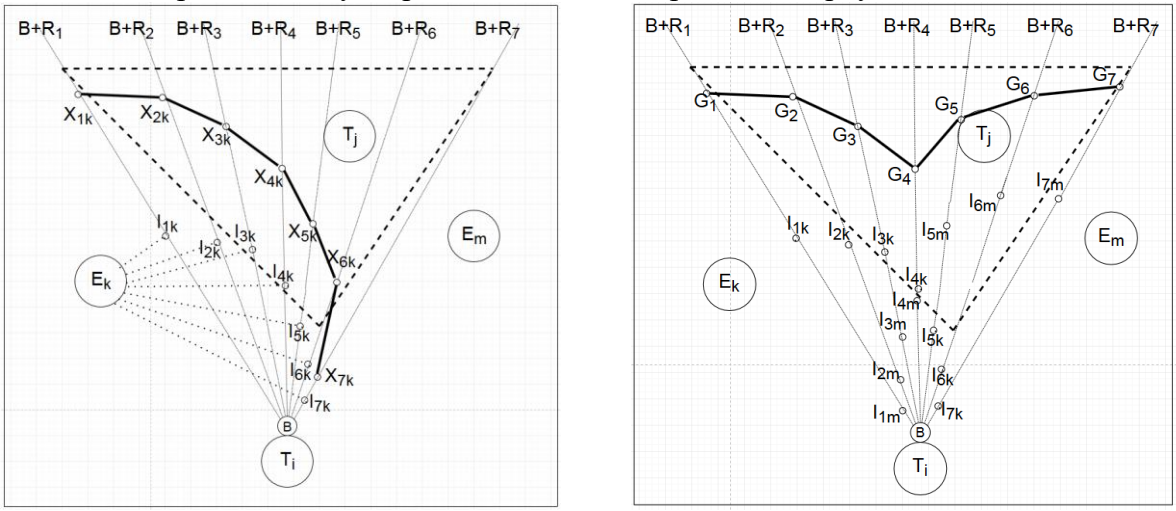
$$V_{0_{ij}} = \frac{|BI_{ij}| * (1 - DECAY)}{(1 - DECAY^{t_{ij}}) * act_pow} \tag{8}$$

$$S_{ij} = \frac{V_{0_{ij}}}{1 - DECAY} \tag{9}$$

Точка X_{ij} (см. Рис 1.а), в которую был послан мяч вычисляется по формуле (10):

$$X_{ij} = B + \overrightarrow{R_i} * S_{ij} \quad (10)$$

Далее, для каждого i из X_{ij} мы выбираем максимально удаленную точку от B, назовем ее G_i. Кривая, полученная соединением точек G_i (см Рис.1.б), является границей области безопасной передачи снизу и границей области перехвата сверху.



а *б*

Рис. 1. Получение ОБПР

Выбор конкретной точки из ОБП, может быть выполнен исходя из различных критериев, к примеру: близость к воротам, близость к игроку-цели, близость к краю поля.

Заключение

В ходе проведенного исследования был предложен алгоритм вычисления за произвольное время области безопасного паса. В дальнейшем требуется экспериментально оценить его состоятельность, сравнить с эффективностью уже существующих алгоритмов и в перспективе расширить его возможности.

Список литературы

1. Пантелеев М.Г., Пузанков Д.В. Интеллектуальные агенты и многоагентные системы: монография. - СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2015. – 215 с.
2. Официальный сайт RoboCup [Электронный ресурс]: режим доступа- http://www.robocup.org.
3. Nakanishi R., Bruce J., Murakami K., Naruse T., Veloso M.M. Cooperative 3-robotpassing and shooting in the RoboCup small size league. In: Lakemeyer, G., Sklar,E., Sorrenti, D.G., Takahashi, T. (eds.) RoboCup 2006: Robot Soccer World CupX. - LNCS (LNAI), 2007 - vol. 4434, p. 418–425.
4. Пантелеев М.Г. Формальная модель опережающего итеративного планирования действий интеллектуальных агентов реального времени// Труды 14-ой нац. конф. по ИИ с международным участием КИИ-2014. Т 1. – Казань: Изд-во РИЦ «Школа». - 2014. - с. 323-333.
5. Zilberstein S. Using Anytime Algorithms in Intelligent Systems. - AI Magazine 17(3), 1996 – p. 73-83
6. Chen M, Dorer K. RoboCup Soccer Server. 2003. – 150 p.
7. Tsuyoshi Taki; Jun-ichi Hasegawa, Dominant region: a basic feature for group motion analysis and its application to teamwork evaluation in soccer games
8. Dobrin A. A review of properties and variations of Voronoi diagrams. – WhitmanCollege, 2005. – 43 p.
9. Remco de Boer, Jelle Kok, Frans Groen. UvA Trilearn 2002 team description –Faculty of Science, University of Amsterdam. 2002. – 217 p.

ИНФОРМАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ ИНТЕРФЕЙСА RS-232 ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ РОБОТОТЕХНИЧЕСКИХ СИСТЕМ

В.Н. Холмогоров, К.А. Порохненко

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Статья посвящена проблемам уязвимости канала связи RS-232 внешнему вторжению со стороны ведомых устройств и чувствительности канала связи влиянию высоковольтных помех. Цель данной статьи – реализация одного из возможных вариантов решений данных проблем путём использования односторонней оптической развязки COM-порта.

Ключевые слова: RS-232, оптическая развязка, диод данных, информационная безопасность, робототехнические системы.

При проектировании робототехнических систем недостаточно уделяется внимание вопросам информационной безопасности.

В широко используемом методе игнорирования ведущим устройством входящих сообщений сохраняется возможность аппаратного вмешательства третьей стороны с последующим мониторингом канала связи и возможностью вывода из строя оборудования. Также при прокладке сети приходится учитывать ограниченную длину линии, и её взаимное расположение с высоковольтными участками.

Чтобы реализовать защиту интерфейса RS-232 рассмотрим схему диода данных, которая представлена на рисунке 1.

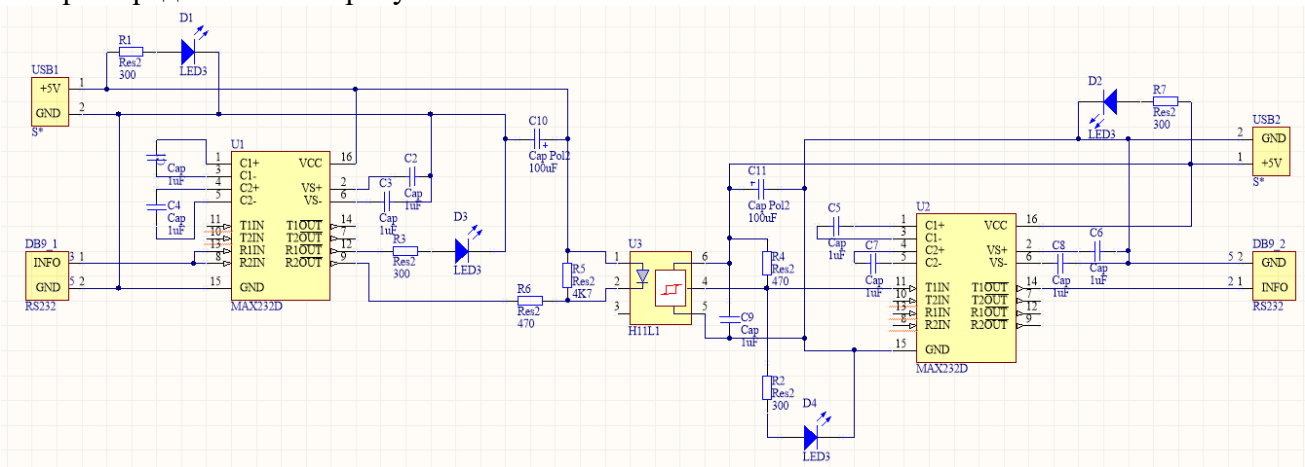


Рис. 1. Схема диода данных

Схема спроектирована с полной оптической развязкой и независимым питанием, что исключает выход из строя обеих сторон канала связи при наведении высоковольтной помехи на одной из них.

Оптрон, используемый в прототипе, может быть заменён оптоволоконным кабелем, что увеличит максимальную длину линии до 120 км.

Передача данных только в одну сторону реализовывает защиту от проникновения в хост-компьютер на аппаратном уровне.

Для того чтобы показать необходимость устройства, проведем сравнение средств связи.

Сравнение стандартного RS – 232 и оптоволокна приведено в таблице 1.

Таблица 1

Сравнение RS-232 и оптоволокна

Параметры	RS-232	Оптоволокно
Максимальная длина	914 м	120 км
Защита от электромагнитных помех	слабая	полная
Максимальная скорость передачи данных	115200 бит/сек	1 Гбит/сек
Возможность подключения третьей стороны	просто	очень сложно

Также на программном уровне реализована проверка принимаемых данных. Использование кода Хэмминга с коррекцией ошибок повышает надёжность приёма, а асимметричное шифрование защищает ведомые устройства от управления извне.

Для этого открытые части ключей шифрования предварительно записываются на ведущий хост-компьютер.

Прототип представлен на рисунках 2-5. Передающая и принимающая стороны имеют независимое питание по USB, подключение шин данных производится через разъёмы DB-9. Эти разъёмы распаяны по схеме нуль-модемного кабеля для любых режимов Handshaking.

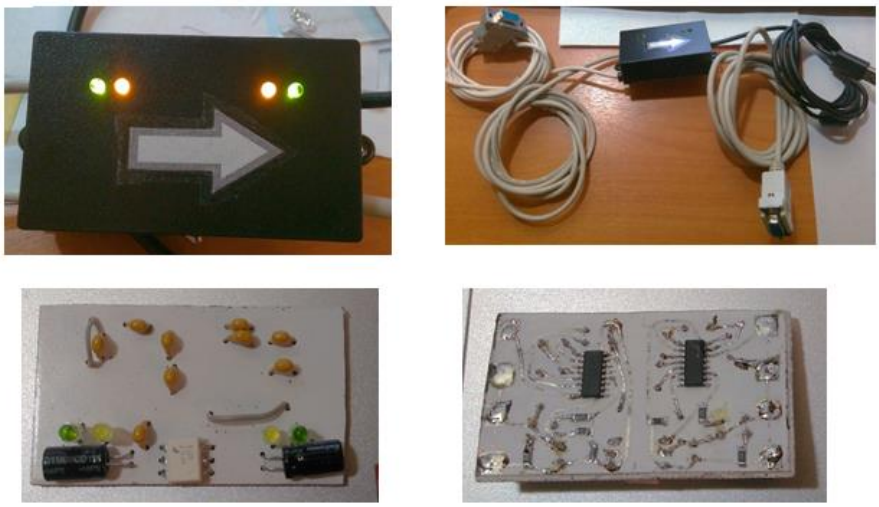


Рис. 2. Прототип системы

Передающая и принимающая стороны имеют независимое питание по USB, подключение шин данных производится через разъёмы DB-9. Эти разъёмы распаяны по схеме нуль-модемного кабеля для любых режимов Handshaking.

Список литературы

1. Рекомендованный стандарт 232. [Электронный ресурс] // URL: http://www.softelectro.ru/rs232.html (дата обращения: 01.02.2020).

2. Статья: опыт схемотехнических решений гальванической развязки в устройствах ЦОС для лабораторных и промышленных применений 1999 г. [Электронный ресурс] // URL: http://www.lcard.ru/articles/1 (дата обращения: 01.02.2020).

3.Оптроны и их применение [Электронный ресурс] // URL: http://www.gaw.ru/html.cgi/txt/publ/opto/optron_1.htm (дата обращения: 01.02.2020).

ОТЛИЧИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПО ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЕКТАМИ СОГЛАСНО ПРИНЦИПАМ МЕТОДОЛОГИИ AGILE

А.А. Черных

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В статье рассмотрены основные принципы методологии Agile, в соответствии с ними сформулированы ключевые функциональные требования ПО для управления проектом, работа над которым происходит согласно этим принципам.

Ключевые слова: управление проектами, гибкая методология разработки, программное обеспечение для управления проектами.

Согласно своду знаний по управлению проектами, проект — временно́е предприятие, направленное на создание уникального продукта, услуги или результата [5]. Если зайти на сайт поиска работы и посмотреть число вакансий менеджеров проектов, то можно сделать вывод о том, как много компаний используют проектно-ориентированный подход к управлению сейчас[1]. Этот подход за время своего существования с 1950-х годов [3] доказал свою жизнеспособность. По мере увеличения числа компаний, которые предпочли его для управления своей деятельностью, увеличивалось и число различных моделей ведения проектов.

Модели и парадигмы описывают общие принципы управления проектами. Помимо них существуют и методологии, представляющие из себя набор практик, которым можно следовать целиком или полностью, призванные упростить или повысить эффективность процесса разработки. Некоторые из них опираются на определённую модель разработки, другие могут использоваться вне зависимости от выбранной парадигмы.

По мере распространения сначала проектного подхода, а затем и гибких методологий, развивались и компьютерные технологии, появлялись решения, которые позволяли более эффективно вести учёт деятельности предприятий. Изначально такие системы были очень сложны и производились в индивидуальном порядке для каждого предприятия (PERT для нужд армии США [4]). С течением времени, число продуктов для решения задач управления увеличилось, они стали более универсальны (продукты от Artemis (1977 год выпуска), Oracle (1977), и Scitor Corporation (1979) [1]).

Некоторые системы были созданы для предприятий, которые использовали определённую модель (Microsoft Project для Waterfall [7]), иные же могли быть задействованы в сочетании с любой или несколькими парадигмами (например, универсальный менеджер задач). Одной из востребованных на сегодняшний день методологий, является Agile. Её принципы используются в большинстве компаний частично или полностью [6]. Гибкая разработка появилась в ответ на приёмы и практики, которые использовались до этого: они сильно зависели от управления, требовали детального и долгого планирования, не давали возможности вносить изменения в проект в середине и в конце процесса разработки. Agile предоставлял средства для решения вышеупомянутых и прочих проблем, с которыми сталкивались компании.

Основная суть методологии Agile сосредоточена в 12 принципах, которые опубликованы в манифесте [2]. Далее перечислены некоторые сформулированные мной функцио-

[1] См. пример поискового запроса: https://hh.ru/search/vacancy?area=1&st=searchVacancy&text=Project+manager&from=suggest_post

нальные требования к ПО, которые следуют из каждого из этих принципов, так как предполагаемое ПО должно полностью им соответствовать.

1. **Быстрая и регулярная поставка ПО.** Продукт должен предоставлять максимально удобный контроль и управление для итеративной разработки. Необходимо, чтобы программа облегчила менеджеру проекта добавление информации об итерациях, давала возможность автоматически создавать такие циклы и т.д.

2. **Изменения, внесённые в требования на любой стадии разработки, исправить проще, чем после её завершения.** Продукт должен позволять вносить изменения в требованиях на любой стадии разработки. После того, как были указаны изменения, должен быть инициирован процесс автоматического перестроения графика работ, оповещения всех участников разработки.

3. **Оптимальная длина цикла поставки — от нескольких недель до 2 месяцев.** Продукт должен быть готов к работе с такими периодами, предоставлять возможность их планирования, облегчать процесс расчёта трудоёмкости задач и распределения этих задач по периодам.

4. **Коммуникация и совместная работа заказчика и исполнителя на протяжении всей разработки очень важны.** Ещё одним требованием к продукту является простота в его использовании как разработчиком, так и заказчиком. Каждая из сторон должна иметь возможность отслеживания процесса разработки и коммуникации.

5. **Нельзя недооценивать организацию процесса работы разработчиков. Это влияет на их мотивацию и на качество продукта.** Продукт должен предоставлять средства для разработчиков, позволяющие им влиять на условия работы.

6. **Личное общение чаще является более простым и эффективным путём взаимодействия с командой и внутри неё.** Продукт должен учитывать в расписании время на митинги и собрания. Также необходима возможность фиксации их результатов, так как при большом количестве устных коммуникаций будет сложно апеллировать к незадокументированным фактам.

7. **Основной метрикой является выпущенный работоспособный продукт.** Как при подведении итогов, так и в процессе разработки при демонстрации прогресса важно отображать не число строк нового кода или исправленных багов, а число успешных релизов или, например, реализованных фич.

8. **Agile организует не временный режим, а бесконечный циклический процесс разработки.** Продукт должен запоминать устоявшееся расписание и предлагать воспроизводить его в таком же виде или с изменениями.

9. **Нельзя недооценивать влияние проектирования на гибкость проекта.** У менеджера проекта должна быть возможность автоматически добавлять проектирование в график работ по разработке фичи в соответствии со степенью её важности.

10. **Важно по возможности уменьшать количество лишней работы.** В продукте должна быть реализована максимальная прозрачность деятельности каждого из участников. Это позволит избежать дублирования. Также необходимо автоматическое информирование пользователя при добавлении в требования уже существующей функциональности.

11. **Возможность команд к самоорганизации повышает их эффективность и качество их работы и результата.** Продукт должен предоставлять полные права для участников команд, чтобы они могли регулировать процесс разработки, иметь право перехода в другую команду и т.д. без постоянного согласования с вышестоящими.

12. Непрерывное систематическое совершенствование и улучшение работы необходимы. Продукт должен содержать в себе средство для подведения итогов, внесения коррективов в процесс разработки.

Таким образом, можно составить список первоначальных функциональных требований, которые лягут в основу нового продукта для управления процессом разработки. Продукт, соответствующий этим требованиям, позволит его пользователям более эффективно применять Agile в разработке проектов или облегчит переход на Agile для тех, кто ещё этого не сделал. В таком случае, прототип интерфейса разработчика может выглядеть следующим образом (см. *Рис. 1*). В этом разделе приложения пользователь сможет ознакомиться с информацией о том, сколько времени и задач осталось до конца цикла разработки, какие из них должен выполнить он, какие — его коллеги. Также при наведении курсора на каждую из задач будет отображена её подробная спецификация. Для доступа к другим функциям используется меню в левом верхнем углу окна программы.

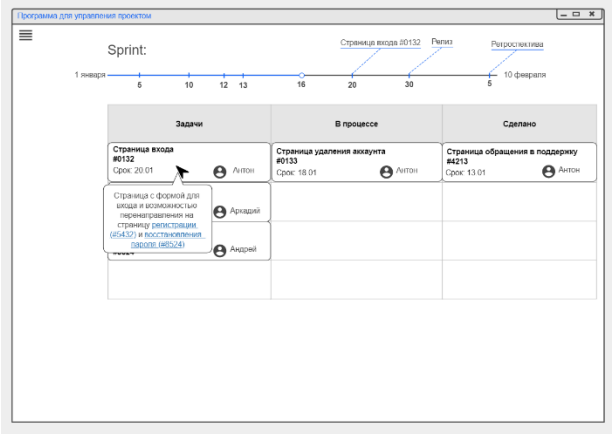


Рис. 1. Прототип интерфейса разработчика

В данной статье приведён краткий обзор методологии Agile, рассмотрены принципы, которые лежат в её основе. В соответствии с этими принципами были определены функциональные возможности, которыми должно обладать ПО, обеспечивающее как можно более полное и удобное сопровождение процесса разработки и её управления. Также был создан прототип интерфейса задач разработчика.

Список литературы

1. Azzopardi S. The evolution of project management // Retrieved January. – 2006. – Vol. 28. – P. 2010.
2. Fowler M. et al. The agile manifesto // Software Development. – 2001. – Vol. 9 (8). – P. 28-35.
3. Kwak Y. H. A brief history of project management // The story of managing projects. – 2005. – Vol. 9.
4. Program evaluation and review technique (PERT) // Reference for Business. – URL: https://www.referenceforbusiness.com/encyclopedia/Per-Pro/Program-Evaluation-and-Review-Technique-PERT.html (дата обращения: 08.04.2020).
5. Rose K. H. A Guide to the Project Management Body of Knowledge (PMBOK® Guide) — Fifth Edition // Project management journal. – 2013. – Vol. 44 (3). – P. e1-e1.
6. VersionOne CollabNet. 13th Annual State of Agile report (2018).
7. Waterfall management with Microsoft Project // Microsoft. – URL: https://products.office.com/en-us/project/waterfall-methodology (дата обращения: 08.04.2020).

ПРИКЛАДНАЯ МАТЕМАТИКА И ПРОГРАММНАЯ ИНЖЕНЕРИЯ

РАЗРАБОТКА СИСТЕМЫ КОНТРОЛЯ ПЕРЕДВИЖЕНИЙ СОТРУДНИКОВ

С.А. Антонов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В рамках работы разработан инструментарий системы контроля передвижений сотрудников, целью которой является идентификация и отслеживание перемещения персонала по помещениям предприятия. Инструментарий включает в себя нейросетевую модель для обнаружения людей на изображениях, полученных с камер видеонаблюдения в режиме реального времени, систему распознавания лиц, а также математический аппарат для вычисления координат найденных людей в проекции.

Ключевые слова: свёрточные нейронные сети, матрица гомографии, face detection, face recognition.

На сегодняшний день системы массового контроля передвижений получают широкое распространение, поскольку при минимальных затратах позволяют практически полностью автоматизировать контроль за перемещением людей в помещении. Мониторинг позволит контролировать время пребывание персонала в различных отделах, опоздания персонала или его отсутствие на рабочем месте. Еще одним плюсом данной системы будет анализ данных внутренних процессов, который позволит поднять эффективность бизнес-процессов. При использовании системы в магазинах, кроме вышеперечисленного функционала будет возможно собирать и анализировать данные о покупательской активности.

Целью работы является разработка программного обеспечения, предназначенного для автоматического контроля передвижения людей по территории помещения. Решение данной задачи заключается в использовании современных систем идентификации, позволяющих осуществлять распознавание объектов без участия человека. Идентификация сотрудников будет производиться с помощью стандартных камер видеонаблюдения, закрепленных в углах помещения, и свёрточных нейронных сетей. Для определения местоположения персонала и обнаружения лиц были использованы алгоритмы компьютерного зрения, такие как: вычисление матрицы гомографии, алгоритмы HOG и MMOD.

Поставлены следующие задачи:

1. Создание датасета для обучения нейронной сети.
2. Обучение и оценка качества модели нейронной сети.
3. Реализация обработки видеопотока обученной моделью нейронной сети.
4. Вычисление матрицы гомографии для получения искомых координат.
5. Реализация системы распознавания лиц.

Создание собственного датасета

Для настройки детектора использовался метод обучения модели нейронной сети с учителем. В настоящее время существует несколько готовых датасетов. Наиболее

популярными из них для поиска объектов на изображении являются PASCAL VOC [8] и COCO [7] датасеты. Для получения наилучшего результата при обучении нейронной сети была написана программа на языке Python, которая объединяет два готовых датасета с различной информацией в один формата PASCAL VOC. В аннотации получившегося датасета находится информация только о местоположении людей на изображении.

Свёрточная нейронная сеть

Свёрточные нейронные сети — одна из самых популярных архитектур нейронных сетей. В основном используется для поиска объектов на фото или видео, распознавания лиц, генерации изображений и др.

В работе используется модель свёрточной нейронной сети ssdlite_mobilenet_v2_coco [1]. Данная модель была выбрана по двум главным показателям: средней точности обнаружения объекта (mAP) и вычислительной сложности. Для детектирования используется известная архитектура нейронных сетей SSD (Single Shot Detector) [9]. Single Shot означает, что задачи локализации и классификации объектов выполняются за один проход по сети. В основе архитектуры SSD лежит VGG-16 архитектура, в которой применяется от 6 слоев свёртки, что позволяет извлекать элементы из изображения в нескольких масштабах и постепенно уменьшать размер входных данных для каждого последующего слоя. Данная модель была предобучена с помощью TensorFlow Object Detection API [2] на наборе данных COCO.

TensorFlow — это библиотека с открытым исходным кодом для машинного обучения. Данная библиотека упрощает работу с нейросетью и глубоким обучением.

Обучим выбранную модель на созданном наборе данных. Результаты обучения можно увидеть на рисунке 1.

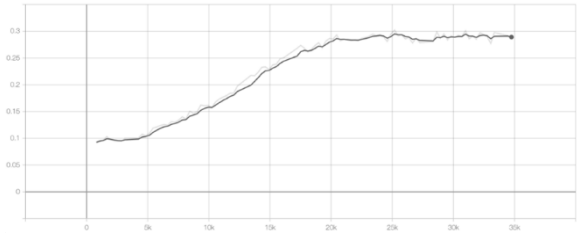


Рис. 1 График средней точности обнаружения объекта (mAP) нейронной сети

После обучения нейронной сети на подготовленном датасете, модель способна распознавать людей на видео в режиме реального времени. Для этого была написана программа на языке Python. Обрабатывая каждый кадр видео, нейронная сеть обводит людей ограничительной рамкой.

Матрица гомографии

В настоящее время в цифровой фотографии используются однородные системы координат. В 2D пространстве однородными координатами служат тройки чисел, одновременно не равные нулю, такие что $\begin{bmatrix} x_i' \\ y_i' \\ w \end{bmatrix} = w \begin{bmatrix} x \\ y \\ 1 \end{bmatrix}$, где x, y – координаты плоскости. Без однородных координат невозможно описать бесконечно удаленную точку. Многие математические и геометрические концепции значительно упрощаются, если в них используется понятие бесконечности. Также с помощью данных координат возможно использовать унифицированный механизм работы с матрицами для выражения

преобразований точек. С помощью матриц 3x3 можно описать вращение и масштабирование.

Для определения координат человека спроецируем изображение, обработанное нейросетью в вид сверху. На исходном изображении выделим четыре точки в углах помещения и отметим координаты четырех конечных точек в углах нового изображения. Спроецировав начальные точки в конечные, найдем матрицу гомографии.

Матрица гомографии – матрица размером 3x3 с помощью которой можно посчитать перспективное преобразование одной плоскости в другую.

Популярные алгоритмы нахождения матрицы гомографии [6]:

- DLT
- RANSAC

Таким образом, зная координаты ограничительной рамки объекта в одной плоскости, можно получить координаты данного объекта в другой плоскости, используя данную формулу:

$$\begin{bmatrix} w_i x_i' \\ w_i y_i' \\ w_i \end{bmatrix} = H * \begin{bmatrix} x_i \\ y_i \\ 1 \end{bmatrix}$$, где H – матрица гомографии.

Для перехода от однородных координат к мировым, необходимо поделить получившиеся координаты на w_i.

Система распознавания лиц

Система распознавания лиц – это автоматическая система, в задачу которой входит локализация лица (face detection) и идентификация человека по лицу (face recognition).

Для задачи face detection популярными алгоритмами являются:

Каскадный классификатор Хаара

Гистограмма направленных градиентов (Histogram of Oriented Gradients, HOG)

MMOD (Max-Margin Object Detection)

CNN (Convolutional Neural Network)

Наилучший результат достигается при использовании CNN, так как нейронная сеть обеспечивает наибольшую точность и может работать для различных ориентаций лица и при существенных окклюзиях. HOG является облегченным и часто используемым методом и хорошо работает с фронтальными изображениями лица, однако имеет ограничение по размеру изображения (минимальное изображение 80 x 80). MMOD [10] – новый алгоритм обнаружения объектов, объединенный с HOG и DNN. Данный алгоритм имеет все преимущества нейронных сетей, а также более высокую скорость работы по сравнению с CNN. Однако данный алгоритм имеет ограничение по размеру изображения как у HOG.

В разработанной системе используется алгоритм MMOD, реализованный в библиотеке dlib. Сравнение методов, описанных выше, и принцип их работы можно найти в [4] и [5].

Самые распространенные алгоритмы для задачи face recognition:

- Eigenface
- Fisherface
- LBPH
- CNN (Convolutional Neural Networks)

Наиболее используемым методом в наше время является CNN. На данный момент существует большое количество обученных нейросетей, таких как: Openface, FaceNet и

другие. Обученная сеть обрабатывает входное изображение, представляя его в векторной форме размерностью 128. В разработанной системе использовалась нейронная сеть при поддержке библиотеки dlib.

Приведем график сравнения всех методов на 15 различных объектах:

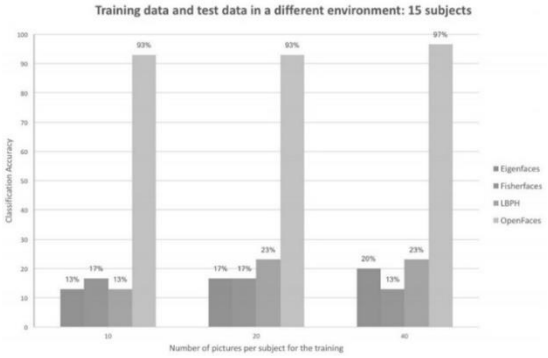


Рис. 2 Сравнение методов Eigenfaces, Fisherfaces, LBPH, OpenFace

Полное описание и сравнение всех методов, описанных выше, можно найти в [5].

Заключение

Обученная модель нейронной сети имеет высокую вероятность правильно определить человека в режиме реального времени. После чего, заранее посчитав матрицу гомографии, легко определить координаты человека в проекции и в дальнейшем отслеживать его перемещение. Разработанная система может использоваться на пропускных пунктах за счет реализации системы распознавания лиц. В перспективе разработанная система может детектировать негативные проявления поведенческого характера (конфликты), а также оценивать состояние здоровья людей. Подобные методы оценки по характеру движения тестируются на животных, например в статье Bleuer-Elsner S. и др. [3]. Недостатком решения является слепая зона камеры, в которой алгоритм не сможет работать. Решением данной проблемы является установка большего числа камер в помещении.

Список литературы

1. TensorFlow detection model zoo URL: https://github.com/tensorflow/models/blob/master/research/object_detection/g3doc/detection_model_zoo.md (дата обращения: 15.03.2020).
2. TensorFlow Object Detection API Documentation URL: https://github.com/tensorflow/models/tree/master/research/object_detection (дата обращения: 20.03.2020).
3. Bleuer-Elsner S., Zamansky A., Fux A., Kaplun D., Romanov S., Sinitca A., Masson S., van der Linden D. Computational Analysis of Movement Patterns of Dogs with ADHD-Like Behavior // Animals. 2019. Vol. 9. P. 1140.
4. Triantafyllidou, D., Tefas, A. A Fast Deep Convolutional Neural Network for Face Detection in Big Visual Data // In: Advances in Big Data. 2016.
5. Delbiaggio N. A comparison of facial recognition's algorithms. 2017.
6. Dubrofsky E. Homography Estimation. 2007.
7. Lin T.-Y., Maire M., Belongie S., Bourdev L., Girshick R., Hays J., Perona P., Ramanan D., Zitnick C. L., Dollár P. Microsoft COCO: Common Objects in Context. 2015.
8. Everingham M., Van Gool L., Williams C., Win J., Zisserman A. The Pascal Visual Object Classes (VOC) Challenge // International Journal of Computer Vision, Vol. 88, 2009. pp. 303-338.
9. Liu W., Anguelov D., Erhan D., Szegedy C., Reed S., Fu C.-Y., Berg A. C. SSD: Single Shot MultiBox Detector // Computer Vision - ECCV: Springer International Publishing. 2016. pp. 21-27.
10. King D.E. Max-Margin Object Detection. 2015.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ САМООРГАНИЗУЮЩИХСЯ КАРТ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИПА ИСТОЧНИКА СИГНАЛА

Е.О. Белоусов, В.Е. Стрельников

[1]*АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор»,*

[2]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)*

Аннотация. В работе исследуется метод самоорганизующихся карт для классификации типов источников сигналов на основе аудиоданных. Для решения задачи применяется двумерная сеть Кохонена. Проведена апробация исследуемого метода классификации на натурных данных из открытых источников.

Ключевые слова: классификация, сеть Кохонена, самоорганизующаяся карта.

Введение

Одной из актуальных и наиболее сложных задач при обработке большинства реальных сигналов (биомедицинских, акустических, метеорологических, сейсмических и других), исследуемых в рамках различных научных направлений, является их классификация. Классификация – это процедура распределения множества рассматриваемых объектов по группам (классам). Распределение происходит на основе одного или более количественных идентификационных признаков, которые характеризуют рассматриваемый объект.

Постановка задачи

Предлагаемый доклад посвящён решению задачи определения класса объекта на основе анализа его аудиоданных. В качестве алгоритма, реализующего задачу классификации, должна использоваться самоорганизующаяся сеть Кохонена.

Ход решения

Самоорганизующаяся сеть Кохонена (сеть Кохонена, SOM) – это нейронная сеть, выполняющая задачу визуализации и анализа данных большой размерности [1, 2].

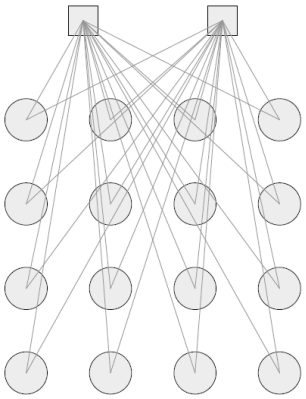


Рис. 1. Пример сети Кохонена размером 4 на 4 нейрона

Главная особенность SOM – обучение без учителя. Поскольку изначально неизвестно количество групп, на которые будет разбито исходное множество объектов, то принято говорить о задаче кластеризации – классификация с неизвестным изначально числом классов.

В сети Кохонена нейроны размещаются на узлах двумерной решётки. Все нейроны этой решётки связаны со всеми узлами входного слоя (рис. 1). SOM не нуждается в указании целевого результата для неё. Вместо этого, участок сети, где вектор коэффициентов нейронов наиболее совпадает с входным вектором признаков, оптимизируется для большего сходства с классом, к которому принадлежит рассматриваемый входной вектор. После некоторого количества итераций обучения, сеть Кохонена принимает вид карты с устоявшимися зонами, которые и являются искомыми классами.

Обучение происходит по следующему алгоритму [2]:

1. Инициализируются весовые коэффициенты нейронов.
2. Из обучающей выборки случайно выбирается вектор признаков.
3. Производится поиск вектора коэффициентов нейронов, наиболее похожего на входной, с помощью критерия минимума евклидова расстояния. Так находится нейрон-победитель.
4. С помощью функции Гаусса высчитывается радиус окрестности нейрона-победителя, то есть находятся нейроны, окружающие нейрон-победитель.
5. Производится корректировка весовых коэффициентов сети. Вектор, описывающий нейрон-победитель, и вектора нейронов, находящихся в его окрестности, смещаются к входному вектору.
6. Повторить с шага 2 N раз.

Результаты моделирования

Для обучения и тестирования модели самоорганизующейся карты используется открытый набор городских звуков «UrbanSound8k» [3]. Выбранный набор содержит около 8000 wav-файлов со звуками от 10 различных источников (длительность одного файла – в среднем 4 секунды, общий объём набора – 6 ГБ) и информацию о принадлежности каждого звукового файла к одному из классов набора. Для работы набор был поделён на 2 части – обучающая и тестовая. Для анализа аудиоданных и моделирования сети использовались средства языка программирования Python (версия 3.7).

В качестве входных данных используется набор векторов (по одному на каждый звуковой файл), состоящих из 20 мел-частотных кепстральных коэффициентов (MFCC) [4], полученных после обработки исходных звуковых файлов методом MFCC [4] при помощи специальной библиотеки для анализа аудиоданных LibROSA [5].

MFCC – своеобразное представление энергии спектра сигнала. Преимущество использования заключается в возможности выделения наиболее значимых частот сигнала с помощью проецирования спектра сигнала на специальную мел-шкалу [6] (мел – единица высоты звука, зависящая от его частоты), а также ограничение количества обрабатываемой информации путём ограничения количества вычисляемых коэффициентов.

С помощью библиотеки MiniSOM [7] построена модель сети со следующими параметрами:

- Размер: 30x30.
- Метод определения окрестности: гауссиан.
- Метод инициализации весов нейронов: метод главных компонент.
- Количество итераций обучения: 500000.

В качестве успешного результата будем считать получение 10 различных кластеров (т.е. всех типов источников сигналов, представленных в наборе данных) с точностью кластеризации не ниже 80%. Точность проверяется с помощью тестовой части набора данных и информации о классовой принадлежности звуковых файлов.

	precision	recall
0	0.95	0.81
1	1.00	0.71
2	0.94	0.71
3	0.92	0.60
4	1.00	0.86
5	1.00	1.00
6	0.60	0.75
7	0.55	1.00
8	0.95	0.86
9	1.00	0.77
accuracy		
macro avg	0.89	0.81
weighted avg	0.89	0.83

Рис. 2. Результаты классификации и точность классификации

В результате (рис. 2) получилось 10 кластеров (0 - кондиционер, 1 – автогудок, 2 – детская площадка, 3 – лай собак, 4 – сверление, 5 – двигатель автомобиля, 6 – выстрел из пистолета, 7 – отбойный молоток, 8 – сирена, 9 – уличная музыка), общая точность (метрика precision) кластеризации составила 89%. Заметим, что наименее точно сеть справилась с выделением класса звуков отбойного молотка, однако все звуки отбойного молотка оказались успешно отнесены к этому классу (метрика recall). Лучше всего сеть справилась с классом звуков двигателя автомобиля.

Заключение

Представленный в докладе метод самоорганизующихся карт для классификации источников акустических сигналов демонстрирует свою эффективность и наглядность представления результатов (благодаря возможности визуализации самой карты).

Список литературы

1. Хайкин С. Нейронные сети: полный курс, 2-е издание, исправленное. Москва : ООО «Издательский дом Вильямс», 2006. 1104 с.
2. Kohonen T. Self-organizing maps, Third, extended edition. Germany : Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2001. 502 p.
3. Salamon J., Jacoby C., Bello J. P. A Dataset and Taxonomy for Urban Sound Research [электронный ресурс], Orlando USA, 2014. URL: https://zenodo.org/record/1203745#.XjPpayVn0lQ (дата обращения: 26.12.2019).
4. Мел-кепстральные коэффициенты (MFCC) и распознавание речи [электронный ресурс]: Хабр. – URL: https://habr.com/ru/post/140828/ (дата обращения: 26.12.2019).
5. Мел (высота звука) [электронный ресурс]: Википедия. Свободная энциклопедия. – URL: https://ru.wikipedia.org/wiki/Мел_(высота_звука) (дата обращения: 26.12.2019).
6. LibROSA. [электронный ресурс]: Librosa development team. – URL: https://librosa.github.io/librosa/ (дата обращения: 28.12.2019).
7. MiniSOM [электронный ресурс]: Giuseppe Vettigli GitHub Page. – URL: https://github.com/JustGlowing/minisom (дата обращения: 20.01.2020).

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОВ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОГО АНАЛИЗА ДАННЫХ ДЛЯ УЛУЧШЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ РЕКЛАМНЫХ КАМПАНИЙ

В.Н. Вероха, К.А. Борисенко

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данной статье рассматривается применение машинного обучения в сфере интернет-рекламы. Подробно представлены основные этапы реализации. Приведено сравнение методов интеллектуального анализа данных, используя метрики для оценки качества моделей.

Ключевые слова: машинное обучение, интеллектуальный анализ данных, логистическая регрессия, дерево решений, случайный лес, нейронные сети.

Введение

В результате развития информационных технологий [1] появилось направление интернет-рекламы, что стало продуктивным инструментом привлечения клиентов. На сегодняшний день организации потребительской сферы существуют в условиях жесткой конкуренции, чтобы получить положительные результаты в продвижении продукта, необходимо подобрать эффективную рекламную кампанию для поиска заинтересованной группы пользователей сети Интернет. Проблема заключается в выборе рекламной кампании, которая даст положительные результаты в продвижении продукта.

Для повышения влияния рекламных кампаний на потенциальных клиентов в целях увеличения продаж, часто используются передовые технологии в области программирования, такие как интеллектуальный анализ данных (ИАД, en. Data Mining) [2] [3]. В данной работе исследовались методы ИАД и их применение в области контекстной рекламы.

В процессе интеллектуального анализа данных выделяются следующие этапы:

- сбор сырых данных;
- подготовка данных (фильтрация, дополнения и др.);
- обучение модели;
- тестирование.

Сбор сырых данных

Сбор сырых данных происходит через сервис Google Ads [5]. Данный сервис позволяет собирать статистические сведения на следующих уровнях: ключевые фразы, группы объявлений и рекламные кампании. Сбор данных был осуществлен на уровне рекламных кампаний. Описание данных представлено в таблице 1.

Таблица 1

Название столбца	Описание
День	Метрика категории «время», записанная в формате гг.мм.дд
Пол	Демографический признак: мужчина, женщина
Возраст	Демографический признак, разбивка по следующим возрастным категориям: 18-24, 25-34, 35-44, 45-54, 55-65, 65 и старше
Показы	Метрика, позволяющая понять, как часто пользователь видит размещенное объявление
Клики	Показатель фиксирует нажатие пользователя на объявление

На рисунке 1 представлен пример сырых данных.

	День	Пол	Возраст	Показы	Клики
0	2019-07-19	Не указано	55–64	12	0
1	2019-06-26	Не указано	Не указано	6	0
2	2019-07-18	Не указано	45–54	107	0
3	2019-08-28	Мужчины	Не указано	3	0
4	2019-04-18	Не указано	55–64	33	0

Рис. 1. Сырые данные

Подготовка данных

Качество работы модели ИАД зависит от достоверности данных, на которых она построена. Поэтому сырые данные должны соответствовать критериям качества [4], определяющим степень пригодности для последующего анализа:

- достоверность источника – выгрузка сырых данных была осуществлена из учетной системы Google Ads;
- значимость – данные должны отображать события, для анализа которых они используются;
- валидность – отсутствие пропусков, устойчивость и т.п.

Исходные данные были сгруппированы по десятидневным периодам, полу и возрасту.

Таблица 2

Построение результирующего вектора

Интервал значений CTR (%)	Значение результирующего вектора
[0, 0.01)	-3
[0.01, 0.5)	-2
[0.5, 1)	-1
[1, 5)	0
[5, 15)	1
[15, 25)	2
[25, 100]	3

Для повышения валидности данных была проведена их очистка: удалены строки, содержащие пустые ячейки, копии и аномальные данныею.

			Показы	Клики	CTR(%)	res
День	**Пол**	**Возраст**				
2018-09-20	**Мужчины**	**25–34**	45655	57	0.124849	-2
		35–44	59154	94	0.158907	-2
		45–54	53789	104	0.193348	-2
		55–64	48546	106	0.218350	-2
		Старше 65	20069	54	0.269072	-2
2018-09-30	**Мужчины**	**25–34**	14034	26	0.185264	-2
		35–44	19941	47	0.235695	-2
		45–54	19237	57	0.296304	-2
		55–64	20050	47	0.234414	-2
		Старше 65	9633	22	0.228382	-2

Рис. 2. Пример обработанных данных

Также было выполнено обогащение данных путем модификации исходной информации: добавлен столбец «CTR (%)», равный отношению числа кликов на число показов, переведенный в проценты; результирующий вектор на основании столбца «CTR (%)».

Результирующий вектор сформирован по условиям, представленным в таблице 2: если значение CTR попадает в соответствующий интервал, то результирующему вектору присваивается соответствующее значение шкалы оценки от -3 до 3. Чем выше оценка, тем рентабельнее рассматриваемый набор показателей рекламной кампании.

Обработанные данные состоят из семи классов (-3, -2, -1, 0, 1, 2, 3). На рисунке 2 представлена часть обработанных данных

Обучение модели

Обучение модели выполнено посредством sklearn [6] – библиотеки машинного обучения на языке программирования Python с открытым исходным кодом. В данной библиотеке реализованы методы разбиения набора данных на обучающий и тестовый, вычисление основных метрик, проведение кросс-валидации и т.д.

Модель реализована на основе следующих технологий:

- StandardScaler – вычисление среднего значения и стандартного отклонения в обучающем наборе;
- K-Folds cross-validator – разбиение данных на несколько сгибов (групп);
- Make_pipeline – конвейер по заданным оценкам;
- Cross_val_score – вычисление перекрестных метрик.

В качестве свойства – входного значения модели использован столбец «CTR». В качестве метки используется выходное значение, которое предсказывает модель – результирующий вектор. Модель ИАД обучалась следующими методами: LogisticRegression (логистическая регрессия), DecisionTreeClassifier (дерево решений), RandomForestClassifier (случайный лес) и MLPClassifier (нейронная сеть).

Сравнительные метрики

Для оценки качества моделей используются метрики, основанные на терминах ошибок классификации – матрица ошибок, представленная в таблице 3.

Таблица 3

Матрица ошибок

	y = 1	y = 0
$y_a = 1$	True Positive (TP)	False Positive (FP)
$y_a = 1$	False Negative (FN)	True Negative (TN)

В таблице 3 y – это истинная метка класса на рассматриваемом объекте, а y_a – ответ алгоритма на объекте. К ошибкам первого рода относят FP и TN, второго – TP и FN. Ошибки первого и второго рода являются взаимно-симметричными.

Для рассматриваемых методов использовались метрики, представленные в таблице 4.

Таблица 4

Метрики качества модели

Метрика	Описание	Формула
Precision	Доля объектов, распознанных как положительный класс, предсказана верно	$\frac{TP}{TP+FP}$
Recall	Доля объектов положительного класса предсказана верно	$\frac{TP}{TP+FN}$
F1-score	Среднее гармоническое меры точности и полноты	$\frac{2 \cdot precision \cdot recall}{precision+recall}$

Метрика точности (precision) может дать смещенную оценку в случае несбалансированных классов, так как не учитывает FN и TN.

Метрика полноты (recall) так же может дать смещенную оценку в случае несбалансированных классов, так как не учитывает FP и TN.

Метрика f-меры (f1-score) позволяет получить более сбалансированную оценку модели, так как представляет собой совместную оценку точности и полноты.

Результаты тестирования модели

Проведено тестирование методов на сформированных данных. Результаты представлены в таблице 4.

Таблица 4

Сравнение методов

Метод	Precision	Recall	F1-score	Время выполнения (секунды)
LogisticRegression	0.370	0.411	0.359	0.453
DecisionTreeClassifier	0.634	0.640	0.617	0.107
RandomForestClassifier	0.718	0.711	0.699	2.190
MLPClassifier	0.611	0.628	0.601	6.167

По времени выполнения алгоритма лучшие показатели у метода DecisionTreeClassifier (дерево решений), однако показатели метрик точности, полноты и f-меры выше у метода RandomForestClassifier (случайный лес).

Заключение

В статье представлена реализация этапов ИАД для рекламных кампаний. Процесс обучения проводился на основе четырех методов: логистическая регрессия, дерево решений, случайный лес и нейронные сети.

Результаты тестирования полученных моделей показали, что для решения задачи улучшения показателей рекламных кампаний наиболее предпочтительно использование метода RandomForestClassifier (случайный лес). Данный метод показал лучшую точность, полноту и f-меру среди тестируемых методов ИАД. Однако необходимо отметить, что в случае критичности такого параметра как «время выполнения», возможно использование метода RandomForestClassifier, так как он показывает незначительно отставание по базовым метрикам, но более чем в двадцать раз опережает RandomForestClassifier по времени выполнения.

Список литературы

1. Shaw, M. J., Subramaniam, C., Tan, G. W., & Welge, M. E. Knowledge management and data mining for marketing // Decision Support Systems. 2001. Vol 31(1), 127–137. doi:10.1016/s0167-9236(00)00123-8.
2. Mitra, Sushmita. Data Mining: Multimedia, Soft Computing, and Bioinformatics / Sushmita Mitra and Tinku Achraya – New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2003.
3. Berry, Michael J. A. Data mining techniques: for marketing, sales, and customer relationship management / Michael J. A. Berry, Gordon Linoff – 2nd ed. – Indiana: Wiley Publishing Inc., 2004.
4. Ханк, Д. Э. Бизнес-прогнозирование. 7-е изд. / Д. Э. Ханк, Д. У. Уичерн, А. Дж. Райте / Пер. с англ. – М.: Издательский дом «Вильямс», 2003.
5. Mangold, Benjamin. Learning Google AdWords and Google Analytics. – Loves Data., 2015.
6. Плас Дж. Вандер. Python для сложных задач: наука о данных и машинное обучение. – Спб.: Питер, 2018.

МЕТОДЫ ШИФРОВАНИЯ

П.Л. Волкова

Южно-Уральский государственный университет

Аннотация. Существует очень много методов шифрования, как новых, так и старых. Я захотела разобраться какие методы, и алгоритмы используются сейчас, где и как часто применяются. И сделать небольшой анализ того, что лучше использовать.

Ключевые слова: шифрование, блочный шифр, ключи.

Во **все** времена люди пытались скрыть ту или иную информацию от других. По мере развития цивилизации информации становилось всё больше, а необходимость её скрывать всё важнее и труднее. Всегда существовала совершенно секретная информация, которая могла бы привести к необратимым последствиям, будь она обнародована. Например, благодаря заранее полученной и в дальнейшем хорошо зашифрованной информации, братьями Ротшильдами о скором поражении Наполеона в Битве при Ватерлоо, помогла им управлять биржей и заработать немалые деньги. И именно одним из братьев была сказана великая фраза: «Кто владеет информацией, тот владеет миром». Тем самым я хотела показать, как важна информация и как важно, её защищать. И поэтому я хочу разобрать, какие шифры были раньше и есть в настоящее время. А самое главное, какие из них самые эффективные.

1) Самый известный шифр – это шифр Цезаря.

Шифр Цезаря строится по следующему алгоритму: каждая буква слова заменяется четвертой (в порядке следования) буквой алфавита. Алгоритм шифрования букв английского языка согласно шифру Цезаря можно представить в следующей таблице:

a bcdefghij kl mnopqr s t uvwxyz

d e f ghij klmnop qr s t uvwxyz abc

Например, при открытом тексте «meet me at central park» с помощью шифра Цезаря получается шифр «phhw ph dw fhqwudo sdun». Шифр Цезаря можно применить и к русскому алфавиту. Можно увидеть, что шифр Цезаря, как и все моноалфавитные шифры легко взламывается и не имеет почти никакого применения на практике. Однако может применяться, как часть другого более сложного шифра, как например Шифр Виженера.

Это был пример шифрования древности. Сегодня же широко используются такие алгоритмы шифрования, как Data Encryption Standard (DES), 3DES (или "тройной DES") и International Data Encryption Algorithm (IDEA). Эти алгоритмы шифруют сообщения блоками по 64 бита.

3) Data Encryption Standard (DES) симметричный алгоритм шифрования, в котором один ключ используется как для шифрования, так и для расшифровывания данных. Блочный симметричный алгоритм DES до сих пор остается распространенным алгоритмом, используемым в системах защиты коммерческой информации.

Алгоритм DES состоит из чередующейся последовательности перестановок и подстановок. Алгоритм DES осуществляет шифрование 64-битных блоков данных с помощью 64-битного ключа, в котором значащими являются 56 бит (остальные 8 бит – проверочные биты для контроля на четность). Процесс шифрования заключается в начальной перестановке битов 64-битного блока, шестнадцати циклах (раундах) шифрования и в конечной перестановке битов.

Расшифрование в DES является операцией, обратной шифрованию, и выполняется путем повторения операций шифрования в обратной последовательности.

До недавнего времени блочный алгоритм DES, имеющий ключ с эффективной длиной 56 бит, считался относительно безопасным алгоритмом шифрования. Он многократно подвергался тщательному криптоанализу в течение 20 лет, и самым практичным способом его взламывания является метод перебора всех возможных значений ключа.

Но с развитием шифрования, развивается и методы взлома, а так как DES имеет огромный минус в малой длине ключа, то этот алгоритм начали улучшать.

4) Triple DES (3DES) – симметричный блочный шифр, созданный на основе алгоритма DES, с целью устранения главного недостатка последнего – малой длины ключа (56 бит), который может быть взломан методом полного перебора ключа. Скорость работы 3DES в 3 раза ниже, чем у DES, но криптостойкость намного выше.

Время, требуемое для криптоанализа 3DES, может быть намного больше, чем время, нужное для вскрытия DES. Существует 2 основных варианта шифрования алгоритмом 3DES: 3-key Triple DES и 2-key Triple DES. Как видно из названия, принципиальное различие этих методов - количество ключей (три и два соответственно). При выполнении шифрования, ключи можно выбрать несколькими способами. Ниже, в порядке понижения криптостойкости, представлены эти способы:

- Все ключи независимы, т.е. разные.
- Ключи, используемые при первом и последнем шифровании одинаковы, второй ключ отличен от них.
- Все ключи одинаковые.

Первый вариант является самым стойким, так как 3 раза повторяет шифрование разными ключами.

Второй вариант менее надежен - длина его ключа лишь 112 бит. Третий вариант имеет такую же криптостойкость, как и сам DES - длина ключа 56 бит. Кроме того, при использовании алгоритма EDE3, имея одинаковые ключи, шаги шифрования и дешифрования сводят друг друга на нет. 3DES с тремя ключами реализован во многих приложениях, ориентированных на работу с Интернет, в том числе в PGP и S/mime. Тройной DES является довольно популярной альтернативой DES

Несмотря на то, что специалисты утверждают о том, что алгоритм 3DES-EDE с тремя различными ключами останется надежным до 2030 года, 3DES понемногу уходит: на смену ему приходит новый алгоритм AES Rijndael. Rijndael, реализованный программно, работает в шесть раз быстрее. Поэтому 3DES больше подходит для аппаратных реализаций.

5) Алгоритм AES (Advanced Encryption Standard), также известный как Rijndael – симметричный алгоритм блочного шифрования – шифрует сообщения блоками по 128 бит, использует ключ 128/192/256 бит.

Шифрование с помощью секретного ключа часто используется для поддержки конфиденциальности данных и очень эффективно реализуется с помощью неизменяемых "вшитых" программ (firmware). Этот метод можно использовать для аутентификации и поддержания целостности данных.

Алгоритм AES представляет блок данных в виде двумерного байтового массива размером 4x4. Все операции производятся над отдельными байтами массива, а также над независимыми столбцами и строками. Данный алгоритм принят в качестве стандарта и набирает очень большую популярность.

Таблица 1

Статистика применения представленных алгоритмов шифрования.

Алгоритм шифрования	Применение
Шифр Цезаря	Используется в образовательных целях в Visual Studio, PyCharm и др.
Data Encryption Standard (DES)	Используется в системах защиты коммерческой информации. Используется для эмиссии и обработки кредитных карт VISA, EuroPay и прочие.
Triple DES (3DES)	3DES с тремя ключами реализован во многих приложениях, ориентированных на работу с Интернет, в том числе в PGP и S/mime.
AES (Advanced Encryption Standard)	Используется в WI-FI, WinRAR, PGP.

Выбор технологии

Конечно же, здесь представлены не все виды шифрования, а только несколько. И если выбирать среди тех, которые, что я описала для скрытия своей информации от ненужных глаз, то лучше всего подходит Triple DES (3DES), так как он учитывает ошибки прошлой версии и он уже проверен на опыте. Хоть и рекомендуют использовать AES, я считаю, что лучше использовать что-то проверенное и удовлетворяющее уровню криптостойкости.

Заключение

Методы шифрования разнообразны и отличны друг от друга. Чтобы мудро сделать выбор относительно методов шифрования, нужно оценивать какую информацию нужно зашифровать, все риски выбора того или иного метода. Выбор надо делать исходя из целесообразности вложенных ресурсов, в том числе и времени.

Список литературы

1. Открытый урок 1 сентября : [Электронный ресурс].URL: https://urok.1sept.ru/статьи/636966/.
2. Платформа для публикаций Pandia.ru. [Электронный ресурс]. URL: https://pandia.ru/text/78/222/22223.php/ .
3. Социальная сеть работников образования nsportal.ru [Электронный ресурс]. URL: https://nsportal.ru/vuz/tekhnicheskie-nauki/library/2015/02/01/osnovy-kriptografii/.
4. Криптография. [Электронный ресурс]URL: https://www.sites.google.com/site/kriptografics/sifr-vizenera/ .
5. Национальная библиотека им. Н. Э. Баумана. [Электронный ресурс] URL: https://.bmstu.wiki/Блочный_шифр/ .
6. Национальный Открытый Университет «ИНТУИТ» [Электронный ресурс] URL: https://www.intuit.ru/ .

МЕТОД ОБНАРУЖЕНИЯ ПОСТОРОННИХ ЗВУКОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ НЕЙРОННЫХ СЕТЕЙ

С.Д. Гречков, Н.В. Размочаева, Д.М. Клионский

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данной статье представлено исследование различных способов представления аудио-сигналов, а также описан метод для поиска побочных звуковых веток в аудио данных. Для их обнаружения используется визуальное представление сигнала в виде спектрограммы, анализ которой помогает в создании карт сегментации шумовых фрагментов. Исследованы различные подходы к обработке сигналов, среди которых лидирующую позицию по различным критериям занимают искусственные нейронные сети, а в особенности свёрточные нейронные сети. В итоге проведенных исследований был разработан тип и предложена архитектура нейронной сети, которая решает поставленную задачу. В дополнение к этому представлено описание тренировочных наборов данных для последующего использования при проведении экспериментов с искусственной нейронной сетью.

Ключевые слова: нейросетевые технологии, аудиосигнал, обработка звука, определение шума, свёрточные нейронные сети, U-Net.

Введение

Микрофон, с помощью которого происходит запись информации устроен так, что он захватывает все колебания из окружающей среды. В следствие чего при записи в неизолированном месте на записи могут присутствовать сигналы от разных источников, присутствие которых может ухудшить общее качество записи. Для борьбы с данной проблемой применяются различные технологии, например, технология активного шумоподавления. Тем не менее дешёвые микрофоны не могут обеспечить достойное качество записи, в следствие чего на ней появляются разные фоны и шумы. В таком случае имеет смысл удалить нежелательные фрагменты на этапе пост-обработки записи.

Поиск и классификация звуков на “полезные” и “лишние” и ручная разметка тайм-лайнов занимает достаточно много времени, что ставит вопрос об актуальности автоматизации поиска и удаления посторонних звуков из записи. В данной статье рассмотрен метод по автоматической разметке исходного аудио файла и создании карт сегментации звуков по классам с использованием технологий свёрточных нейронных сетей.

Проведем классифиакцию задач. Свёрточные нейронные сети (СНС) зарекомендовали себя в задачах, которые в большинстве случаев связаны с обработкой изображений. В основном, все задачи по обработке изображений можно разделить на четыре большие категории:

Классификация – классификация изображения по типу объекта, которое оно содержит.

Семантическая сегментация – определение всех пикселей объектов определённого класса или фона на изображении.

Обнаружение объекта – обнаружение всех объектов указанных классов и определение охватывающей рамки для каждого из них.

Сегментация экземпляра – определение пикселей, принадлежащих каждому объекту каждого класса по отдельности.

Идея нашего решения состоит в том, чтобы проанализировать визуальное представление сигнала и получить координаты (время и частоты), иными словами можно

свести поставленную задачу к задаче обнаружения объектов, относящихся к классу “шум”.

Как было сказано выше, для анализа будет использоваться визуальное представление звука. Таким образом наше решение будет использовать все имеющиеся преимущества СНС, а также опыты других решений. Рассмотрим два наиболее популярных варианта представления: волновую форму и спектрограмму.

Волновая форма (или аудио-форма, представленная на рис. 1) — визуальное представление звукового сигнала во времени. Волновая форма отображает изменение амплитуды во времени, вследствие чего отлично подходит для определения моментов активации звука и моментов его затухания. Недостаток данного представления заключается в том, что звук не распределён по частотам, поэтому данный вариант представления не подходит для наших целей.

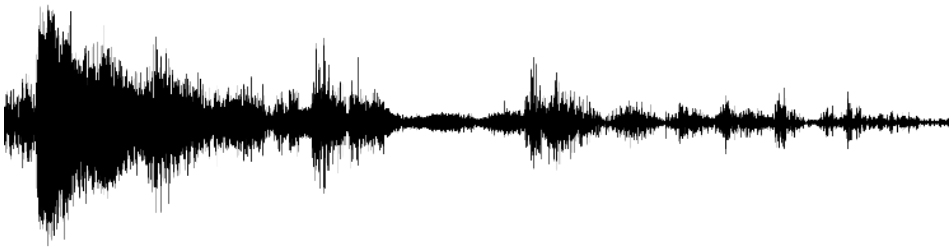


Рис. 1. Волновая форма аудио сигнала

Не менее популярным способом визуального представления аудио сигнала является спектрограмма. Спектрограмма представляет собой зависимость спектральной плотности мощности сигнала по времени. Одно из возможных представлений спектрограммы — двумерная диаграмма (см. рис. 2), где на горизонтальной оси отложены временные отсчеты, а по вертикальной оси — значения частоты. Для измерения амплитуды на определённой частоте в определённый момент времени используется определенный цвет. Данный вариант визуализации сигнала является оптимальным для наших целей, так как полагаясь на интенсивность и продолжительность фрагмента сигнала можно определить класс (шум/ не шум), к которому он относится.

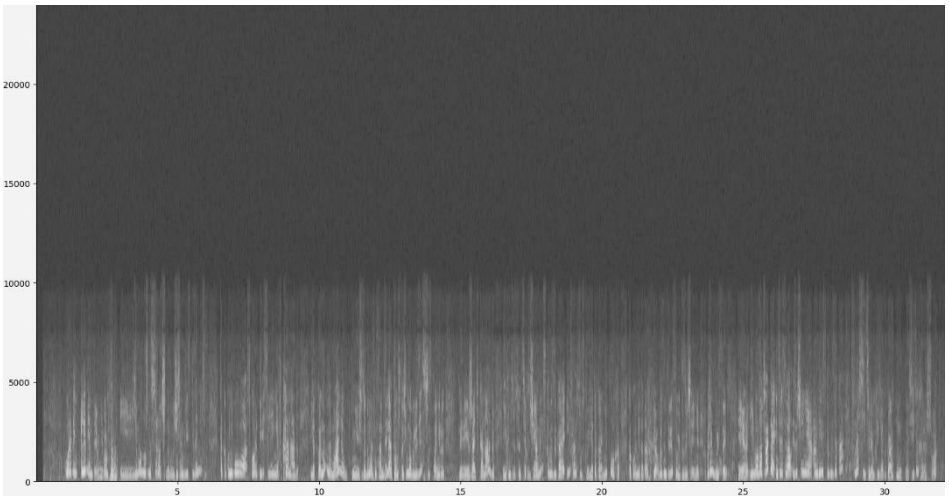


Рис.2. Спектрограмма

Перейдем к рассмотрению методов обнаружения посторонних звуков в аудио сигналах с использованием методов обработки изображений.

Метод обнаружения посторонних звуков

Так как нейросеть будет работать непосредственно только со спектрограммой, то необходимо произвести операции для формирования данных, передаваемых для входного слоя сети. После анализа изображения из выходного слоя сети будет получена карта сегментации (битовая маска голоса). Перемножив поэлементно полученную маску с исходным сигналам (после преобразование Фурье) получим представление нового спектра, из которого сигнал будет восстановлен с помощью обратного преобразования.

Таким образом, имеем следующие шаги алгоритма для формирования данных, пригодных к анализу свёрочной нейронной сетью:

- Провести преобразования Фурье над исходным сигналом.
- Провести анализ построенной спектрограммы.
- Перемножить полученную маску со спектром.
- Выполнить обратное преобразование для получения сигнала.

После того, как описаны базовые принципы, перейдём к архитектуре нейронной сети и к тестовому набору.

Тренировочный набор играет важную роль в успехе реализации предложенной идеи, когда речь касается нейронных сетей. От того, насколько удачно подобраны данные и насколько точно они моделируют реальную ситуацию, зависит точность работы нейронной сети после обучения.

Для данной задачи было принято решение разбить входящий сигнал на два класса:

7. “Голос” – класс, характеризующий пару “частота” - “время”, на которой присутствует голос говорящего.
8. “Фон” – всё, что не подходит под определение класса “голос”

Разделение на несколько классов позволяет разделить обучающий набор на сигналы определённых типов, что позволяет обучить нейросеть охватывать большее количество ситуаций.

Чтобы получить тренировочный набор, было принято решение собрать коллекцию записей голоса людей с разным тембром. Полученные данные были разбиты на короткие участки длительностью не больше 10 секунд, после чего размечены вручную. Таким образом, удалось получить достаточно точные голосовые маски, которые достаточно близко совпадают с живой речью.

После того, как были получена эталонные значения, была выполнена подготовка набора данных, эмулирующих аудио-сигналы близкие к реальным. Чтобы формировать такой набор была скачена открытая библиотека шумов. С помощью написанной программы шумы вставлялись в случайное место в запись чистого голоса, после чего изменённый аудиофайл разделялся по образу, описанному выше, и ему сопоставлялся эталонный вариант этого участка. Так как из-за временных ограничений и сложности в сборе и обработке данных было собрано небольшое количество уникальных образцов, архитектура сети для обучения должна быть хорошо обучаема на малом количестве данных.

После обзора существующих стандартных архитектур СНС была выбрана архитектура U-Net. Данная архитектура была выбрана ввиду наличия в ней очень важных качеств:

- быстрая скорость работы;
- обучаемость на малом наборе исходных данных.

U-Net зарекомендовала себя как хороший инструмент для сегментации области по классам. Её структура (см. рис. 3) состоит из стягивающего пути, необходимого для захвата контекста, и симметрично расширяющегося пути, который позволяет осуществить точную локализацию. Обучается сеть сквозным способом.

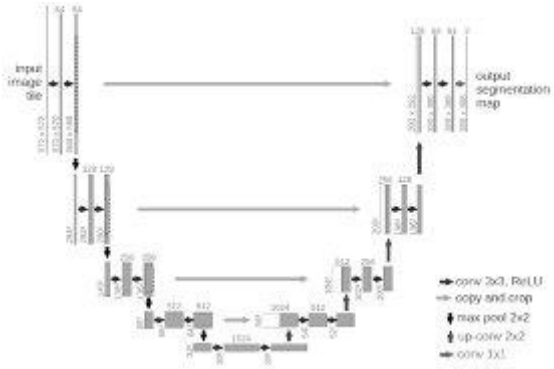


Рис.3. Структура сети U-net

Рассмотрим архитектуру подробнее. Сужающий путь состоит из повторного применения двух свёрток 3×3, за которыми следуют функция активации ReLU и операция максимального объединения степени 2 (2×2) для понижения разрешения. Каждый этап понижающей дискретизации удваивает каналы свойств. Каждый шаг в расширяющем пути состоит из операции повышающей дискретизацию карты свойств, после которых происходит выполнение:

Свертки 2×2, уменьшающей количество каналов свойств.

Объединение с соответствующим образом обрезанной картой свойств из стягивающего пути.

Пара свёрток 3×3, после которых выполняется функция ReLU.

На последнем этапе используется свертка 1×1, которая сопоставляет каждый вектор свойств с желаемым количеством классов.

Функция активации ReLU, которая упоминалась выше, имеет следующий вид: $f(x) = max(0, x)$. Данная функция возвращает значение x, если x положительно и 0 в противоположном случае. Важным достоинством данной функции является то, что она делает активацию сети разряженной, что положительным образом сказывается на быстродействие всей системы.

В заключение можно сказать, что, основываясь на теоретических данных, описанных в данной статье, можно предположить, что с помощью нейронной сети можно обнаружить большинство посторонних шумов, которые встречаются в записях в неизолированных помещениях наиболее часто. Данный метод имеет ряд недостатков, заключающийся в сложности подготовки обучающего набора.

Список литературы

1. Olaf Ronneberger, Philipp Fischer, Thomas Brox, "U-Net: Convolutional Networks for Biomedical Image Segmentation"
2. Sakshi Indolia, Anil Kumar Goswami, S.P. Mishra, Pooja Asopa, "Conceptual Understanding of Convolutional Neural Network- A Deep Learning Approach"
3. Tianyi Liu, Shuangsang Fang, Yuehui Zhao, Peng Wang, Jun Zhang "Implementation of Training Convolutional Neural Networks",
4. Harshall Lamba " Understanding Semantic Segmentation with UNET"
5. Heet Sankesara, "UNet Introducing Symmetry in Segmentation

РАЗРАБОТКА ПРИЛОЖЕНИЯ ДЛЯ 3D МОДЕЛИРОВАНИЯ В VR ПРИ ПОМОЩИ HAND TRACKING

Т.В. Герасимова, А.С. Кузьмина

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данном докладе исследована проблема взаимодействия человека и компьютера в процессе 3D моделирования. В ходе исследования были рассмотрены технологии, позволяющие человеку работать с 3D моделью при помощи жестов рук, и был сделан вывод о том, что в большой степени на качество этих технологий влияет используемое устройство для распознавания жестов.

Основное внимание в данной работе уделялось интеграции Leap Motion и Unity. В статье рассматривались такие нюансы, как преобразование пространственных координат контроллера в координаты Unity, проблема некорректной интерпретации пользовательского ввода при использовании похожих жестов для разных задач, калибровка точности жестов и позиций рук.

Ключевые слова: 3D моделирование, hand tracking, Leap Motion, распознавание жестов.

Введение

В настоящее время активно развивается проектирование объектов в цифровом трехмерном пространстве — 3D моделирование. Одной из проблем в этой области является процесс взаимодействия человека и машины. Несмотря на то, что в повседневной жизни для взаимодействия с окружающим миром в большинстве случаев используются руки, при работе с 3D-моделирующими приложениями человек вынужден использовать стандартные устройства ввода. В связи с этим у начинающих пользователей приложений для 3D моделирования возникают сложности с понятием пользовательского интерфейса.

Из вышесказанного возникает идея управлять 3D моделирующими приложениями исключительно при помощи жестов, что задает цель данной работы: разработать приложение для 3D моделирования в VR при помощи hand tracking.

Для реализации поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- исследовать существующие решения по 3D моделированию при помощи hand tracking;
- реализовать свое приложение для 3D моделирования при помощи hand tracking.

Предметом исследования 3D моделирования в VR при помощи hand tracking в данной статье является интеграция Unity и Leap Motion [1] для разработки приложения.

Обзор существующих решений

Для обзора существующих решений были выбраны технологии, позволяющие моделировать виртуальные 3D объекты, опираясь на движения рук и пальцев в пространстве и жесты. Основные требования к функционалу рассматриваемых аналогов включают возможность изменять положение модели в пространстве и ее форму.

1. Первая технология была предложена Хироаки Нишино в 1998 году - 3D моделирование объектов с использованием пространственных и пиктографических жестов [2]. Для ее использования необходимы бимануальные жестовые перчатки, очки с затвором и 200-дюймовый стереоскопический экран.

2. В 2001 году Стивеном Школьном была предложена еще одна технология - рисование органических поверхностей в воздухе с помощью рук [3]. При помощи

магнитного инструмента, прикрепленного к рукам, пользователь может рисовать поверхности в воздухе над «отзывчивым» рабочим столом.

3. Кевин Т. Макдоннелл и Влодарчик в 2001 году разработали систему моделирования, которая позволяет деформировать упругую виртуальную глину, используя тактильный инструмент взаимодействия [4]. Пользовательский интерфейс состоит из тактильного устройства PHANToM, стандартной 2D-мыши и экранных элементов управления графическим интерфейсом.

4. Цзя Шэн в 2006 году предложил интерфейс для виртуального трехмерного моделирования с использованием губки [5]. Данное приложение способно манипулировать 3D-моделями, используя губку в качестве инструмента. Основа – отслеживание пассивных маркеров на пальцах и губке при помощи камер.

5. Freeform 3 - приложение, разработанное для использования с Leap Motion (небольшое устройство длиной менее 8 см, представляющее собой оптическую систему слежения на основе стереозрения) [6]. В данном приложении пользователи могут использовать свой палец в качестве инструмента для изменения формы 3D модели.

Сравнение рассмотренных аналогов представлено в таблице 1.

Таблица 1

Сравнение существующих решений

Критерии	Аналог 1	Аналог 2	Аналог 3	Аналог 4	Аналог 5
необходимость работать с контекстным меню для смены режимов работы (снижение уровня погружения в VR)	-	-	+	-	+
манипулирование дополнительными устройствами (снижение свободы движений)	+	+	+	+	-
доступность/цена необходимых устройств	-	-	+/2400$	-	+/90$
погрешность распознавания положения	2,54 см	0,4 см	0,26 см	0,02 см	0,012 см

Приложение Free Form показывает лучшие результаты среди рассмотренных аналогов. При разработке приложения необходимо взять лучшие стороны от данного приложения (использовать контроллер Leap Motion, так как критерии 2-4 полностью обусловлены отслеживающим устройством), но избежать необходимости работать с контекстным меню: всю работу выполнять только при помощи специальных жестов.

Используемые технологии

Контроллер Leap Motion имеет интеграцию с двумя средами разработки: Unity3d и Unreal. Было решено использовать Unity3d, т.к. в разрабатываемом приложении нет необходимости использовать высококачественные графические эффекты и лучше избегать высокой вычислительной мощности, требуемой Unreal.

Для интеграции Leap Motion и Unity в программе используется ресурс Leap Motion Core Assets [7]. Он позволяет проекту Unity получать данные из фреймов, в которых Leap Motion API хранит атрибуты для рук, пальцев, костей и суставов пользователя. Эти данные используются для интерпретации пользовательского ввода.

В качестве языка разработки был выбран C#, так как он поддерживает Leap Motion Core Assets.

Сценарий использования

Рассмотрим работу приложения с точки зрения пользователя.

После запуска приложения перед пользователем возникает сцена со сферой в центре (объект взаимодействия). Для начала работы пользователю необходимо поместить руки над подключенным контроллером Leap Motion на высоте около 15 см – на экране появится изображение рук.

Рассмотрим взаимодействия пользователя с моделью в виртуальном пространстве.

1. Изменение формы. Необходимо поднести к поверхности объекта правую руку, соединить указательный и большой пальцы и перемещать руку в пространстве в то положение, в котором должна оказаться выбранная точка для деформации сетки объекта.

2. Масштабирование. Необходимо поместить обе руки в область видимости контроллера, сжать их в кулаки, и уменьшать/увеличивать расстояние между ними по оси X, чтобы уменьшить/увеличить объект.

3. Перемещение. Необходимо поместить левую руку в центр объекта, сжать ее в кулак и перемещать руку в пространстве. Модель будет перемещаться вместе с рукой.

4. Вращение. Необходимо соединить указательный и большой пальцы левой руки и перемещать их в пространстве. Процесс вращения модели происходит аналогично вращению глобуса, только не вокруг оси, а вокруг центральной точки объекта.

На рис. 1 приведен начальный экран приложения и экран приложения после пользовательских манипуляций над моделью.

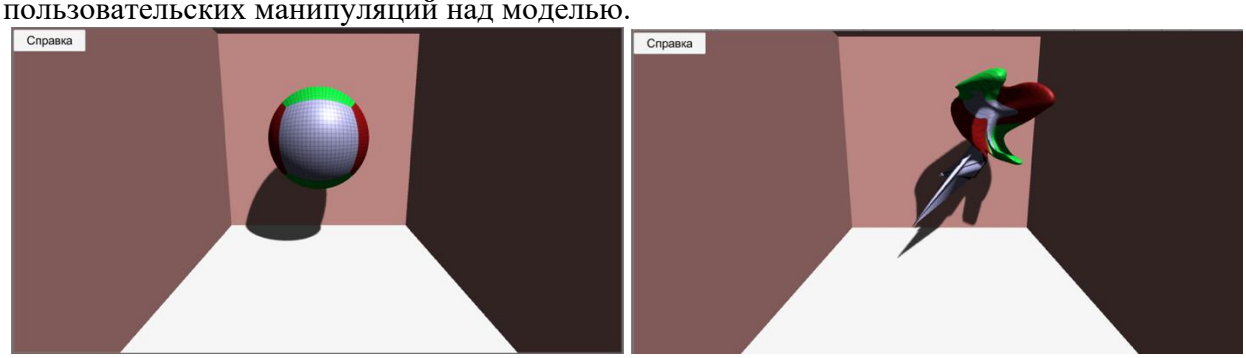


Рис. 1. Экран приложения (а) после запуска (б) после взаимодействия

Особенности интеграции Leap Motion и Unity

1. Координаты.

При разработке приложения было обнаружено, что системы координат Leap Motion и Unity не совпадают. Это связано с тем, что контроллер предоставляет координаты в миллиметрах реального мира, а не в системе отсчета Unity.

Для перевода координат с фрейма Leap Motion в систему координат Unity было решено использовать объект InteractionBox. Он представляет собой прямоугольную призму и предоставляет нормализованные координаты для рук и пальцев при помощи метода NormalizePoint(Vector position) [16]. Метод преобразует координаты Leap Motion в координаты в диапазоне [0; 1], так, что минимальное значение InteractionBox отображается на 0, а максимальное значение InteractionBox отображается на 1. После этого координаты необходимо «растянуть» на всю ширину объекта InteractionBox.

Последним шагом для приведения координат Leap Motion к координатам Unity является отражение оси z, т.е. домножение всех z-координат на -1. Это связано с тем, что в контроллере используется правосторонняя система координат, а в Unity - левосторонняя.

2. Выбор жестов.

При разработке приложения большое внимание уделялось тому, чтобы жесты пользователя для разных взаимодействий не могли перепутаться и при этом оставались интуитивно понятными. Для этого было решено использовать ввод левой рукой, правой рукой и обеими руками четко разделенным. Для этого при каждом обновлении фрейма контроллера выполняется проверка, приведенная в коде ниже:

```
if (frame.Hands.Count == 2)
//масштабирование объекта
else{
if(frame.Hands[0].IsRight)
//деформация формы
if(frame.Hands[0].IsLeft)
//перемещение либо вращение объекта, в зависимости от выполненного жеста
}
```

3. Учет погрешностей пользователя.

При захвате пользователем точки на объекте для деформации модели сложно достигнуть того, чтобы координаты пальцев пользователя полностью совпадали с точкой, т.к. для этого точность движений пользователя должна составлять доли миллиметра. Было решено использовать допустимые границы, определяющие близость расстояния пальцев пользователя до поверхности объекта.

Аналогичная ситуация с самим распознаванием жестов сведения большого и указательного пальцев и распознаванием жеста сжатия руки в кулак. Для проверки выполнения этих жестов вызываются методы PinchStrength() [16] и GrabStrength() [16], которые возвращают число из диапазона [0; 1], где 0 означает, что проверяемый жест не выполнен пользователем, а 1 означает, что с вероятностью 1 пользователь выполнил проверяемый жест. Нижняя граница, при которой жест пользователя “засчитывается”, была установлена в 0.8.

Заключение

В статье проведено сравнение различных технологий для 3D моделирования в VR при помощи hand tracking и предложен способ реализации нового приложения, обладающего всеми преимуществами рассмотренных технологий. Были предложены решения для некоторых проблем в области интеграции Leap Motion и Unity.

Список литературы

1. Leap Motion [Электронный ресурс] // URL: https://leapmotion.com/ (дата обращения: 15.01.20)
2. Hiroaki Nishino, Kouichi Utsumiya, K. K. (1998). 3d object modeling using spatial and pictographic gestures. VRST.
3. Steven Schkolne, Michael Pruett, P. S. (2001). Surface drawing: Creating organic 3d shapes with the hand and tangible tools. CHI.
4. Kevin T. McDonnell, H. Q. and Wlodarczyk, R. A. (2001). Virtual clay: A real-time sculpting system with haptic toolkits.
5. Jia Sheng, Ravin Balakrishnan, K. S. (2006). An interface for virtual 3d sculpting via physical proxy.
6. Sculpting [Электронный ресурс] // https://gallery.leapmotion.com/sculpting/ (дата обращения: 15.01.20)
7. Leap Motion/Developer [Электронный ресурс] // https://developer-archive.leapmotion.com/documentation/v2/unity/index.html/ (дата обращения: 15.01.20)

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ДИСТАНЦИОННЫХ КУРСОВ ПО ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКЕ СИГНАЛОВ НА PYTHON

Г.О. Медведев, Н.В. Размочаева, Д.М. Клионский

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И.Ульянова (Ленина)

Аннотация. В статье проведен анализ существующих дистанционных курсов для изучения цифровой обработки сигналов. Проведено сравнение дистанционных курсов между собой, на основании которого выявлены преимущества и недостатки. Данный анализ позволил определить общую специфику дистанционных курсов для изучения цифровой обработки сигналов. Среди недостатков курсов было выявлено, что преимущественно все они имеют ограниченный доступ, используют лицензированное ПО для решения практических задач. Все курсы различны по своей структуре, на основе пересечения оглавлений курсов будет построен проект собственного курса. Полученные результаты исследования будут использованы для составления системных и функциональных требований к разрабатываемому дистанционному курсу. Результаты проведенной работы послужат основой для проектирования собственного курса.

Ключевые слова: цифровая обработка сигналов, сравнительный анализ, дистанционный курс, образование

I. Введение

Образование сегодня позволяет создавать системы массового непрерывного самообучения, обладающие об-щей коммуникацией независимо от территориального положения обучающихся и разницы во времени. Меняется стратегия образования, при которой возрастает использование информационных технологий, становящихся основными производительными силами. Появление дистанционных курсов приводит к популяризации и развитию различных дисциплин.

Существующие дистанционные курсы по цифровой обработке сигналов направлены на предоставление обучающимся базовых знаний в данной области. Однако между ними возникают различия в языке преподавания, учебных планах, программных комплексах. Поэтому анализ курсов, поиск наилучшего среди них, а также поиск проблем, связанных с ними, играют важную роль для образования.

Целью данного исследования является проведение анализа дистанционных курсов по изучению цифровой обработки сигналов. Проблемой настоящей работы является формирование требований для разработки дистанционного курса по изучению цифровой обработки сигналов. Объектом, рассматриваемым в данной статье, являются дистанционные курсы по изучению цифровой обработки сигналов. В качестве предмета исследования рассматриваются характеристики и инструментарии дистанционных курсов по изучению цифровой обработки сигналов. Для достижения цели, описанной выше, необходимо выполнить следующие задачи:

1) Собрать информацию о существующих дистанционных курсах по цифровой обработке сигналов.

2) Выявить преимущества и недостатки существующих дистанционных курсов по изучению цифровой об-работки сигналов.

3) Осуществить сравнение дистанционных курсов.

4) Определить набор требований для реализации дистанционного курса по изучению цифровой обработки сигналов.

II. Предметная область, сравнение аналогов

Спрос на дистанционное обучение растет. Данная тенденция вызвана тем, что с увеличением количества задач и дел для выполнения, время, отведенное на это, уменьшается. Поэтому во избежание других временных затрат человеку необходимо находить альтернативы классическому обучению. В частности, глубокое понимание основ цифровой обработки сигналов необходимо тем, чья трудовая деятельность связана с обработкой сигналов в различных прикладных областях, например, гидроакустике.

В настоящее время существует большое количество курсов для дистанционного обучения по цифровой обработке сигналов, но при выборе какого-то конкретного из них следует определить для себя требования к курсу, чтобы получить от него действительную пользу и актуальные знания.

Рассмотрим уже существующие дистанционные курсы по цифровой обработке сигналов. Для проведения обзора курсов будем основываться на следующих критериях:

1. «Количество недель» – время в неделях, в течение которых распределен курс. Данный критерий необходим при рассмотрении курса, так как обучающемуся необходимо понимать, какое время необходимо будет отвести на изучение материала;
2. «Количество практических упражнений» – критерий помогает определить количество практических упражнений, которые решаются при изучении курса;
3. «Цена», критерий отвечает за статус курса с точки зрения оплаты (бесплатный/платный);
4. «Доступ», за данным критерием находится ин-формация о возможности свободного/закрытого доступа к курсу.

В ходе исследования предметной области были найдены курсы, описание которых представлено далее.

Курс “Digital Signal Processing (DSP) From Ground Up™ in Python” [1], разработанный выпускником Имперского колледжа Лондона, содержит материалы на английском языке и ориентирован в большей степени на иностранных граждан. Стоимость данного курса указана в размере 799 руб., доступ к нему предоставляется после приобретения. Данный курс содержит практические задания, которые выполняются на языке программирования Python.

Курс “Digital Signal Processing (DSP) From Ground Up™ with MATLAB” [2], созданный тем же автором, что и курс, описанный выше. Стоимость данного курса так же составляет 799 руб. Однако между ними существует разница в том, что данный курс представлен в уменьшенной форме и языком программирования в нем является MATLAB.

Курс “Цифровая обработка сигналов Часть 1. Сигналы и системы дискретного времени” [3] разработан Санкт-Петербургским государственным электротехническим университетом «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова при поддержке Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого. Языком данного курса является русский. Язык программирования - MATLAB. Курс является бес-платным, однако доступ к некоторым элементам становится открытым после его приобретения.

Курс “Основы цифровой обработки сигналов” [4] создан Уральским федеральным университетом имени первого Президента России Б.Н.Ельцина. Курс читается на русском языке, доступ к курсу бесплатный, однако блоки с материалами открываются в

определенные даты, что делает изучение курса ограниченным. Также в данном курсе не рассматриваются решения практических задач с использованием какого-либо языка программирования, правда, после изучения теории предусмотрены тестовые вопросы.

Курс “Основы цифровой обработки сигналов” [5] создан Санкт-Петербургским государственным электротехническим университетом «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова. Материалы курса преподаются на русском языке, в качестве языка программирования выбран Octave, схожий с MATLAB, курс бесплатный, но запись на него ограничена и на момент написания статьи (осень 2019) закрыта.

Курс “Digital Signal Processing” [6] разработан Федеральной политехнической школой Лозанны. Материал преподается на английском языке, в качестве языка программирования выбран Python. Курс находится в бес-платном доступе.

Во всех дистанционных курсах, описанных выше, помимо теоретических блоков представлены блоки с практической частью, в частности лабораторные работы, тестовые вопросы.

При рассмотрении курсов выяснилось, что курсы [1] и [2] платные, что говорит о закрытом доступе к курсу, курс [3] содержит в себе только тренировочные задачи, которые не оцениваются, для получения балла за выполнение теста необходимо произвести оплату по курсу, однако его из рассмотрения убирать не будем. Обратимся к бесплатным курсам, чтобы подготовиться к разработке проекта собственного курса по цифровой обработке сигналов. Сравнительный анализ данных курсов представлен в табл1.

Таблица 1

Характеристики бесплатных дистанционных курсов для изучения цифровой обработки сигналов

№	Название	Url	Количество недель	Количество практических упражнений	Цена	Доступ
1	Цифровая обработка сигналов Часть 1. Сигналы и системы дискретного времени	[3]	8	7 тренировочных тестов, 7 оцениваемых тестов, 2 лабораторные работы, 1 итоговая аттестация	Бесплатный, однако оцениваемые тесты платные	Запись, затем получение материала
2	Основы цифровой обработки сигналов	[4]	16	16 тестовых заданий, 1 итоговая работа	Бесплатный	Запись в течение некоторого периода времени
3	Основы цифровой обработки сигналов	[5]	15	13 тестовых заданий, 4 лабораторные работы, 2 экзаменационные аттестации	Бесплатный	Запись закрыта
4	Digital Signal Processing	[6]	8	7 тестовых заданий, 7 практических задач	Бесплатный	Запись в течение некоторого периода времени

Также немаловажным аспектом при выборе курса является язык, на котором преподается материал. Знание иностранного языка накладывает некоторые трудности на изучение цифровой обработки сигналов помимо материалов курсов.

Далее примем во внимание язык программирования, который используется в курсах. Стоит учитывать тот факт, что язык MATLAB, как и весь программный пакет MATLAB, ограничены в распространении в связи с необходимостью приобретать лицензию. Данный факт ограничивает прикладные возможности знаний, получаемых с помощью соответствующих курсов, а также затрудняет прохождение самих курсов. Напротив, язык программирования Python находится в открытом доступе, легок в освоении, имеет большое покрытие в научно-технической области, и, что наиболее важно, имеет широчайшие границы применения. Дополнительное преимущество Python заключается еще и в том, что с его помощью можно не только осваивать цифровую обработку сигналов, но еще и разрабатывать дистанционный курс. Поэтому для нивелирования проблем с программированием при изучении цифровой обработки сигналов стоит остановиться на языке Python.

III. Формирование структуры курса

Рассмотрим структуры описанных ранее курсов.

Курс [3] состоит из модулей, распределенных по 8-ми неделям с суммарным временем прохождения в 36 часов. Каждый модуль содержит некоторое число блоков, содержащих материал по определенным темам.

После теоретического материала в модулях содержатся практические задачи, закрепляющие полученные знания. Всего предусмотрено 7 тренировочных и 7 оцениваемых тестов, а также 2 лабораторные работы и 1 итоговая аттестация.

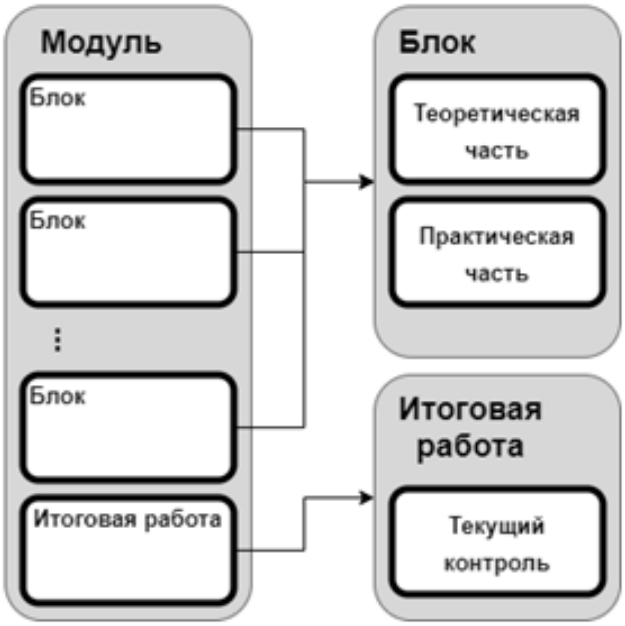


Рис. 1. Структура модуля

Курс [4] состоит из четырех разделов, однако они открываются только в определенный момент, на странице курса представлен график открытия разделов. Весь теоретический материал сопровождается блоками тестов, состоящих из вопроса и нескольких вариантов ответа. В курсе насчитывается 16 таких тестов и 1 итоговое работа в конце.

Курс [5] содержит теоретический материал, распределенный по модулям с 1-ой по 6-ую и с 8-ой по 14-ую недели включительно, каждый из которых завершается тестовым за-

данием. Также в курсе предусмотрены 4 лабораторные работы и 2 экзаменационные аттестации по пройденным темам в течение 7-ой и 15-ой недель.

Структура курса [6] схожа со структурой курса [3], однако количество практических задач и тестов здесь равно 7.

Итак, исходя из вышеописанного, можно сделать вывод, что состав дистанционного курса должен включать: теоретический материал в форме видеолекций или текстового конспекта, практические задачи, направленные на закрепление полученных знаний в блоке, а также итоговую работу, связанную с материалом, представленным во всем модуле.

Структура модуля дистанционного курса представлена на рис. 1.

Совокупность отдельных модулей, посвященных конкретным темам, будет составлять полную структуру дистанционного курса.

IV. Заключение

При выполнении исследования был проведен сравнительный анализ дистанционных курсов по изучению цифровой обработки сигналов. Удалось собрать и структурировать материал по существующим курсам.

Были выявлены их преимущества такие, как: учебный материал на русском языке, открытый доступ к курсу. В качестве языка программирования был выбран Python. Также были определены недостатки, следствие которых значительно сокращает область применения курсов. К таким недостаткам можно отнести: платную подписку, ограниченный по времени доступ, ориентированность на иностранных граждан.

Была проведена детализация группы дистанционных курсов по изучению цифровой обработки сигналов в меньшую группу по критерию “Стоимость” для дальнейшего сравнения структур курсов.

В качестве набора требований для реализации курса по изучению цифровой обработки сигналов можно выделить: русский язык, язык программирования Python, отсутствие платы за курс, свободный доступ в удобное время, наличие практических задач.

На основе этих требований в будущем будет разработан проект собственного дистанционного курса по изучению цифровой обработки сигналов.

Список литературы

1. Digital Signal Processing (DSP) From Ground Up™ in Python. URL:https://www.udemy.com/course/python-dsp/?persist_locale=&locale=ru_RU (дата обращения: 28.11.2019)
2. Digital Signal Processing (DSP) From Ground Up™ with MATLAB. URL:https://www.udemy.com/course/matlab_dsp/?persist_locale=&locale=ru_RU (дата обращения: 28.11.2019)
3. Цифровая обработка сигналов Часть 1. Сигналы и системы дискретного времени. URL: https://www.coursera.org/learn/cifrovaya-obrabotka-signalov-chast1 (дата обращения: 28.11.2019)
4. Основы цифровой обработки сигналов. URL: https://openedu.ru/course/urfu/SIGPROC/ (дата обращения: 28.11.2019)
5. Основы цифровой обработки сигналов. URL: https://openedu.ru/course/eltech/DSP/ (дата обращения: 28.11.2019)
6. Digital Signal Processing. URL: https://www.coursera.org/learn/dsp (дата обращения: 28.11.2019)

ИССЛЕДОВАНИЕ КОНТРОЛИРУЕМЫХ АЛГОРИТМОВ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧИ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ ДИНАМИКИ РОЗНИЧНОЙ ТОРГОВЛИ

Е.С. Охримук, Н.В. Размочаева

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В настоящей работе были изучены различные методы машинного обучения для прогнозирования динамики розничной торговли. Основная цель данной статьи – составление списка требований к разработке собственного алгоритма (или системы алгоритмов), основанного на методах машинного обучения. Рассмотрены основные подходы и практические примеры использования машинного обучения для решения задачи прогнозирования динамики розничной торговли. Выявлены преимущества использования различных методов машинного обучения, такие как вариативность параметров, доступность, точность и другие. Выделен ряд метрик качества, которые используются для оценки качества рассмотренных алгоритмов. Сформулирован перечень требований для реализации собственного алгоритма, который будет представлять собой систему из совокупности рассмотренных алгоритмов, показавших высокие результаты.

Ключевые слова: машинное обучение; прогноз; розничная торговля; алгоритмы обучения с учителем.

Введение

Розничная торговля – одна из значительных для общества отраслей хозяйства. Эффективная деятельность предприятия розничной торговли зависит от многих обстоятельств, в том числе она связана с оценкой разумных количеств товаров, приобретаемых для последующей реализации, что невозможно без прогнозирования спроса на товары, без учета ожидаемой интенсивности продаж.

Существует множество методов прогнозирования динамики розничной торговли, в том числе и в области алгоритмов обучения с учителем. Каждый из них обладает своими преимуществами и недостатками и имеет конкретную область применения. Необходима методика, которая позволяла бы уверенно предсказывать ожидаемые объемы продаж при колебаниях динамики реализации товаров. Предметом исследования являются алгоритмы обучения с учителем для решения задачи прогнозирования динамики розничной торговли. Объект исследования – алгоритмы обучения с учителем, применяемые для анализа данных в розничной торговле.

Цель данной работы заключается в формировании набора требований для реализации алгоритма прогнозирования динамики продаж, путем сравнительного анализа существующих подходов. Для достижения цели потребуется решить ряд задач: (1) проанализировать существующие методы прогнозирования динамики розничной торговли; (2) сравнить использованные методы с точки зрения качества предсказания; (3) выделить критерии, по которым будет проводиться сравнение; (5) определить недостатки и преимущества каждого из методов.

Так как настоящая работа связана с прогнозированием в розничной торговле, то поиск аналогов был проведен среди научных исследований в области машинного обучения (набора методов, благодаря которым компьютер может находить в массивах изначально неизвестные взаимосвязи и закономерности), применяемых к анализу данных розничной торговли.

Помимо рассмотренных алгоритмов из статей табл. 1 существуют еще и такие, как: XGBRegressor и KNN Regressor, которые также добавлены к сравнению в связи с тем, что они отражают суть нашего исследования и просты в применении их на практике.

Таблица 1

Рассматриваемые аналоги и их основные составляющие

№	Название статьи	Используемые алгоритмы	Используемые метрики качества
1	Sales Forecast in E-commerce using Convolutional Neural Network [1].	Сверточные нейронные сети (Convolutional Neural Network, CNN) , ARIMA, FE+GBRT, DNN, CNN+WD, CNN+WD+TL, Single-CNN	Mean Squared Error (MSE)
2	Machine-Learning Models for Sales Time Series Forecasting [2]	ExtraTree, Linear Model, ARIMA, RandomForest, Neural Network, Stacking	Mean absolute error (MAE)
3	Sales forecasting using WaveNet within the framework of the Kaggle competition [3].	CNN	Normalized weighted root mean squared logarithmic error (NWRMSLE)
4	Sales Demand Forecast in E-commerce using a Long Short-Term Memory Neural Network Methodology [4].	Globally training a Long Short-Term Memory network (LSTM)	Mean absolute percentage error (mMAPE)
5	Прогнозирование показателей инвестиций на основе метода деревьев решений [5]	Деревья решений, использующие алгоритм CART	MSE

После изучения предложенных алгоритмов, была сформирована таблица 2, которая содержит сравнение алгоритмов, представленных в таблице 1 по следующим выбранным критериям:

Вариативность параметров. Один и тот же алгоритм, применяемый для решения задачи прогнозирования динамики розничной торговли может показывать разную эффективность на различных данных, поэтому важно иметь возможность регулировать параметры модели для повышения точности прогноза применяемого алгоритма.

В качестве обозначений примем «+» - можно регулировать параметры, «-» - нельзя.

Точность. Важно, чтобы полученные значения прогноза целевой переменной были близки к истинным значения целевой переменной, так как от этого напрямую зависит эффективность алгоритма.

Точности работы ARIMA, CNN были оценены в [1], где для оценки использовалась метрика среднего квадрата отклонения. Точности работы ExtraTree, Linear Model, RandomForest, Neural Network были оценены в [2], где для оценки использовалась средняя абсолютная ошибка. Точность работы LSTM была оценена в [4], где для оценки использовалась средняя абсолютная ошибка в процентах. Точность работы Decision Trees была оценена в [5], где для оценки использовалась метрика среднего квадрата отклонения.

Доступность в реализации. Так как нашими моделями будут пользоваться обычные люди, не имеющие глубоких познаний в области машинного обучения, им важен простой интерфейс алгоритмов, важно использовать те алгоритмы, для которых реализация является очень удобной и простой. Обозначения, используемые для оценки доступности: 1 - на Python реализуется при помощи 1-2 библиотек, 2 - более 3 библиотек и различных методов.

Таблица 2

Сравнительный анализ рассматриваемых методов согласно определенным критериям

№	Алгоритмы	Вариативность параметров	Точность, %	Доступность в реализации
1	CNN	+	>80	2
2	ARIMA	-	<60	1
3	ExtraTree	+	>80	1
4	Linear Model	-	[60-80]	2
5	LSTM	+	[60-80]	2
6	RandomForest	+	>80	1
7	Neural Network	+	>80	2
8	Decision Trees	+	>80	1
9	XGBRegressor	+	>80	1
10	KNN Regressor	+	[60-80]	1

На основе обзора и анализа аналогов, были выбраны алгоритмы, которые показывают лучшие результаты по выбранным критериям и хорошие результаты для использования их в системах алгоритмов, а также имеют простую реализацию их на практике, согласно табл.2: Decision Tree, Random Forest, XGBRegressor, KNN Regressor и Linear Regression.

Большой набор рассматриваемых методов можно объяснить тем, что результатом исследования может являться не один метод, а сочетания разных методов. В табл. 3 представлены полученные результаты оценок качества для выбранных метрик после обучения моделей и применения их к тестируемой выборке.

Таблица 3

Описание рассматриваемых аналогов в проекции на метрики качества: MAE и MSE

№	Алгоритм	MAE	MSE
1	Linear Regression	13911	380118945
2	Random Forest	1429	9413595
3	XGBRegressor	1879	17866064
4	KNN Regressor	1972	10960605
5	Decision Tree	1890	18195072

Согласно табл. 3, алгоритм Random Forest показал наилучшую точность из рассмотренных алгоритмов, алгоритмы Decision Tree и XGBRegressor показали допустимую и довольно высокую точность соответственно. Linear Regression и KNN Regressor далеки от истинных значений целевой переменной.

Заключение. По результатам сравнительного анализа алгоритмов обучения с учителем для решения задачи прогнозирования динамики розничной торговли наилучшим из всех рассматриваемых алгоритмов оказался алгоритм Random Forest, который показал наивысшую точность прогноза целевой переменной для всех рассматриваемых метрик качества на тестовом наборе. Алгоритмы Decision Tree и XGBRegressor показали высокую точность, в то время как алгоритмы Linear Regression и KNN Regressor имеют большую ошибку при исследовании их на практике. Это может быть связано с тем, что они хорошо

работают лишь в системе с другими алгоритмами и для их использования требуются особые условия.

В планах будущих исследований реализация системы алгоритмов, которая способна будет прогнозировать целевую переменную точнее, чем рассмотренные выше алгоритмы по отдельности и соответствовать следующим критериям: (1) должна иметь возможность регулировать параметры модели для повышения точности прогноза применяемого алгоритма; (2) должна обладать высокой точностью прогноза целевой переменной (не менее 80%); (3) должна иметь простой интерфейс для обычных пользователей, без глубоких познаний в области машинного обучения.

Список литературы

1. Kui Zhao, Can Wang, "Sales Forecast in E-commerce using Convolutional Neural Network", 8 p., 2017. Available at: https://arxiv.org/pdf/1708.07946.pdf (accessed: 2020-05-01)
2. Bohdan M. Pavlyshenko, "Machine-Learning Models for Sales TimeSeries Forecasting, 11 p., 2018. Available at: https://ru.scribd.com/document/427249237/data-04-00015-v2-pdf. (accessed: 2020-05-01)
3. Glib Kechyn, Lucius Yu, Yangguang Zang, Svyatoslav Kechyn, “Sales forecasting using WaveNet within the framework of the Kaggle competition,” 6 p., 2018. Available at: https://arxiv.org/pdf/1803.04037.pdf. (accessed: 2020-05-01)
4. Kasun Bandara, Peibei Shi, Christoph Bergmeir, Hansika Hewamalage, Quoc Tran, Brian Seaman, “Sales Demand Forecast in E-commerce using a Long Short-Term Memory Neural Network Methodology”, 16 p., 2019. Available at: https://arxiv.org/pdf/1901.04028.pdf. (accessed: 2020-05-01)
5. Китова О.В., Колмаков И.Б., Пеньков И.А., "Прогнозирование показателей инвестиций на основе метода деревьев решений (in Russian)," Вестник РЭУ им. Г.В Плеханова №6 (90), 10 p., 2016. Available at: https://cyberleninka.ru/article/n/prognozirovanie-pokazateley-investitsiy-na-osnove-metoda-dereviev-resheniy/viewer (accessed: 2020-05-01)
6. class sklearn.linear_model.LinearRegression. Available at:https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.linear_model.LinearRegression.html (accessed: 2020-05-01)
7. Московский физико-технический институт, Яндекс, “Обучение на размеченных данных”. Available at: https://www.coursera.org/learn/supervised-learning/home/welcome. (accessed: 2020-05-01)
8. class sklearn.tree.DecisionTreeRegressor. Available at: https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.tree.DecisionTreeRegressor.html. (accessed: 2020-05-01)
9. class sklearn.ensemble.RandomForestRegressor. Available at: https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.ensemble.RandomForestRegressor.html (accessed: 2020-05-01)
10. class sklearn.ensemble.GradientBoostingClassifier. Available at: https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.ensemble.GradientBoostingClassifier.html (accessed: 2020-05-01)
11. Available at: https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.neighbors.KNeighborsRegressor.html. (accessed: 2020-05-01)
12. sklearn.metrics.mean_absolute_error. Available at: https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.metrics.mean_absolute_error.html (accessed: 2020-05-01)
13. sklearn.metrics.mean_squared_error. Available at: https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.metrics.mean_squared_error.html (accessed: 2020-05-01)
14. Walmart Recruiting - Store Sales Forecasting. Use historical markdown data to predict store sales. Available at: https://www.kaggle.com/c/walmart-recruiting-store-sales-forecasting/data (accessed: 2020-05-01)
15. Available at: https://github.com/OhrimukKat/study_of_algorithms/blob/master/algorithms.ipynb(accessed: 2020-05-01)

ИССЛЕДОВАНИЕ АЛГОРИТМОВ СНИЖЕНИЯ РАЗМЕРНОСТИ ПРОСТРАНСТВА ПРИЗНАКОВ В ЗАДАЧЕ АНАЛИЗА КЛИЕНТСКИХ ДАННЫХ

Н.В. Попов, Н.В. Размочаева, Д.М. Клионский

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Современные базы данных содержат большое количество дублирующей и зашумляющей информации, при избавлении от которой можно значительно улучшить качество и скорость обработки данных. В данной работе была поставлена цель исследовать существующие алгоритмы снижения размерности пространства признаков в задаче анализа клиентских данных и определить среди них самые точные и быстроработающие. Результаты работы показали, что самыми точными алгоритмами являются линейный дискриминантный анализ и рекурсивное исключение признаков, использующий логическую регрессию.

Ключевые слова: отбор и выделение признаков, анализ клиентских данных, размерность пространства признаков.

Введение

На сегодняшний день данные, описывающую ту или иную предметную область, часто содержат в себе большое количество различных признаков. При этом часть информации является дублирующей или зашумляющей. Снижение размерности пространства признаков влечет за собой уменьшение используемой памяти и избавление от лишних данных. Для этого используются различные алгоритмы машинного обучения. В частности, клиентские базы также подвержены проблеме наличия избыточных массивов информации, поэтому актуальность данной темы только возрастает с течением времени.

Сравнение существующих методов

Обзор современных решений выявил группу алгоритмов, которые описываются в различных научных статьях [1-3]. Известны такие методы, как: метод главных компонент, факторный анализ, многомерное шкалирование, кластерный анализ, методы AlDel и Grad. Некоторые из перечисленных методов были использованы в данной работе. В ходе изучения современных тенденций в рассматриваемой области были выявлены критерии, предъявляемые к решению. Искомые методы снижения размерности пространства признаков должны иметь высокую точность и скорость работы.

Описание метода решения

Для снижения количества признаков в работе были использованы следующие методы:

Сокращение признаков с низкой вариативностью подразумевает удаление всех объектов, дисперсия которых не соответствует некоторому порогу. Одномерный отбор отбирает признаки, имеющие наиболее выраженную взаимосвязь с целевой переменной с помощью статистического критерия Хи-квадрат. Метод главных компонент (PCA) позволяет снизить размерность пространства признаков данных с помощью преобразования на основе линейной алгебры путем проецирования данных в пространство меньшей размерности. Вычисление главных компонент сводится к вычислению собственных векторов и собственных значений ковариационной матрицы исходных данных.

Метод независимых компонент (ICA) – это метод уменьшения линейной размерности. На вход алгоритм принимает набор независимых признаков и выполняет идентификацию каждого из них, то есть удаляет все зашумленные данные. Два входных признака являются независимыми, если их линейная и нелинейная зависимость равна нулю [4].

Линейный дискриминантный анализ (LDA) – это алгоритм сокращения размерности признаков, обучающийся с учителем. Метод максимизирует расстояние между средним значением каждого класса и минимизировать разброс внутри самого класса. Таким образом, LDA использует в качестве мер внутри классов и между классами [4]. Метод SelectFromModel принимает на вход модель-оценщик, которая предоставляет значения для каждого из параметров, которые сравниваются с параметром функции "threshold". Из данных удаляются признаки, значения которых ниже порогового значения.

Метод рекурсивного исключения признаков также известен, как Recursive Feature Elimination (RFE). Алгоритм получает на вход модель-оценщик, предоставляющий значения для каждого из параметров. На основе этих значений производится поочередное удаление признаков из первоначального набора до тех пор, пока в наборе не останется заданное количество признаков. Логистическая регрессия применяется для прогнозирования вероятности возникновения некоторого события по значениям множества признаков. В модели логистической регрессии имеются веса признаков, которые можно считать за важность параметров в задаче снижения размерности пространства этих признаков. Чем ближе к нулю вес, тем меньшее влияние имеет этот признак на решение.

Случайный лес – модель, состоящая из множества деревьев решений. Классифицирование происходит путем спуска по дереву до листа и выдачи соответствующего значения. В каждом узле дерево решений ищет такое значение определённого параметра, которое приведёт к максимальному уменьшению коэффициента Джини. Коэффициент Джини – вероятность неверной маркировки в узле случайно выбранного образца. Значимость параметра в случайном лесу – это суммарное уменьшение коэффициента во всех узлах, использующих этот параметр для разделения.

В сверхслучайныех деревьях, как и в случайных лесах, используется случайное подмножество возможных признаков, но вместо поиска наиболее оптимальных порогов, пороговые значения произвольно выбираются для каждого возможного признака, и наилучший из этих случайно генерируемых порогов выбирается, как лучшее правило для разделения узла.

Исследование характеристик рассмотренных алгоритмов

Для сравнения описанных выше методов были проведены замеры скорости и точности работы этих алгоритмов. В качестве языка программирования был выбран python, так как для него разработано большое число библиотек, которые широко используются в машинном обучении, в том числе библиотека scikit-learn, содержащая некоторые из алгоритмов отбора данных. В качестве данных были использованы три набора данных [5-7], содержащие от 17 до 28 признаков и кортежи различного размера: от 2216 до 30488. Данные числа приведены после предварительной обработки данных, так как часть информации содержала искаженные данные или пробелы. При этом некоторые из параметров, например, ID, были исключены, из-за отсутствия полезной информации в признаках, служащих ключами. Для алгоритмов обучения с учителем был отобран признак, определенный как целевой.

Каждый набор данных, полученный в качестве результата работы одного из алгоритмов применяется для построения модели, основанной на логической регрессии.

Далее, используя кросс-валидацию по K блокам, производится расчет целевого параметра тестовых данных и сравнивается с оригинальным. В данной работе параметр K был выбран равным 10. То есть исходный набор данных делится на 10 частей, и каждый из этих блоков поочередно становится тестовым. Далее результаты усредняются и выводится итоговая оценка. Точность алгоритма сокращения признаков определяется отношением правильных прогнозов ко всем.

В библиотеке scikit-learn метод сокращения признаков с низкой вариативностью реализован функцией feature_selection.VarianceThreshold (версия v0.22) [8]. Средний результат применения метода на используемых наборах данных представлен в табл. 1. Первый результат в табл. 1 характеризует прогноз без применения данного метода.

Таблица 1

Результаты применения метода VarianceThreshold

threshold	Процент исключенных признаков	Точность	Время работы
–	–	0,845852	–
0,01	0,125	0,845918	0,006723
0,03	0,25	0,840345	0,005515
0,06	0,5625	0,805608	0,005339
0,09	0,9375	0,801965	0,005187

Как показали результаты, точность модели немного улучшилась с параметром threshold=0,01, но при дальнейшей работе наблюдалось ухудшение точности.

Для реализации одномерного отбора была использована функция feature_selection.SelectKBest (версия v0.22) [8], с параметром score_func = chi2. Точность для различных наборов данных после проведения снижения с помощью данного алгоритма представлена на рис. 1. Время работы метода составляет от 0,002 до 0,014 секунд. В библиотеке scikit-learn метод главных компонент реализован функцией decomposition.PCA (версия v0.22) [8]. Зафиксированные результаты работы представлены на рис. 2. Скорость работы алгоритма составляет от 0,004 до 0,24 секунды.

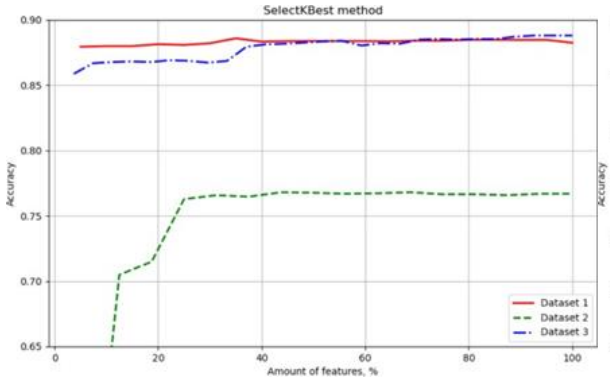


Рис.1. Точность одномерного отбора для различного количества признаков

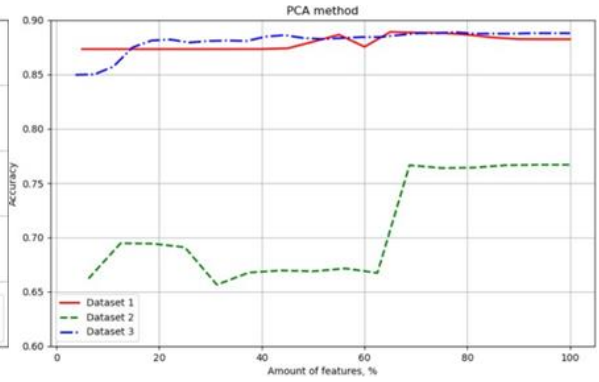


Рис. 2. Точность МГК для различного числа признаков

Методы ICA и LDA представлены функциями decomposition.FastICA (версия v0.22) [8] и discriminant_analysis.LinearDiscriminantAnalysis (версия v0.22) [8] соответственно. Так как количество выделяемых компонент в этих алгоритмах соответствует числу классов значений в столбце целевых значений, то в результате выделения признаков останется только 1 признак. Результаты представлена в табл. 2.

Таблица 2

Результаты применения метода LinearDiscriminantAnalysis

	ICA		LDA	
	Точность	Время	Точность	Время
Набор данных 1	0,873411	0,216663	0,899623	0,178442
Набор данных 2	0,667041	0,007519	0,77853	0,012504
Набор данных 3	0,849715	0,013982	0,893932	0,017546

Метод SelectFromModel и рекурсивное исключение признаков (RFE) реализованы функциями feature_selection.SelectFromModel и feature_selection.RFE (версия v0.22) [8].

Модели логистической регрессии, случайного леса и сверхслучайных деревьев представлены функциями linear_model.LogisticRegression,ensemble. RandomForestClassifier и ensemble. ExtraTreesClassifier (версия v0.22) [8] соответственно. Скорость работы для первой модели составила 1,68 – 24,33 секунды, 4.08 – 73,04 для второй и 1.51 – 15,33 для третьей. RFE показал себя лучше в большинстве случаев, чем метод SelectFromModel. Для первого набора данных модель случайного леса оказалась наиточнейший средний результат – 0,889964, для второго и третьего наборов самой точной оказалась логическая регрессия с точностью 0,765448 и 0,881371 соответственно.

Выводы

В ходе исследования алгоритмов снижения размерности пространства признаков было установлено, что наибольшую точность снижения размерности пространства признаков для всех трех наборов данных имеет линейный дискриминантный анализ (LDA), совершающий выделение признаков. Наивысшая точность для этого метода составила 0,899623, 0,77853 и 0,893932 для каждого из наборов. Скорость работы этого алгоритма составила от 0,004 до 0,24 секунды. Стоит отметить, что для одного из наборов данных наблюдался небольшой скачок точности вниз. Метод сокращения признаков с низкой вариативностью показал увеличение точности только при небольшом значении параметра thresfold. Среди методов отбора данных наивысшая точность была выявлена у метода рекурсивного исключения признаков, использующего логическую регрессию с результатами 0,885784, 0,765448 и 0,881371. Вместо LDA рекомендуется использовать именно этот алгоритм в случае необходимости именно сокращения, а не замещения изначальных признаков. Результат одномерного отбора оказался несколько хуже остальных, но он показал большую стабильность кривой точности относительно количества сокращаемых признаков.

Список литературы

1. Орлов Александр Иванович, Луценко Евгений Вениаминович Методы снижения размерности пространства статистических данных // Научный журнал КубГАУ - Scientific Journal of KubSAU. 2016. №119. URL: https://cyberleninka.ru/article/n/metody-snizheniya-razmernosti-prostranstva-statisticheskih-dannyh;

2. Максюта Н. В., Поворознюк А. И. Лгоритмы и методы снижения пространства диагностических признаков // Вестник НТУ ХПИ. 2005. №46. URL: https://cyberleninka.ru/article/n/lgoritmy-i-metody-snizheniya- prostranstva-diagnosticheskih-priznakov;

3. Загоруйко Н. Г., Кутненко О. А. Алгоритм GRAD для выбора информативного подпространства признаков //URL: http://math.nsc.ru/~wwwzag/7.GRAD.pdf – 2005;

4.Feature Extraction Techniques URL: https://towardsdatascience.com/feature-extraction-techniques-d619b56e31be (дата обращения 18.04.2020);

5. Bank Marketing URL:https://www.kaggle.com/janiobachmann/bank-marketing-dataset (дата обращения 18.04.2020);

6. Bank Marketing URL: https://www.kaggle.com/henriqueyamahata/bank-marketing (дата обращения 18.04.2020);

7. Marketing Campaign URL: https://www.kaggle.com/rodsaldanha/arketing-campaign (дата обращения 18.04.2020);

8. Библиотека sklearn URL: https://scikit-learn.org (дата обращения 18.04.2020).

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АГЕНТОВ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ В СРЕДЕ UNITY3D

М.И. Рымарь, Т.В. Герасимова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация**.** Использование технологий машинного обучения становится все более востребованным в различных отраслях и сферах. Одной из вариаций обучения является обучение с подкреплением (reinforcement learning), в котором используются автономные агенты, обучаемые путем взаимодействия с окружающей средой. В работе показаны различные среды симуляции: Arcade Live Environment, VizDoom и MuJoCo. Также описывается реализация агентов машинного обучения в среде Unity3D: ML-Agents Toolkit**.**

Ключевые слова: агенты, машинное обучение, обучение с подкреплением, искусственный интеллект, Unity, ML-Agents.

1. Агенты и обучение с подкреплением

Основной в обучении с подкреплением (reinforcement learning) является идея изучения от взаимодействия [1]. Искусственный интеллект в данном случае не обучается на эмпирических данных, он взаимодействует с окружающей средой, получает опыт и принимает решения. Объект, который должен быть обучен, называют агентом [2].

Математически простейшую модель машинного обучения с подкреплением можно представить следующим образом: множество состояний S, множество действий A, множество вещественнозначных скалярных «наград».

В произвольный момент времени t агент характеризуется состоянием $s_t \in S$ и множеством возможных действий $A(s_t)$. Выбирая действие $a \in A(s_t)$, он переходит в состояние s_{t+1} и получает выигрыш r_t. Получая опыт при взаимодействии со средой, агент, обучающийся с подкреплением, должен выработать стратегию π: $S \rightarrow A$, которая максимизирует величину $R = r_0 + r_1 + \ldots + r_n$.

2. Различные среды для обучения агентов

В данной главе будут рассмотрены различные среды для применения агентов в играх и симуляторах, а также будет приведено их сравнение.

2.1. Arcade Learning Environment

Arcade Learning Environment (ALE) – программная среда, разработанная для упрощения разработки агентов, которые играют автономно в одну из множества игр Atari 2600. Atari 2600 – это консоль для домашних видеоигр, разработанная в 1977 году и продаваемая более десяти лет [3]. Экран игры имеет ширину 160 пикселей и 210 пикселей в высоту; 18 «действий» могут быть введены в игру. Пример скриншота игры для обучения агента представлен на рис. 1а.

Интерфейс ALE построен поверх Stella1, эмулятора Atari 2600 с открытым исходным кодом. Он позволяет пользователю взаимодействовать с Atari 2600, получая движения джойстика, отправляя информацию об экране и/или RAM и эмулируя платформу. ALE также предоставляет слой управления игрой, который превращает каждую игру в стандартную задачу обучения с подкреплением путем определения накопленного счета и того, закончилась ли игра. Награда на каждом временном шаге определяется как разница в баллах или баллах между кадрами [4].

2.2. VizDoom

Среда VizDoom основана на Doom, известной видеоигре от первого лица (FPS). Это позволяет разрабатывать ботов, которые играют в Doom, используя только экранный буфер. Среда включает в себя трехмерный мир. Это также обеспечивает относительно реалистичную физическую модель. Сила среды как исследовательской платформы искусственного интеллекта также заключается в ее возможностях настройки. Платформа позволяет легко определять пользовательские сценарии, которые отличаются картами, элементами среды, неигровыми персонажами, наградами, целями и действиями, доступными для агента [5]. Основные функции платформы включают в себя различные режимы управления, пользовательские сценарии, доступ к буферу глубины и внеэкранный рендеринг, что исключает необходимость использования графического интерфейса. Пример работы платформы с буфером глубины показана на рис. 2б.

Программный интерфейс ViZDoom API является гибким и простым в использовании. Он был разработан с учетом подкрепления и обучения, и поэтому он обеспечивает полный контроль над базовым процессом Doom.

2.3. Mujoco

MuJoCo (Multi-Joint dynamics with Contact) – физический движок [6]. MuJoCo имеет быстрый расчет физики с минимальными координатами и непрерывным временем [7]. Это физический движок, цель которого - облегчить исследования и разработки в областях, где требуется быстрое и точное моделирование.

Модели задаются с использованием высокоуровневого API C++ или интуитивно понятного формата файлов XML. Встроенный компилятор превращает пользовательскую модель в оптимизированную структуру данных, используемую для выполнения вычисления. Удобный формат определения MJCF и реконфигурируемый конвейер вычислений сделали MuJoCo популярным для исследований в области обучения робототехнике и усилению.

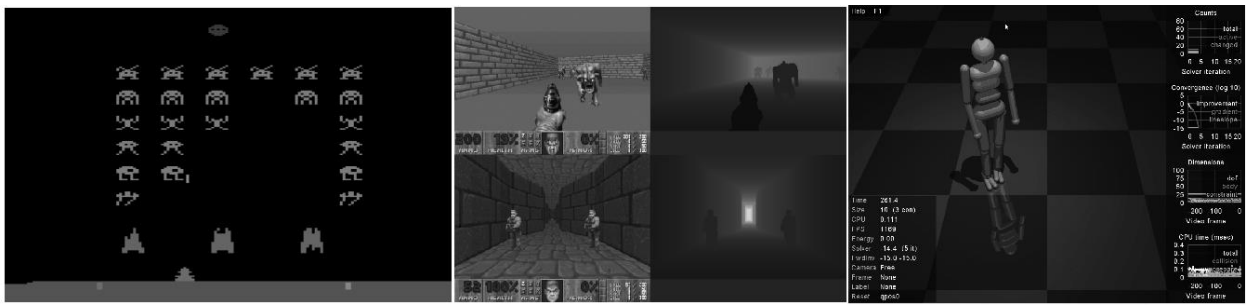
Для того чтобы применять MuJoCo в качестве среды для обучения агентов, одного его недостаточно, необходимо также использовать, например, OpenAI Gym либо DeepMind Control Suite [8,7]. Однако характер движка Mujoco накладывает ограничения на более общие исследования искусственного интеллекта: ограниченные возможности визуального рендеринга движка; ограничения физического движка. Пример раобты представлен на рис. 2в.

2.4. Unity3D

Unity3D – одна из самых популярных сред [9]. Unity является платформой для разработки игр, которая состоит из игрового движка и графического пользовательского интерфейса под названием Unity Editor. Физика и рендеринг движка Unity происходят несинхронизированным образом. Так можно значительно увеличить скорость базового моделирования. Также среда Unity обладает гибкостью управления, что позволяет программно контролировать большинство аспектов симуляции. Движок Unity содержит встроенную физику, предоставленную Nvidia PhysX, также предоставляет богатую и гибкую систему сценариев через C#.

2.5. Сравнение платформ

Ниже приведены демонстрация работы сред на рис. 2, а также результаты сравнения в таблице 1.



а) ALE *б) VizDoom* *в) MuJoCo*

Рис. 1. Демонстрация работы различных сред

Таблица 1

Сравнение платформ

Платформа	**Критерии**				
	2D среда	3D среда	Полноценная среда обучения	Гибкая конфи-гурация	Возможность создавать свое окружение
ALE	+	-	+	-	+
Viz Doom	-	+	+	+	-
MuJoCo	+	+	-	-	+
Unity	+	+	-	+/-	+

3. Unity3D и ML-Agents Toolkit

3.1. Основная функциональность ML-Agents

Для того, чтобы Unity выполняла задачу по обучению агентов необходимы посторонние инструменты. Таким дополнением является плагин ML-Agents.

ML-Agents Toolkit – это проект с открытым исходным кодом, который позволяет создавать различные симуляции с помощью Unity Editor и Python API. ML-Agents создан для того, чтобы в полной мере использовать свойства описанного выше механизма Unity Engine, что делает его потенциально мощной исследовательской платформой. ML-Agents состоит из 2-х частей:

- SDK, содержащий функционал для определения окружения в редакторе Unity при взаимодействии с C# скриптами
- Пакет Python, позволяющий взаимодействовать с окружениями, которые были созданы при помощи SDK

Подробная инструкция по установке дана в [10].

3.2. ML-Agents SDK

ML-Agents предоставляет интерфейс для Unity в виде трех основных компонент Agent, Brain и Academy.

Компонент Agent используется для непосредственного указания того, что GameObject (любой игровой компонент на сцене в Unity) в сцене является агентом. Компоненты Brain принимают решения для всех связанных агентов. С точки зрения обучаемого агента,

именно Brain обеспечивает политику поведения, которой следует Agent. Компонент Academy в сцене используется для отслеживания шагов моделирования и для предоставления таких функций, как возможность сброса окружения, установки целевой скорости моделирования и частоты кадров.

Общая схема взаимодействия компонент ML-Agents SDK представлена на рис. 5.

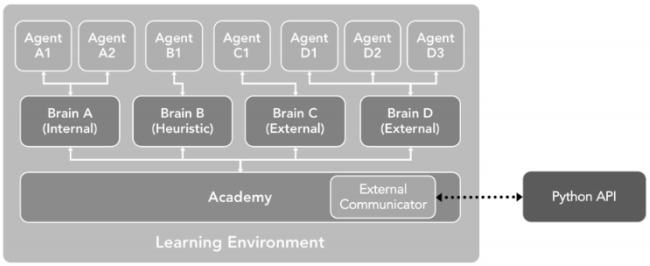


Рис.2. Схема взаимодействия ML-Agents SDK и Python API

3.2.1. Python Package

Предоставленный пакет Python содержит класс UnityEnvironment, который можно использовать для запуска и взаимодействия с исполняемыми файлами Unity (а также с Editor), которые содержат необходимые компоненты, описанные выше. Связь между Python и Unity осуществляется через коммуникационный протокол gRPC и использует сообщения protobuf.

Заключение

В результате выполненной работы был произведен анализ различных сред для обучения агентов. Был произведен обзор ML-Agents, плагина, который является мощным инструментом и одним из самых гибких решений для обучения с подкреплением, включающим в себя все достоинства остальных описанных в работе сред.

Список литературы

1. Richard S. Sutton and Andrew G. Barto. Reinforcement Learning: An Introduction. // The MIT Press. 2014, 2015
2. Leslie Pack Kaelbling, Michael L. Littman, Andrew W. Moore. Reinforcement Learning: A Survey. //Journal of Articial Intelligence Research 4 (1996) 237-285
3. Montfort, N., & Bogost, I. (2009). Racing the Beam: The Atari Video Computer System. // MIT Press. 2009
4. Marc G. Bellemare, Yavar Naddaf, Joel Veness, Michael Bowling. The Arcade Learning Environment: An Evaluation Platform for General Agents // Journal of Artificial Intelligence Research 47 (2013) 253–279.
5. Michał Kempka, Marek Wydmuch, Grzegorz Runc, Jakub Toczek & Wojciech Jaskowski. ViZDoom: A Doom-based AI Research Platform for Visual Reinforcement Learning. // Proceedings of IEEE Conference of Computational Intelligence in Games 2016
6. Emanuel Todorov, Tom Erez, Yuval Tassa. MuJoCo: A physics engine for model-based control. // 2012 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems
7. Статья авторов Yuval Tassa, Yotam Doron, Alistair Muldal at el. Название: DeepMind Control Suite. //URL: https://arxiv.org/abs/1801.00690. (дата обращения: 10.12.2019)
8. Статья авторов Greg Brockman, Vicki Cheung, Ludwig Pettersson et al. Название: OpenAI Gym. //URL: https://pdfs.semanticscholar.org/2b10/281297ee001a9f3f4ea1aa9bea6b638c27df.pdf. (дата обращения: 10.12.2019)
9. Интернет-издание TechCrunch. // URL: https://techcrunch.com/2018/09/05/unity-ceo-says-half-of-all-games-are-built-on-unity/ (дата обращения: 10.12.2019)
10. Nandy, A., & Biswas, M. Unity ML-Agents. Neural Networks in Unity, p. 27–67, 2018.

ЭФФЕКТИВНОЕ ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ ДЛЯ РАБОТЫ С МАЛЫМ КОЛИЧЕСТВОМ ДАННЫХ

М.Р. Синельников[1], Д.Д. Латкин[2]

[1]Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина),

[2]LG Electronics RUSSIA R&D Lab

Аннотация. В данной статье рассматриваются различные методы машинного обучения на примере задачи детектирования сердечных заболеваний[2]. Для каждого метода представлены и проанализированы результаты работы на тренировочной и тестовой выборке. Основной акцент сделан на сравнение «классических» методов машинного обучения с методами глубокого обучения при очень маленьком количестве обучающих данных.

Ключевые слова: машинное обучение, логистическая регрессия, персептрон, метод ближайших соседей, наивный байесовский классификатор, случайный лес, ансамбль методов, глубокое обучение, нейронная сеть.

За последние несколько лет глубокое обучение стало применяться почти во всех отраслях науки и производства: начиная от компьютерного зрения и распознавания речи и заканчивая агрикультурой и прогнозированием погоды. Однако, для обучения глубоких сетей необходимо очень большое количество входных данных.

Сама сеть представляет собой математическую модель, при правильном обучении которой получается очень сложная разделяющая поверхность входных данных. Для сетей с кусочно-линейными активациями RELU, её сложность оценивается как количество линейных областей, порождаемых данной сетью [1]. Некоторые исследования показывают, что сложность нейронной сети растёт экспоненциально с увеличением числа слоёв [2]. Но при небольшом размере обучающего набора разделяющая поверхность может получиться простой. При таком количестве данных, даже очень простой поверхности может быть достаточно, чтобы с высокой точностью их разделить. Поэтому, основное преимущество нейронных сетей полностью аннигилируется. Другая проблема, которая может с высокой вероятностью возникнуть при маленьком наборе данных — это переобучение, с которым в этом случае очень трудно бороться. В таких случаях остаётся только прибегнуть к «классическим» методам машинного обучения, что и будет показано на примере.

В настоящей работе использовались данные о сердечных заболеваниях. Задача состоит в том, чтобы определить, кто из пациентов подвержен сердечному заболеванию. Каждый пример состоит из четырнадцати параметров, два из которых пол и возраст пациента, а двенадцать другие - сердечные показатели. Перед тем, как начать пробовать различные методы, мы визуализировали данные, спроецировав их на двумерное пространство с помощью метода главных компонент [3]. Из рисунка 1 видно, что данные имеют довольно сложную структуру, и простых линейных методов для них может быть недостаточно.

Первый метод, который мы использовали — это логистическая регрессия. Несмотря на слово регрессия, это классификационный метод, основанный на максимизации функции правдоподобия. Обычно, это делается с помощью метода градиентного спуска. Для того, чтобы модель не переобучалась на тренировочных данных, мы добавили регуляризацию с параметром C = 0.01. Несмотря на то, что сам метод, по сути, представляет ли-

[2] - https://www.kaggle.com/ronitf/heart-disease-uci

нейную классификацию, он показывает очень неплохие результаты — 0.848 по метрике F1-score. В дальнейшем все методы в статье будут оцениваться именно по такой метрике. На рис.1 представлена разделяющая поверхность, визуализированная в двумерном случае.

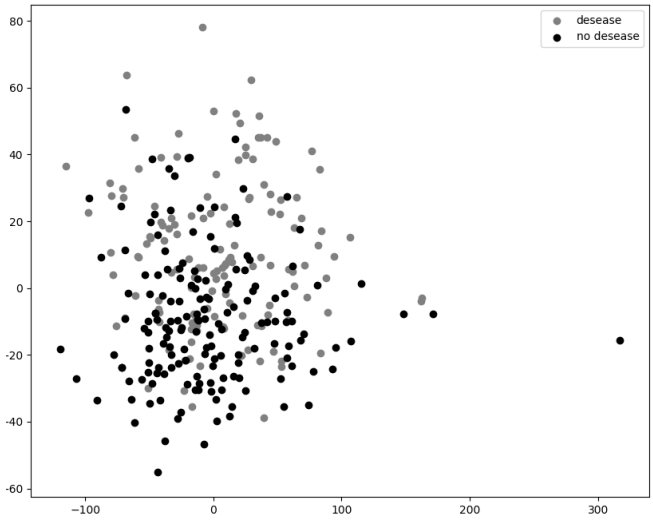


Рис. 1. Визуализация данных

Для того, чтобы получить более сложную разделяющую поверхность, можно воспользоваться нелинейным преобразованием входных данных. Данное преобразование заключается в том, чтобы перейти из пространства линейно неразделимых данных в пространство линейно разделимых или почти разделимых. Иными словами, это можно объяснить тем, что в исходном пространстве разделяющая гиперплоскость превращается в нелинейную поверхность. В данной задаче использовалась полиномиальная трансформация, которая добавляет в качестве параметров всевозможные комбинации полиномиальных коэффициентов до заданной степени, после чего на новых параметрах обучается логистическая регрессия.

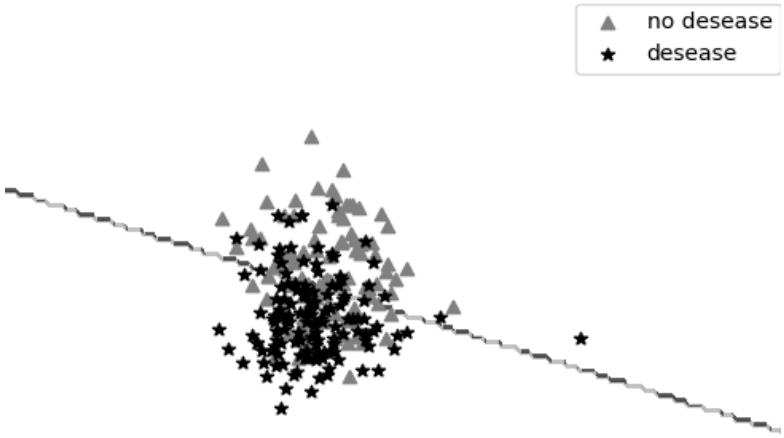


Рис.2. Визуализация разделяющей поверхности логистической регрессии

Однако, нужно учитывать, что при очень большом количестве признаков, модель начинает очень сильно переобучаться. Поэтому, необходимо или правильно подбирать коэффициент регуляризации, или же преобразовывать до более низкой степени. Для рассматриваемого набора данных, наилучшие результаты показала трансформация до второй степени – 0.852 на тестовом наборе. На рис.3 представлен график разделяющей

поверхности. Трансформация не обязательно всегда должна быть полиномиальной, но, как видно на рисунке, она неплохо подходит к нашему набору данных.

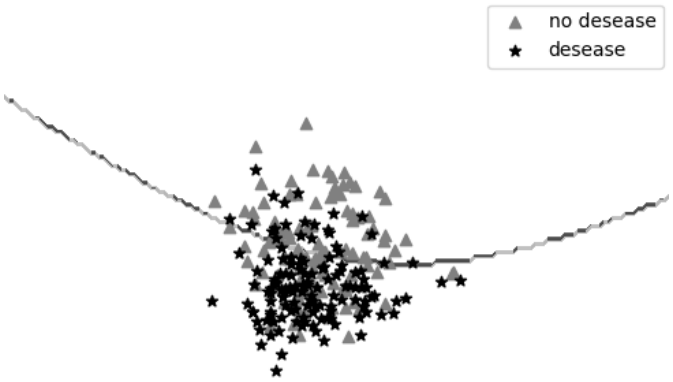


Рис.3. Визуализация разделяющей поверхности при нелинейной трансформации

Следующий метод, который мы использовали – линейный персептрон, один из самых простых методов машинного обучения. Как видно из таблицы 1, он показал наихудший результат среди всех применённых методов – 0.755 на тестовых данных.

Ещё один простой метод по своей сути и реализации, который был нами рассмотрен - это метод k ближайших соседей [4]. Объект присваивается тому классу, который наиболее распространён среди k его ближайших соседей. В классическом варианте расстояние считается по евклидовой метрике. Метод хорошо подходит при небольшой размерности входных данных из-за необходимости для каждого нового примера высчитывать расстояние до всех примеров в обучающем наборе. В нашем случае, наилучший результат показал метод семи соседей – 0.847 для тестового набора. С учётом небольшой размерности входного вектора данных и общего числа примеров, вычисления не требуют большого количества ресурсов.

Следующий рассмотренный нами метод – наивный байесовсий классификатор. В основе метода лежит теорема Байеса. Метод называется “наивный” из за предположения о том, что случайные величины входного вектора независимы друг от друга, что почти никогда не бывает в сложных моделях. Однако, несмотря на такое упущение, метод работает на удивление хорошо во многих задачах [5]. Так как в нашем примере некоторые входные параметры дискретные, а некоторые непрерывные, то для каждого распределения вероятность заболевания высчитывалась отдельно, а потом комбинировалась. На тестовых данных результат 0.838.

Два последних классических подхода, которые мы рассмотрели – это случайный лес [6] и ансамбль методов. Модель случайного леса состоит из 20 деревьев решений и показывает 0.849 на тестовых данных. Ассемблирование же происходит по 3 моделям: логистической регрессии, семи ближайшим соседям и случайному лесу, и показывает наилучшие результаты среди всех методов на тестовом наборе – 0.855.

Последний подход, который мы реализовали – это нейронные сети. Мы обучили две модели – с одним и с четырьмя скрытыми слоями. Сеть с одним скрытым слоем показывает 0.837 на тестовом наборе, в то время как сеть с четырьмя 0.811 на тестовом и 0.973 на тренировочном, что говорит об очень сильном переобучении, которое практически неизбежно для глубоких сетей при таком маленьком наборе тренировочных

данных. Не помогает даже добавление регуляризации в виде случайного исключения нейронов (dropout) на каждом слое, что прогнозировалось ещё в самом начале статьи.

Таблица 1

Результаты по всех методам

Метод	F1-score на тренировочных данных	F1-score на тестовых данных
Логистическая регрессия	0.876	0.845
Логистическая регрессия с полиномиальной трансформацией	0.884	0.852
Персептрон	0.776	0.755
Семь ближайших соседей	-	0.847
Наивный байесовский классификатор	0.861	0.838
Случайный лес	0.881	0.849
Ансамбль методов	0.886	0.855
Нейронная сеть с одним скрытым слоем	0.942	0.837
Нейронная сеть с четырьмя скрытыми слоями	0.973	0.811

Как видно из таблицы 1, обе нейронные сети уступают почти всем “классическим” методам, о чём мы писали ещё в самом начале статьи , и что подтвердилось проведёнными экспериментами.

Несмотря на огромный прорыв глубокого обучения за последние годы, остаётся определённый набор задач, на подобие той, которую мы решали, где без “классических” методов машинного обучения не обойтись.

Список литературы

1. Thiago Serra, Christian Tjandraatmadja, and Srikumar Ramalingam. Bounding and counting linear regions of deep neural networks. arXiv preprint arXiv:1711.02114, 2017.
2. Razvan Pascanu, Guido Montufar, and Yoshua Bengio. On the number of response regions of deep feed forward networks with piece-wise linear activations. arXiv preprint arXiv:1312.6098, 2013.
3. K. Esbensen Wold, S. and P. Geladi. Principal component analysis. In Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 1987.
4. Z. Zhang, “Introduction to machine learning: k-nearest neighbors”, Ann. Transl. Med., vol. 4, no. 11, pp. 218–218, 2016. DOI: 10.21037/atm.2016.03.37.
5. Rish, I. An Empirical Study of the Naive Bayes Classifier. in IJCAI-01 Workshop on Empirical Methods in AI. 2001.
6. Safavian, S. R., and Landgrebe, D., 1991, A survey of decision tree classi□ er methodology. IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics, 21, 660–674.

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕШЕНИЙ СИСТЕМ МОНИТОРИНГА ПРОЦЕССА ОБУЧЕНИЯ СТУДЕНТОВ

А.А. Спас, Т.А. Берленко

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И.Ульянова (Ленина)

Аннотация. В настоящей работе были изучены различные подходы для решения задачи автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах. Выявлены преимущества использования различных подходов, которые обладают возможностями для реализации приложения, автоматизирующего мониторинг процесса обучения студентов на онлайн курсах, такие как количество реализуемых возможностей, доступность использования и другие.

В ходе практического анализа были выявлены решения, которые показали лучшие результаты по выбранным критериям: Stepik и Moodle. Сформулирован перечень требований для реализации собственного web-приложения. Приложение должно обладать следующими возможностями: сбор данных о студентах; добавление учащихся на курс; рассылка писем студентам; отслеживание процесса обучение студентов; формирование отчетов об успеваемости по группам.

Ключевые слова: автоматизация, онлайн курсы, обучение.

I. Введение

В настоящее время онлайн курсы пользуются большой популярностью, так как они позволяют получать востребованные знания без временной и географической привязки. Также в век технологий человек старается свести ручной труд к минимуму. На сегодняшний момент существует проблема неавтоматизированной работы преподавателя, которая, во-первых, отнимает много времени и сил, во-вторых, может приводить к ошибкам - сложно обрабатывать большое количество информации без помощи компьютера, как это происходит сейчас. Автоматизация таких задач, как сбор данных о студентах, добавление учащихся на курс, отслеживание процесса обучения для каждого студента по отдельности и автоматизация мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах позволят ускорить процесс обучения и снизить вероятность возникновения случайной ошибки, обусловленной человеческим фактором.

Предметом исследования являются способы автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах. Объект исследования – системы автоматизации обучения. Цель данной работы заключается в формировании набора требований для реализации приложения, автоматизирующего мониторинг процесса обучения студентов на онлайн курсах, путем сравнительного анализа существующих решений.

Для достижения цели потребуется решить ряд задач:

- Собрать информацию о существующих решениях.
- Выделить критерии, по которым будет проводиться сравнение.
- Определить недостатки и преимущества существующих решений.

Сформировать перечень требований для реализации собственного веб-приложения.

II. Предметная область, сравнение аналогов

Так как настоящая работа связана с автоматизацией мониторинга процесса обучения студентов онлайн курсов, поиск аналогов был проведен среди решений, которые реализуют все или часть следующих возможностей: сбор данных о студентах, добавление учащихся на курс, рассылка писем студентам с информацией, касательной обучения, отслеживание процесса обучение студентов.

- Stepik

Stepik — образовательная платформа и конструктор онлайн-курсов, предоставляющая возможность учиться (в том числе и бесплатно), создавать свои курсы и обучать всех желающих. Помимо этого, на Stepik можно отслеживать процесс обучения для каждого обучающегося, в том числе информацию о начале обучения, количество набранных баллов для определенного курса.

Имеет бесплатный вариант использования, однако со следующими ограничениями: отсутствие возможности создавать приватные курсы и выдавать сертификат [1].

- Moodle

Moodle - это учебная платформа, предназначенная для предоставления преподавателям, администраторам и учащимся единой надежной, безопасной и интегрированной системы для создания персонализированной учебной среды.

Позволяет просматривать информацию об учащихся, отслеживать их процесс обучения [2].

- Etutorium

Etutorium – платформа для создания как вебинаров, так и онлайн-курсов с бесплатной технической поддержкой. У сервиса два отдельных сайта в зависимости от того, что необходимо создать.

Имеется возможность формирования отчетов успеваемости по группам, наличие сервиса email-рассылок [3].

- Eduardo

Eduardo – платформа для создания и запуска онлайн-курсов., позволяющая отслеживать процесс обучения.

Имеется бесплатный тариф с ограничением на пять курсов с возможностью добавить до 200 слушателей на курс [4].

Изучив вышеперечисленные аналоги, сформирована таблица 1, которая содержит сравнение описанных выше решений по выбранным критериям:

- Количество реализуемых возможностей

Количество реализуемых возможностей для реализации приложения, автоматизирующего мониторинг процесса обучения студентов на онлайн курсах, показывает насколько эффективен тот или иной аналог для решения нашей задачи. Список всех необходимых возможностей для реализации задачи автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах:

1. добавление учащихся на курс;
2. рассылка писем студентам с информацией, касательной обучения;
3. отслеживание процесса обучение студентов;
4. просмотр информации о студентах.

- Наличие бесплатного использования

Данный критерий отвечает за возможность бесплатно/платно использовать сервис для преподавателей.

В качестве обозначений примем "-" — нет возможности использовать бесплатно, "+" — есть.

- Формирование отчетов успеваемости по группам

Требуется, чтобы решение обладало возможностью формирования отчетов успеваемости по группам для более детального анализа успеваемости.

Таблица 1

Сравнение аналогов по критериям

	Критерии		
Решения	Количество реализуемых возможностей	Наличие бесплатного использования	Формирования отчетов по группам
Stepik	3	+/-	-
Moodle	4	+	+
Etutorium	2	-	+
Eduardo	1	+/-	-

Лучшим решением на основании обзора и анализа аналогов оказался Moodle, так как он имеет возможность бесплатного использования, решает большую часть требуемых подзадач для автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах. Хорошие результаты показал Stepik, однако в нем отсутствует возможность формирования отчетов по группам.

III. Требования к решению

Решение должно представлять собой web-приложение, автоматизирующее мониторинг процесса обучения студентов на онлайн курсах, обладающее всеми следующими возможностями:

- сбор данных о студентах;
- формирование отчетов об успеваемости по группам;
- добавление учащихся на курс;
- рассылка писем студентам с информацией, касательной обучения;
- отслеживание процесса обучение студентов.

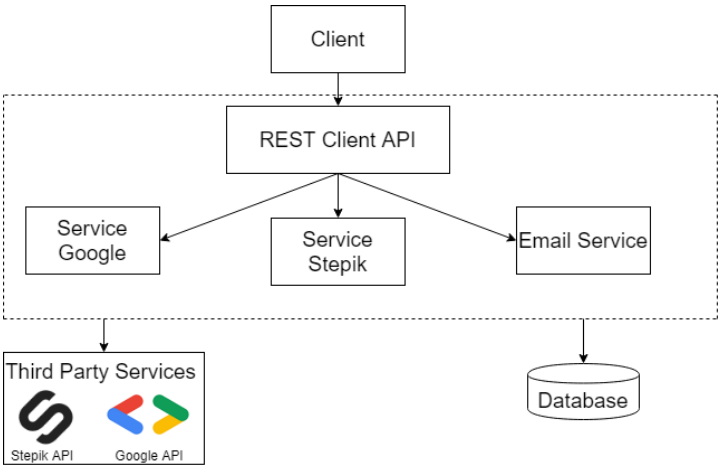


Рис. 1. Структура модуля

Для реализации сбора информации о студентах будут использоваться google формы и google таблицы, так как данные сервисы обладают открытым API. На основе полученных данных будет происходить автоматическое добавление студентов в онлайн курс с использованием API платформы, на которой размещен курс. Информирование студентов об успеваемости будет реализовано при помощи SMPT сервера.

Схема архитектуры приложения представлена на рис. 1.

IV. Заключение

По результатам сравнительного анализа существующих решений, которые полностью или частично реализуют возможности для решения задачи автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах, лучшим решением оказался Moodle. Moodle и Stepik могут решать большее число задач, касательно автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах, в отличии от Etutorium и Eduardo. Возможностью полного бесплатного использования обладает только Moodle, в то время как Stepik и Eduardo имеют свои ограничения при бесплатном использовании, Etutorium же является полностью платной платформой. В планах на дальнейшие исследования разработка собственного решения, которое будет представлять из себя web-приложение, обладающее всеми возможностями для автоматизации мониторинга процесса обучения студентов на онлайн курсах.

Список литературы

1. https://welcome.stepik.org/ru/about (дата обращения 22 декабря 2019)
2. https://docs.moodle.org/38/en/About_Moodle (дата обращения 5 мая 2020)
3. https://etutorium.ru/ (дата обращения 16 февраля 2020)
4. http://eduardo.studio/ (дата обращения 16 февраля 2020)
5. Кудрявцев А.В.; НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МОБИЛЬНЫХ УСТРОЙСТВ В УЧЕБНОМ ПРОЦЕССЕ ВУЗА, 6 p., 2015. Available at: https://cyberleninka.ru/article/n/novye-vozmozhnosti-ispolzovaniya-mobilnyh-ustroystv-v-uchebnom-protsesse-vuza/viewer (дата обращения 22 декабря 2019)

РЕЗУЛЬТАТЫ АПРОБАЦИИ СРЕДСТВ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ ДЛЯ ЗАДАЧИ БИНАРНОЙ КЛАССИФИКАЦИИ АУДИОДАННЫХ ОКЕАНОГРАФИЧЕСКОЙ ОБСЕРВАТОРИИ

В.Е. Стрельников, Е.О. Белоусов

[1]*АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор»,*

[2]*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»*

Аннотация. В работе исследуется вопрос классификации сигналов на выходе энергетического обнаружителя с распределением на полезные и ложные. Для решения задачи применяется алгоритм машинного обучения с учителем, заключающийся в использовании ансамбля решающих деревьев, «Случайный лес». Описывается процесс обучения модели классификатора, а также настройки его параметров. Приведены результаты апробации классификатора на модельных данных, процент качества классификации.

Ключевые слова: классификация, обучение с учителем, решающее дерево.

Введение

При решении задачи обнаружения недетерминированных сигналов на практике используется энергетический обнаружитель, основанный на пороговой обработке. Выбор порога обнаружения в этом случае основан на учете двух взаимоисключающих факторов: обеспечение максимальной чувствительности тракта обнаружения и минимизации вероятности ложной тревоги. Последний фактор наиболее актуален в случае, когда результат работы обнаружителя сказывается на нагрузке оператора, ввиду необходимости дополнительной ручной классификации сигналов (принятия решения о достоверном обнаружении сигнала). Таким образом, при обеспечении максимальной чувствительности тракта обнаружения, актуальной становится задача строгой бинарной классификации

данных на выходе обнаружителя на полезные сигналы и ложные срабатывания по статистическим признакам. При решении задач такого вида одним из способов решения проблемы является подход «обучения с учителем» [2]. В докладе определён перечень статистических характеристик сигналов, приводится процесс построения модели классификатора. Показаны результаты апробации алгоритма на модельных данных с использованием классификатора «Случайный лес» [3].

Постановка задачи

Предлагаемый доклад посвящён решению задачи строгой бинарной классификации недетерминированных сигналов при обеспечении максимальной чувствительности тракта обнаружения. Классификация сигналов производится на основе их признакового описания с использованием средств поддержки принятия решений – деревьев принятия решений. На основании полученного признакового описания, с учётом обеспечения максимальной чувствительности тракта обнаружения, добиться снижения вероятности ложной тревоги путём бинарной классификации сигналов.

Ход решения

Определение статистических характеристик. При построении классификатора для решения задачи снижения вероятности ложной тревоги подразумевается формирование статистической выборки (обучающая выборка), подаваемой на его вход. Применение методов спектрального анализа сигналов позволяет выявить и сформировать ряд количественных признаков их идентифицирующих. Их них можно сформировать статистические данные в формате подаваемой на вход классификатора обучающей выборки. При этом стоит уделить особое внимание взаимосвязи характеристик между собой для выявления закономерностей и провести анализ с помощью построения корреляционной матрицы по всем статистическим данным. Этот подход позволяет исключить характеристики, мало влияющие на однозначную идентификацию.

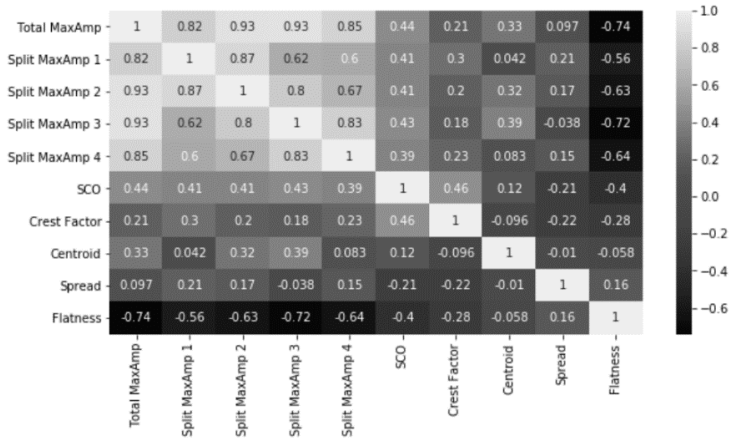


Рис. 1. Корреляционная матрица спектральных характеристик сигналов с наибольшим значением коэффициента корреляции

Для построения модели были выбраны следующие спектральные характеристики, обладающие наибольшим коэффициентом корреляции (рис. 1):

1. Максимальное значение мгновенной амплитуды (Total MaxAmp) спектра сигнала[1].

2. Максимальные значения мгновенной амплитуды 4-х интервалов (Split MaxAmp) спектра сигнала [1].

3. Превышение значения мгновенной амплитуды спектрального отсчёта над её среднеквадратичным отклонением (SCO).

4. Пик-фактор (Crest Factor) — отношение пиковой и средней мощностей сигнала.

5. Центр масс спектра (Centroid) [4] — связан с характеристикой звукового тембра «яркостью звука», которая позволяет выделять компоненты звукового целого.

6. Распределение спектра (Spread) [4] — является мгновенной шириной спектра.

7. Плотность спектра (Flatness) [4] — отражает степень тональности звукового сигнала. Высокое значение параметра плотности спектра (близкое к 1) означает степень принадлежности звукового сигнала к шуму, а низкое значение (близкое к 0) показывает его близость к тональному сигналу.

Выбор и построение модели классификатора. Среди большого количества методов «обучения с учителем» средства принятия решения, а именно их подкласс – решающие деревья [3], способы выявлять нелинейные зависимости произвольной сложности. Настройка параметров модели дерева является достаточно сложной задачей, поэтому наиболее целесообразно применить здесь бутстрэп-агрегирование и создать усреднённую модель на основе набора решающих деревьев. Указанный подход называется «Случайный лес».

Таким образом, процесс построения модели классификатора для решения поставленной задачи можно разделить на следующие этапы:

1. Подготовка обучающей выборки – расчёт выборки статистических характеристик сигналов, распределение данных на тренировочную и тестовую выборку.

2. Обучение модели – подача тренировочной выборки на классификатор и настройка его параметров таким образом, чтобы обеспечить максимальную чувствительность тракта обнаружения. Следовательно, процент ошибочно классифицированных сигналов не должен превышать 10% от общего количества. Следует избежать точности предсказания равной 100% из-за возможного переобучения модели.

3. Проверка модели на тестовых данных – подача тестовой выборки на классификатор, построение кривой и матрицы ошибок, определение итоговой точности классификации.

Результаты моделирования

Для обучения и тестирования модели классификатора используется свободный набор записей гидрофонов океанографической обсерватории МакМердо [6]. Набор содержит 2229 wav-файлов с длительностью от 3 до 10 секунд и включает в себя как сигналы, так и шумы. На первом этапе построения классификатора было получено признаковое описание 628 сигналов и шумов на основе выбранных ранее статистических характеристик. 439 сигналов включены в тренировочную выборку, а оставшиеся 189 – в тестовую. Анализ звуковых файлов и построение модели классификатора производилось на языке программирования Python версии 3.8 в среде Jupyter Lab. Модель классификатора «Случайный лес» взята из библиотеки машинного обучения Scikit-learn [5].

На втором этапе проводилась настройка классификатора и рассматривались следующие диапазоны его параметров:

1. Количество решающих деревьев в «Случайном лесу»: от 10 до 250;
2. Максимальная глубина отдельного дерева: от 3 до 30;
3. Максимальное количество листьев: от 1 до 50;
4. Максимальное число разбиений множеств: от 2 до 10.

С учётом настройки параметров классификатора на последнем этапе было выявлено, что в случае вхождения в «Случайный лес» 42 решающих деревьев со средней глубиной 7 и средним числом узлов 31 достигается максимальная точность классификации. На основе кривой (рис. 2) и матрицы (рис. 3) ошибок, обученная модель на тренировочной выборке правильно классифицирует в 97% случаев, на тестовой – в 90% случаев.

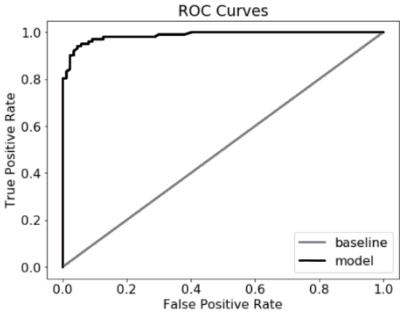


Рис. 2. Кривая ошибок (оценка обучения модели)

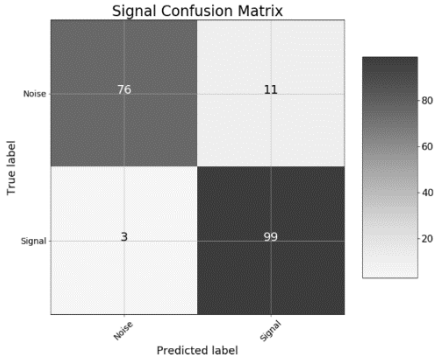


Рис. 3. Матрица ошибок (оценка прогноза модели)

Заключение

Исследован вопрос построения классификатора на основе средств машинного обучения, а именно – деревьев принятия решений. Проведён сравнительный анализ статистических характеристик сигналов, среди которых были выбраны наиболее точно описывающие взаимосвязь (на основе матрицы корреляции) с объектом такие как: максимум амплитуды, превышение над среднеквадратичным отклонением, пик-фактор, центр масс, распределение, плотность. Предложен алгоритм бинарной классификации сигналов на основе метода машинного обучения «Случайный лес». Апробация алгоритма показала, что точность классификации на основе предложенной модели составляет 90%.

Список литературы

1. Рыбин С.В. Математические методы цифровой обработки сигналов, учебное пособие. СПб.: СПбГЭТУ "ЛЭТИ", 2015.
2. Лапко А.В., Ченцов С.В., Крохов С.И., Фельдман Л.А. Обучающиеся системы обработки информации и принятия решений. Непараметрический подход. Новосибирск: Наука, 1996.
3. Левитин А.В. Алгоритмы. Введение в разработку и анализ. Деревья принятия решений. М.: Вильямс, 2006
4. Johnston J.D. Transform coding of audio signals using perceptual noise criteria, IEEE Journal on Selected Areas in Communications. – 1988. – №6. – С. 314-323
5. Machine learning in Python «Scikit-Learn» [электронный ресурс]: Jérémie Du Boisberrangern. – URL: https://scikit-learn.org/ (Дата обращения: 15.10.2019).
6. Underwater Sounds » [электронный ресурс]: McMurdo Oceanographic Observatory. – URL: https://moo-antarctica.net/audio (Дата обращения: 21.10.2019).

РЕШЕНИЕ СИСТЕМ ТРОПИЧЕСКИХ ЛИНЕЙНЫХ УРАВНЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ АЛГОРИТМА ГРИГОРЬЕВА

А. А. Тарасова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Тропическая математика – недавно появившаяся и быстро развивающаяся область математики. В связи с открытием новых её приложений возникла задача разработки эффективных тропических аналогов классических алгоритмов.
Алгоритм Григорьева – это тропический аналог алгоритма Гаусса, он позволяет решать системы тропических линейных уравнений. Он гарантированно находит решение, если оно существует, или устанавливает, что система не решаема, в противном случае.
В статье приведены основные термины и описание алгоритма.

Ключевые слова: тропическая математика, тропические системы линейных уравнений, корень тропического полинома, решение системы тропических линейных уравнений, алгоритм Григорьева

1. Основные определения тропической математики

Тропическое полукольцо – это множество вещественных чисел с бесконечностью , над которым определены 2 операции:
– тропическое умножение;
– тропическое сложение.

Исходя из этого, тропический полином – это

$$\min_{i \le j \le n} \left\{ a_{i,j} + x_j \right\}, \ 1 \le i \le m \tag{1}$$

что получается путём перевода на язык классической математики тропического представления

$$f(x) = \bigoplus_{i<m} a_i \otimes x_i .$$

В общем случае, когда мы имеем дело со степенями переменных, тропический полином

$$f(x) = \bigoplus_{i<m} a_i \otimes x_i^{k_i} .$$

приобретает вид

$$f(x) = \min_{i \le m} \left\{ a_i + k_i x_i \right\}.$$

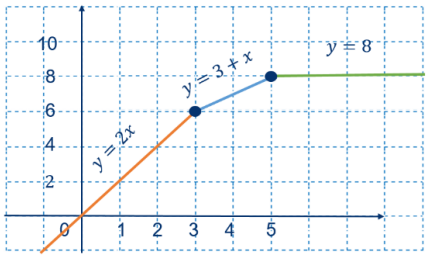


Рис. 1. График кусочно-линейной функции

Такой вид обоснован тем, что возводя x в степень k, мы тропически умножаем x на себя m раз. А тропическое умножение – это привычное нам сложение, значит, получаем mx.

Тропический полином – это кусочно-линейная функция (рис. 1), и её корни – это точки негладкости, т.е. излома. В них минимум достигается хотя бы на двух мономах.

2. Система тропических линейных уравнений

Исходя из того, что тропический полином определяется формулой (1), система тропических линейных уравнений[1] – это

$$\min_{i \le j \le n} \left\{ a_{i,j} + x_j \right\},\ 1 \le i \le m \qquad (2)$$

Так как корень полинома – это точка, в которой минимум достигается не менее, чем в двух мономах, решением системы линейных уравнений является строка из n элементов, при добавлении которой ко всем строкам матрицы системы ни в одной из строк не окажется строгих минимумов (под строгим минимумом мы понимаем , то есть минимум в строке встречается ровно один раз). При этом важна именно сумма строк, ведь полином – это минимум из сумм переменных с их коэффициентами.

Отметим, что если существует решение одной системы, а другая задана матрицей, отличающейся от неё только в некоторых столбцах, причем различаются столбцы двух систем только на константу, то решение второй системы существует. Оно может быть получено из решения первой путём добавления разности первых строк матриц к известному решению.[2] Если же на константу отличаются друг от друга строки систем, то их решения одинаковы. Иначе говоря, класс разрешимых тропических систем линейных уравнений инвариантен относительно добавления константы ко всем числам одной строки или столбца. Решений для каждой системы бесконечно много, все они отличаются друг от друга на константу, поэлементно добавленную к строке. Это справедливо, потому что при увеличении всех значений строки на одно и то же число количество минимумов не изменится – строгих минимумов возникнуть не может.

Отметим, что решение системы сводится к поиску ряда преобразований матрицы (добавлений констант), которые приведут систему к такому виду, что её решением станет нулевая строка.[2] Для получения строки-решения будет достаточно найти разность первых строк исходной и преобразованной матриц – это позволит определить константы, добавленные к каждому из столбцов.

3. Алгоритм Григорьева

Алгоритм Григорьева, [1][2] представляет собой тропический аналог алгоритма Гаусса. Он состоит из нескольких простых шагов.

Во-первых, операция спуска матрицы:

1. Создаётся пустое множество J, в которое будут добавляться столбцы.
2. В него добавляется столбец, в котором лежит строгий минимум первой строки.
3. Далее рассматриваются только не лежащие в J столбцы. Если одному из них принадлежит единственный минимум какой-либо из строк (и в данном случае не играет роли, сколько её минимумов лежит на столбцах из J), то такой столбец добавляется во множество J, при этом строки и столбцы переставляются, чтобы такие минимумы попадали на главную диагональ матрицы. Повторяем этот шаг, пока не добавим все удовлетворяющие условию столбцы.
4. Если J принадлежат все столбцы матрицы, то система решений не имеет.
5. Добавляем ко всем столбцам, принадлежащим J, вычисленную константу.

Стоит сказать, что порядок добавления столбцов определен не однозначно, но максимальное J на каждом спуске будет единственным.

Во-вторых, вычисление константы. Оно выполняется следующим образом:

1. Рассматриваем ровно столько строк, сколько столбцов принадлежит J. Очевидно, что при любом соотношении числа уравнений к числу переменных в J будет столбцов не больше, чем строк в системе – в J добавляются только столбцы с минимумами каких-либо строк.
2. Для каждой из этих строк вычисляем два числа: первое – минимум по лежащим в J столбцам, а второе – минимум по не принадлежащим множеству.
3. Для каждой строки из второго числа вычитаем первое.
4. Находим минимум разностей, вычисленных в третьем пункте.

Такой минимум и будет искомой константой. Это максимальное число, добавление которого к столбцам из J, для строк, все минимумы которых лежат внутри J, не изменит ни количество, ни положение минимумов. Разность, определённая в пункте 3, ни для одной из строк не может быть отрицательной, так как минимум строки всегда меньше или равен локальному, и не может быть нулевой, так как за счёт перестановок строк мы гарантируем, что все минимумы первых l строк, где l – мощность J, лежат внутри J.

В-третьих, непосредственно алгоритм:

1. Если в системе ни в одной из строк нет строгих минимумов, то решением является нулевая строка. Алгоритм завершает работу.
2. Иначе переставляем строку, в которой строгий минимум есть, так, чтобы она стала первой, а также делаем первым столбец, которому этот минимум принадлежит.
3. Выполняем спуск матрицы.
4. Повторяем шаги 1-3, пока не будет установлено, что решения нет, или пока матрица не будет избавлена от всех строгих минимумов по строкам.
5. Если решение существует, то оно равно разности первых строк полученной и исходной матриц.

Таким образом, алгоритм точно найдёт решение, если оно существует, либо установит, что решений для такой матрицы не существует.

Верхняя оценка сложности, приведенная автором, равна , где, в соответствии с формулой (2), M – максимальный элемент матрицы (причём за счёт свойств, приведённых в разделе 2 о решении тропических линейных систем мы можем считать, что все элементы матрицы неотрицательны, а значит, не смысла использовать здесь модуль), m – число переменных, n – число уравнений. Она получена путём оценки сложности индуктивного перехода от матрицы, приведённой в [1]. Затем верхнюю оценку уточнил А. П. Давыдов[2]: она равна $O\left(\log M \cdot m \cdot n^2 \cdot C^n_{m+n}\right)$.

Также Д.Ю. Григорьев [1] выдвигал предположение о том, что нижняя оценка сложности полиномиальная. А. П. Давыдов привёл контрпример [2] этому предположению. Сложность построения контрпримера объясняется тем, что если зафиксировать один из параметров: *m, m* или *M,* то алгоритм Григорьева, действительно, работает полиномиальное время.

Список литературы

1. Grigoriev D. Complexity of solving tropical linear systems // Preprint MPIM 2010-60, Bonn, to appear in Computional Complexity

2. А. П. Давыдов, Оценки сложности алгоритма Григорьева для решения тропических линейных систем, Зап. научн. сем. ПОМИ, 2012, том 402, 69–82

АСИМПТОТИКА ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ТИПИЧНЫХ ДИАГРАММ ЮНГА ДЛЯ МАРКОВСКИХ ПРОЦЕССОВ НА ГРАФЕ ТВЕРДЫХ РАЗБИЕНИЙ

Е. Тян

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И.Ульянова (Ленина)

Аннотация. Четырехмерные диаграммы Юнга, также известные как твердые разбиения, – важный комбинаторный объект, возникающий в самых различных приложениях. Реализован программный пакет, включающий в себя модель четырёхмерных диаграмм Юнга. Моделировались различные марковские процессы на графе твердых разбиений. Получены оценки скорости роста количества угловых клеток и длины поперечника в диаграммах, порожденных этими процессами.

Ключевые слова: твердые разбиения, марковские процессы, диаграммы Юнга, асимптотическая комбинаторика, градуированные графы.

Твердое целочисленное разбиение или четырехмерная диаграмма Юнга – естественное обобщение двумерной диаграммы Юнга [1]. Этот объект имеет приложения в различных областях науки, в том числе в статистической физике [2, 3]. Твердое разбиение числа n можно представить как трехмерный массив неотрицательных чисел: $\sum_{i,j,k} n_{i,j,k} = n$, где $n_{i+1,j,k} \leq n_{i,j,k}, n_{i,j+1,k} \leq n_{i,j,k}$ и $n_{i,j,k+1} \leq n_{i,j,k} \forall i,j$ и k. Геометрически четырехмерная диаграмма Юнга может рассматриваться как совокупность последовательно вложенных друг в друга трехмерных диаграмм Юнга. На рис. 1 приведен пример четырехмерной диаграммы Юнга, состоящей из 15 клеток.

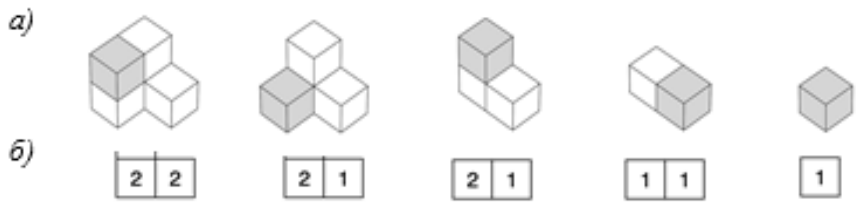


Рис. 1. Пример четырехмерной диаграммы Юнга: а) в трехмерной нотации, б) в двумерной нотации

Угловой клеткой диаграммы Юнга называется клетка, которую можно удалить из диаграммы, не нарушив ее структуру. На рис. 1 а) угловые клетки закрашены серым цветом. Четырехмерным поперечником называется прямая, проходящая через клетки с одинаковыми координатами. Длиной поперечника диаграммы является длина отрезка поперечника, расположенного в пределах диаграммы.

Граф твердых разбиений является бесконечным ориентированным градуированным графом, в вершинах которого находятся четырехмерные диаграммы Юнга, а ребра связывают вложенные друг в друга диаграммы, отличающиеся одной клеткой. Корнем графа называется его первый уровень, состоящий из единственной диаграммы размера 1. На рис. 2 изображено начало графа твердых разбиений.

На этом графе, как и на любом другом градуированном графе, может быть определен марковский процесс: каждому ребру ставится в соответствие определенная переходная вероятность, для каждой диаграммы сумма исходящих вероятностей задается равной

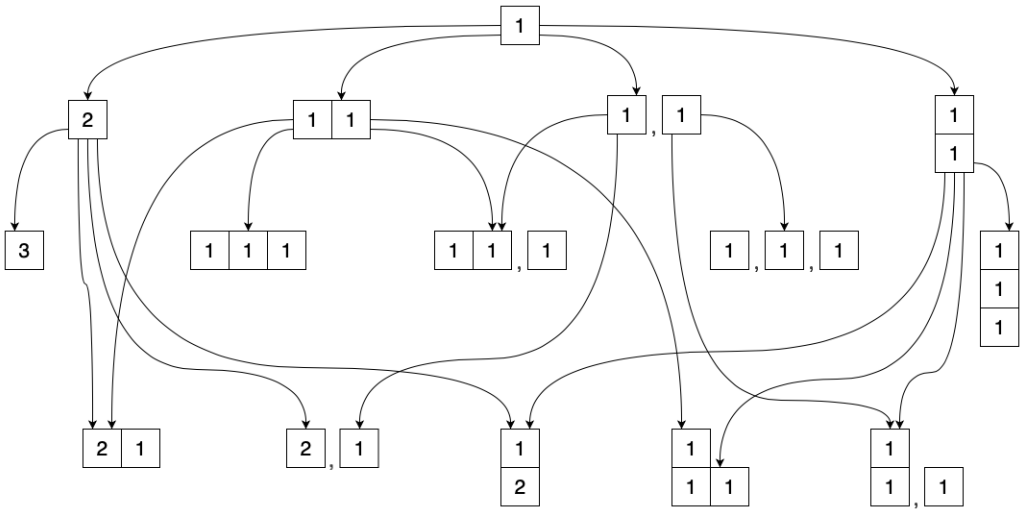


Рис. 2. Первые три уровня графа твердых разбиений

единице. В настоящей работе рассматриваются последовательности твердых разбиений, построенные из корня графа с помощью различных марковских процессов. Изучается асимптотическое поведение формы диаграмм Юнга в этих последовательностях.

Одним из рассмотренных марковских процессов является четырехмерный процесс Ричардсона, в котором для каждой вершины вероятности исходящих ребер равны. Также был рассмотрен т. н. псевдопланшерелевский процесс, являющийся четырехмерным обобщением трехмерного псевдопланшерелевского процесса [4]. Вероятность перехода из диаграммы λ в диаграмму λ' рассчитывается по формуле:

$$p(\lambda \nearrow \lambda') = p(\lambda, x, y, z, l) = \prod_{i=0}^{x-1} \frac{h(\lambda, i, y, z, l)}{h(\lambda, i, y, z, l) + 1} \prod_{j=0}^{y-1} \frac{h(\lambda, x, j, z, l)}{h(\lambda, x, j, z, l) + 1} \prod_{n=0}^{z-1} \frac{h(\lambda, x, y, n, l)}{h(\lambda, x, y, n, l) + 1} \prod_{m=0}^{l-1} \frac{h(\lambda, x, y, z, m)}{h(\lambda, x, y, z, m) + 1},$$

где $h(\lambda, x, y, z, l)$ – длина четырехмерного крюка клетки (x, y, z, l) в диаграмме Юнга λ. Четырехмерный крюк клетки с координатами (x, y, z, l) включает в себя саму клетку, а также клетки с координатами x', y', z', l', удовлетворяющие условию:

$$\left[\begin{array}{l} (x' \geq x) \wedge (y' = y) \wedge (z' = z) \wedge (l' = l) \\ (x' = x) \wedge (y' \geq y) \wedge (z' = z) \wedge (l' = l) \\ (x' = x) \wedge (y' = y) \wedge (z' \geq z) \wedge (l' = l) \\ (x' = x) \wedge (y' = y) \wedge (z' = z) \wedge (l' \geq l) \end{array}\right..$$

Длиной крюка называется количество клеток, входящих в крюк.

Для любого марковского процесса на градуированном графе может быть построена т. н. жадная последовательность [5]. Такие последовательности не являются случайными: к диаграмме Юнга последовательно добавляются клетки с максимальными вероятностями. В данной работе изучались как случайная, так и жадная псевдопланшерелевские последовательности.

Решалась задача оценки скорости роста количества угловых клеток четырехмерной диаграммы Юнга для вышеприведенных процессов. Оценка производилась из предположения, что количество угловых клеток диаграммы растет как $C_1 \cdot \sqrt[4]{n^3}$, где C_1 – некоторая константа, n – размер четырехмерной диаграммы Юнга. Также оценивалась скорость роста длины поперечника для четырёхмерной диаграммы Юнга, которая описывается функцией $C_2 \cdot \sqrt[4]{n}$.

Была построена последовательность из $14 \cdot 10^7$ диаграмм Юнга с помощью процесса Ричардсона, а также случайная и жадная псевдопланшерелевские последовательности длиной $6 \cdot 10^6$. Значения констант C_1, C_2 для процесса Ричардсона оценивались по последним $6 \cdot 10^7$ диаграммам, а для случайной и жадной псевдопланшерелевских последовательностей – по последним $2{,}5 \cdot 10^6$ диаграммам. Полученные оценки констант C_1, C_2 представлены в табл. 1.

Таблица 1

Оценки констант в функциях количества угловых клеток и длины поперечника для различных последовательностей твердых разбиений

	Последовательность процесса Ричардсона	Случайная псевдопланшерелевская последовательность	Жадная псевдопланшерелевская последовательность
Количество угловых клеток	0.69697	0.96207	1.46733
Длина поперечника	0.93709	0.95662	0.94439

Для некоторых марковских процессов на графе Юнга существует предельная форма диаграмм, т. е. функция, к графику которой в пределе стремится нормированный фронт диаграммы. Предельная форма двумерного процесса Планшереля задается формулой [6]:

$$S = \begin{cases} \frac{2}{\pi}(u \arcsin u + \sqrt{1+u^2}), |u| \le 1 \\ |u|, |u| \ge 1 \end{cases}, u = \frac{x-y}{\sqrt{n}}. \quad (1)$$

На данный момент предельная форма четырехмерного псевдопланшерелевского процесса не известна. В данной работе проверялось стремление краев фронта трехмерных слоев диаграммы к предельной форме (1). На рис. 3 приведен пример трехмерного слоя диаграммы размера 10^5. Также на рисунке изображены кривые (1). Как видно из рисунка, кривые достаточно близко проходят от краев фронта трехмерного слоя диаграммы. В дальнейшем планируется более детальное изучение этого свойства четырехмерных псевдопланшерелевских диаграмм Юнга.

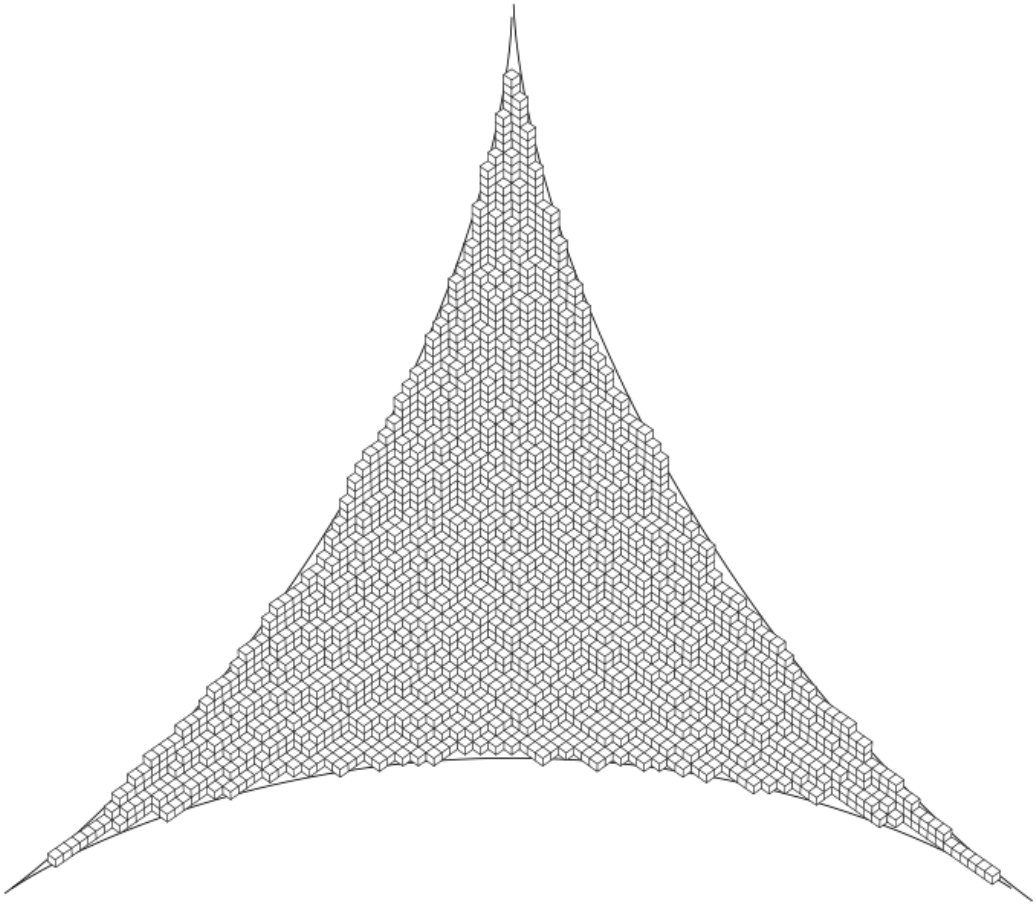


Рис. 3. Первый трехмерный слой твердого разбиения из случайной псевдопланшерелевской последовательности

Важным свойством двумерного процесса Планшереля является центральность: вероятности путей между любой фиксированной парой диаграмм одинаковы. Известно [4], что трехмерный псевдопланшерелевский процесс не является центральным. К дальнейшим планам относится исследование вопроса об асимптотической близости четырехмерного псевдопланшерелевского процесса к центральному.

Список литературы

1. Эндрюс Г. Теория разбиений. // М.:Наука. Главная редакция физико–математическоѝ литературы, 1982. С.80-97

2. Wu F. Y., Rollet G., Huang H. Y., Maillard J. M., Hu C-K and Chen C-N 1996 Directed compact lattice animals, restricted partitions of an integer, and the infinite-state Potts model Phys. Rev. Lett.

3. Temperley H. N. V. 1952 Statistical mechanics and the partition of numbers II: the form of crystal surfaces Proc. Cambr. Phil. Soc.

4. Н. Н. Васильев, А. Б. Терентьев, “Моделирование мер, близких к центральным, на трехмерном графе Юнга”, Теория представлений, динамические системы, комбинаторные методы. XXIV, Зап. научн. сем. ПОМИ, 432, ПОМИ, СПб., 2015, 68–82; J. Math. Sci. (N. Y.), 209:6 (2015), 851–859

5. Васильев Н. Н., Дужин В. С. Построение неприводимых представлениѝ симметрическоѝ группы S(n) с большими и максимальными размерностями. // Информационно–управляющие системы. 2015. No 3. С. 17–22. doi:10.15217/issn1684-8853.2015.3.17

6. Вершик А. М., Керов С. В. Асимптотика максимальноѝ и типичноѝ размерностеѝ неприводимых представлениѝ симметрическоѝ группы // Функциональныѝ анализ и его приложения. 1985. Т. 19. No 1. С. 25–36.

СИСТЕМНЫЙ АНАЛИЗ И ИНФОРМАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

СПОСОБ ПРЕДОТВРАЩЕНИЯ УТЕЧКИ КОНФИДЕНЦИАЛЬНЫХ ДАННЫХ ИЗ ИНФОРМАЦИОННОЙ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ МЕТОДА ЛАТЕНТНО-СЕМАНТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

С.А. Краснов, Е.Б. Ашмаров, А.С. Грибовская

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В работе рассматривается задача снижения рисков информационной безопасности компаний от инсайдерской деятельности путём перехвата и анализа электронных писем в ИС на основе метода латентно-семантического анализа.

Ключевые слова: информационная безопасность, латентно-семантический анализ, конфиденциальные данные, противодействие утечке информации, сингулярное разложение.

Цели и задачи

Целью данной работы является поддержание информационной безопасности компаний от инсайдерской деятельности с помощью разработанного специального программного обеспечения (СПО), реализующего способ предотвращения утечки конфиденциальных данных из информационной системы (ИС), который на основе метода латентно-семантического анализа (ЛСА) осуществляет семантический анализ информации для дальнейшего принятия решения.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи: создание программного модуля (ПМ) для перехвата электронных писем, исследование путей повышения эффективности методов анализа текстовой информации, создание ПМ для анализа текстовой информации, интеграция вышеперечисленных ПМ в эргономичное СПО.

Актуальность работы

Согласно официальной статистике компании InfoWatch большая часть киберпреступлений совершается сотрудниками пострадавших компаний [0]. В 14% случаев преступники используют рабочую электронную почту для незаконной передачи информации.

Из соображений экономии денежных средств оптимальным решением будет написание СПО для перехвата и анализа почты, учитывающее специфику конкретной компании.

Существующие решения, выполняющие схожие функции

1. Data Leak Prevention системы (DLP-системы). DLP-система предоставляет широкий спектр возможностей, представляющий собой комплексную защиту от разных типов угроз (в том числе и от рассматриваемых в данной работе), но такая гибкость и всеобъемлемость также заложена в стоимость данного продукта [0].

2. Поисковые системы от компаний Google и Яндекс. Несмотря на то, что алгоритмы поисковых запросов являются коммерческой тайной, общий принцип их работы, основан-

ный на применении ЛСА, может использоваться при разработке нашего программного обеспечения. Вместе с тем, стоит учитывать, что поисковые алгоритмы имеют другие цели и задачи, а также проходят длительный этап машинного обучения, во время которого задействуются огромные базы данных. В нашей же работе объём информации, предназначенной для обучения алгоритма, будет значительно меньше, а входными данными будут являться не запросы, а анализируемые почтовые сообщения [0].

3. Спам-фильтр Dr.Web. Специфика работы спам-фильтра направлена в первую очередь на защиту от спама [0], отчего большая часть его функциональных возможностей не затрагивает вопросы, рассматриваемые в настоящей работе. Однако процедура семантического анализа текста в письмах с помощью специальных словарей и его дальнейшей фильтрации перекликается с нашей задачей. При этом отсутствует возможность исследования эффективности методов и алгоритмов, проводящих подобный анализ, ввиду того, что они являются коммерческой тайной.

Анализ существующих решений, позволяет сделать вывод о том, что есть целесообразность разработки СПО предотвращения утечки конфиденциальных данных с применением математических инструментов, повышающих точность основополагающих методов анализа информации. Кроме того, СПО наилучшим образом реализуется только в случае его разработки для решения задачи перехвата и анализа электронных писем в ИС с учетом специфики компании.

Описание выбранного метода анализа текста

Для обеспечения предотвращения утечки конфиденциальных данных из информационных систем применяется поиск информации по образцу. Процесс поиска включает в себя два основных этапа:

1. Формирование тематической категории.
2. Поиск информации по тематической категории.

Этап поиска информации включает в себя:

1. Предварительная обработка текстовой информации.
2. Объединение эталонных документов всех тем в единую матрицу употребляемости.
3. Латентно-семантический анализ матрицы употребляемости.
4. Корреляционный анализ вектора входного документа и векторов матрицы употребляемости.
5. Выбор необходимого критерия для принятия решения о принадлежности документа к тематической категории.

Рассмотрим подробнее метод ЛСА. Метод ЛСА для тематического моделирования определяет темы внутри коллекции документов, создавая разреженную матрицу «лексемы/документы», где строками являются лексемы, а столбцами – документы [0]. Каждое значение в матрице соответствует частоте встречаемости данной лексемы в данном документе и может нормализоваться с помощью TF-IDF. Затем к матрице нужно применить метод сингулярного разложения SVD (1) для ее разложения на матрицы, представляющие собой комбинации «лексемы/темы», важность тем и «темы/документы» [0]:

$$A = VWU^T \tag{1}$$

где V и U − ортогональные матрицы, а W − диагональная матрица, значения на диагонали которой называются сингулярными значениями A.

Особенность такого разложения состоит в том, что если в W оставить только k наибольших сингулярных значений, а в матрицах V и U только соответствующие этим

значениям столбцы, то произведение A_k получившихся матриц V_k, W_k, U_k будет наилучшим приближением исходной матрицы *A* матрицей ранга *k*. Эта операция называется понижением ранга. Понижение ранга позволяет добиться следующих результатов:

1. Снизить значимость случайных попаданий в документ терминов, не соответствующих общему смыслу документа.
2. Снизить отрицательное влияние синонимии и полисемии.
3. Сократить объем вычислений.

Если в качестве матрицы *A* использовать матрицу употребляемости, то матрица A_k отражает основную структуру ассоциативных зависимостей, присутствующих в исходной матрице.

Для вычисления зависимости между входным вектором терминов и векторами матрицы употребляемости применяются различные методы статистического анализа. Например, используется метод косинусной меры близости (2):

$$\cos(\vec{X}_i, \vec{Y}) = \frac{(\vec{X}_i, \vec{Y})}{\left\|\vec{X}_i\right\| \cdot \left\|\vec{Y}\right\|} \tag{2}$$

где $\vec{X}_i$ – *i*-ый вектор матрицы A_k, $\vec{Y}$ – входной вектор терминов.

Описание архитектуры конечного программного обеспечения

Итоговую программу условно можно разделить на 3 логических модуля: почтовой части, отвечающей за сбор и хранение почты, семантического анализатора, обрабатывающего текст сообщений, и интерфейса.

На рисунке 3 изображена диаграмма деятельности, иллюстрирующая процесс обработки системой запроса на анализ письма.

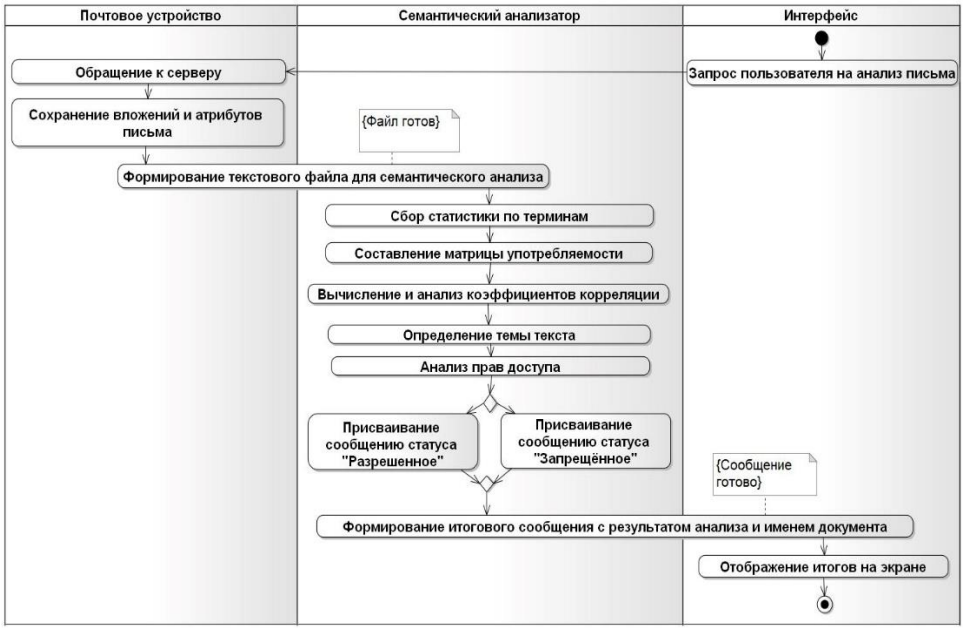


Рис. 3. Обработка запроса на анализ письма

Почтовая часть принимает на вход логин и пароль сотрудника и выполняет следующие функции: подключение к почтовому серверу через пару логин/пароль; передача темы, времени отправления и тела письма, адреса получателя/отправителя и прикреплённых к

нему вложений; хранение проанализированных сообщений; проверка на наличие новых сообщений по данному адресу; добавление хэша от сообщения для определения одинаковых писем, чтобы сохранять только новые письма. Результатом работы являются сохранённые файлы вложений и текстовые файлы формата txt с необходимой для семантического анализа информацией.

Семантический анализатор принимает на вход результат работы почтовой части и реализует ряд операций: сбор статистики по терминам; составление матрицы употребляемости, которая учитывает семантические зависимости; вычисление и анализ коэффициентов корреляции между вектором анализируемого документа и векторами эталонных документов; определение темы, к которой относится анализируемый текст, и присвоение сообщению статус после сравнения прав доступа.

Пользовательский интерфейс предоставляет пользователю возможность получать новые письма и запускать их анализ. Пользователь может запросить получение результатов анализа новых сообщений с последней проверки и увидеть количество разрешённых и подозрительных сообщений. Кроме того система позволяет пользователю получить более детальную информацию о подозрительных сообщениях.

Заключение

В ходе исследований был проведен всесторонний анализ методов анализа текстовой информации с учетом возможности их применимости для решения задачи анализа электронных писем в ИС после их перехвата.

На основе полученных результатов была спроектирована структура СПО в составе ИС, предотвращающая утечку конфиденциальной информации на основе метода латентно-семантического анализа, которая полностью решает поставленные задачи и отвечает установленным требованиям.

Список литературы

1. Аналитика отрасли информационной безопасности // Сайт группы компаний InfoWatch. URL: https://www.infowatch.ru/analytics (дата обращения: 12.04.2020).
2. Защита данных с помощью DLP-системы // Сайт компании СёрчИнформ. URL: https://searchinform.ru/resheniya/biznes-zadachi/ (дата обращения 12.04.2020).
3. Поисковый алгоритм «Палех» // Блог IT-компании Яндекс. URL: https://yandex.ru/blog/company/algoritm-palekh-kak-neyronnye-seti-pomogayut-poisku-yandeksa (дата обращения 12.04.2020).
4. Технологии антиспам-фильтрации // Сайт компании Dr.Web. URL: https://products.drweb.ru/antispam/ (дата обращения: 12.04.2020).
5. Landauer T. K., Foltz P., Laham D. An Introduction to Latent Semantic Analysis. — Discourse Processes, 25, 1998.
6. Бенгфорт Б., Билбро Р., Охеда Т. Прикладной анализ текстовых данных на Python. Машинное обучение и создание приложений обработки естественного языка. — СПб.: Питер, 2019. — 368 с..

HOW TO BECOME AN IT-SEC PERSON? (A COMPLETE GUIDE TO SECURITY ROADMAP)

ZAHRA DOROSTKAR[1], GHADER AHMADI DIDEHBANI [2]

[1]*Saint Petersburg Electrotechnical University,*

[2]*Penetration Tester*

Abstract. Security is the very basic aspect of human life. With developing societies and deploying of information and systems people turn to information security and information technology security more in their lives. Also in new societies people seek for security vocations more. So a comprehensive view of this area is needed. In this article we present a model for classification of information technology(IT) security fields to help people know it more precisely.

Keywords: IT-Sec, Security, Information, Network, Programming, Database, Web, Operations Security(OpSec)

1.Introduction

"I wanna be a hacker" , "security field has good salary" , "security is Cool", "should I know mathematics for security?", "should I know programming for security?" … These are some words which are very familiar and maybe you have heard or even said so. But what security really consist of and how we can pursue it?

There are different companies and organizations those present their own categories or roadmaps like SANS that presents 3-areas training roadmap, or GIAC that has its 3-areas focus job group. And some organizations like CompTIA provide people with different certifications in information technology and security areas. But none of them gives us a clear assortment to find out which field is better suitable for us and what we need to pursue. Here we create a model for everybody to have a real comprehensive view of IT security.

2.Model

First of all security is a branch of "IT and Computer Science and Engineering". Yes, it contains software topics and yes it has physical fields and hardware and also yes it contains law, social aspects, and moral issues. So we can not just say it is a branch of engineering or just science. In this model we consider security as a pyramid from very base into high technical area. And introduce every part by its jobs and related professions in order not to be just an abstract name of category. By means of field studies, we found out two main concerns of people who want to enter this field are knowledge of mathematics and level of programming and no guide about this exists. The other issue is that nowadays people face to a huge amount of information in this area and finding and choosing good resources is one of main concerns of people. So another aspect that is considered in this model is introducing useful resources. Since information around the world is changing regularly this part of our model can change too. In every category threats and attacks are included to show that what we might face to in this particular field. Also there are certificates of every part for pursuing that more precisely. In addition we add conferences part because it is needed to be up-to-date in any chosen area. Such view can be used by everybody from newbies to professionals.

LM = Levels of mathematics : 0- not needed , 1-basic mathematics , 2-secondary school, 3-high school, 4-advanced (focused on an exact area)

LP = Levels of programming : 0-not needed, 1-familiar with, 2-good at one, 3-good at some, 4-professional (focused on one language or more)

Security category: Subcategory1/2/3, Related profession1/2/3, job1/2/3, LM, LP, Related attacks/threats, Useful books and resources, Related certificate1/2/3, Related conference1/2/3

2.1.Physical security: Eternal/Internal/Server(security guards, protective barriers, locks, access control, perimeter intrusion detection, deterrent systems, fire protection,), Protecting and barriers, preventing and detecting intrusion, Guard/Camera monitoring, 0, 0, Penetrating/lock breaking/natural surveillance, Cisco:Five Steps to Accurate and Compelling Physical Security ROI/Effective Physical Security:Fifth Edition, ASIS's PSP/PSC, IFSEC International/Intersec Dubai/ISC West/Security Essen- Germany

2.2.Cyber law: Computing/Internet, Legal informatics/law, Cybercrime Investigator/Cybersecurity Lawyer/Data Privacy Officer, 0, 1, -, -, software licenses/end user license agreements/free software licenses/open-source licenses, State of Play/International Conference on Cyberlaw and Cybersecurity ICCC/Cyber Diplomacy: A Balance between Freedom and Security

2.3.Security policies and standards: Acceptable Use Policy/Access Control Policy/Change Management Policy/Information Security Policy, Legal informatics/Law, Cyber Security Policy Specialist, 0, 1, -, Information Security Policies Procedures and Standards, FERPA/GLBA/ HIPAA/PCI DSS/DFARS 7012/NIST 800-171/SANS'sAUP/NIST's ACP/SANS's CMP, -

2.4.Management, Risk management and Governance: Management/Risk Analysis/Disaster Recovery/Governance, Chief Information Security Officer (CISO)/Chief Security Officer (CSO)/Data Privacy Officer/Data Security Analyst(under supervision of IT manager)/Disaster Recovery Specialist/Governance Compliance & Risk (GRC) Manager/Information Security Analyst/Information Security Manager(Director)/Security Awareness Training Specialist/Security Operations Center (SOC) Manager, 1, 1, -, Cyber Security Management: A Governance Risk and Compliance Framework, SANS:MGT415, Gartner Security and Risk Management/RSA/DRJ Spring World/IIA 2020 General Audit Management (GAM)/ISC West/ASIS Europe/Continuity Insights 2020 Management/RIMS /Compliance Week/InfoSecurity Europe/BlackHat USA/GSX/Interop/RMI/ISC East/SecTor/RIMS ERM

2.5.Forensic and Network Intrusion: monitoring/analyzing/investigating, Network/forensics, Chief Information Security Officer (CISO)/Digital Forensics Analyst/Incident Responder/Intrusion Detection Analyst, 2, 1, Configuration attack/Denial of service (DoS) attack/Man in the middle attack/User data and identity privacy attack, Computer Forensics:Investigating Network Intrusions and Cybercrime(CHFI), Certified Forensic Computer Examiner (CFCE)/Certified Computer Examiner(CCE)/Global Information Assurance Certification(GIAC)/EnCase Certified Engineer(EnCE)/Access Data Certified Examiner(ACE), Network Forensic Process Techniques Tools and Trends Riga/Network Forensics Network Security and Forensic Analysis Lisbon/Network Forensics Dubai

2.6.Security Architecture and Design: Computer Systems Architecture/Systems Security Architecture/Security Models/Security Product Evaluation Methods and Criteria, Project Management/Analysis Software Leadership/Software Development/Software Quality Assurance, Cybersecurity Scrum Master/Chief Security Officer(CSO)/Cloud Security Architect/IT Security Architect, 2, 2, Client-side Vulnerabilities/Server-based Vulnerabilities/Database level Vulnerabilities/Large Scale Parallel Computing Vulnerabilities/Distributed System Vulnerabilities/Cryptographic System Vulnerabilities, Computer Architecture and Security: Fundamentals of Designing Secure Computer Systems/Hands-On Cybersecurity for Architects: Plan and design robust security architectures/Cloud Native Architectures: Design high-availability and cost-effective applications for the cloud, GIAC Defensible Security

Architecture(GDSA)/CREST Registered Technical Security Architecture (CRTSA)/EC-Council's Certified Network Defense Architect (CNDA)/GIAC Defensible Security Architecture (GDSA)/IACRB's Certified SCADA Security Architect (CSSA)/(ISC)²'s CISSP-ISSAP, SACON/RSA

2.7.System Control Security: -, supervisory management/programmable logic controllers (PLC)/ proportional-integral-derivative(PID)/remote terminal units(RTU)/Risk assessment/Vulnerability assessment/Defense planning, SCADA (Supervisory control and data acquisition) Security Analyst/Security Operations Center (SOC) Analyst/Information Assurance Analyst/Threat Hunter, 2, 2, External/Internam(on PLC/on HMI), Industrial Network Security: Securing Critical Infrastructure Networks for Smart Grid SCADA and Other Industrial Control Systems/Hacking Exposed Industrial Control Systems: ICS and SCADA Security Secrets & Solutions, ISA 99 / IEC 62443 Cyber Security Certificate Program/GIAC Global Industrial Cyber Security Professional (GICSP)/Certified SCADA Security Architect (CSSA)/PECB certified SCADA manager, SCADA Australia/SCADA Technology summit US/NextGen SCADA Global Germany/WCICSS UK/RSA/Threat hunting Europe

2.8.Network Security: Wired/Wireless, Network/Malware analysis/Management, Network Security Administrator/Network Security Engineer/Red Team Member/Penetration tester, 2, 2, Wiretapping/Port scanner/Idle scan/Encryption/Traffic analysis/Virus/Eavesdropping/Data modification/Denial-of-service attack/DNS spoofing/Man in the middle/ARP poisoning/VLAN hopping/Smurf attack/Buffer overflow/Heap overflow/Format string attack/SQL injection/Phishing/Cross-site scripting/CSRF/Cyber-attack, The TCP/IP Guide: A Comprehensive Illustrated Internet Protocols Reference/HTTP: The Definitive Guide/Internetworking with TCP/IP Volume One, CompTIA Network+ Certification, Cryptography and Network Security London/Network Security and Technology New York/Network Security and Current Threats Rome/Network Security and Internet Architecture Singapore/Network Security and Detection Systems Amsterdam/Network Security Attack Methods and Current Threats Montreal/Computer Networks and Security Berlin/Network Security and Attack Methods London/Network Security and Security Timeline Tokyo/Network Forensics Network Security and Forensic Analysis Lisbon/Network and Distributed System Security Symposium California

2.9.Database Security: Technical/Procedural(administrative)/Physical, Database/Data Warehouse/ Application Security/Encryption, Database Security Engineer/Cloud Security Engineer/Data Recovery Specialist*/Security Auditor/Red Team Member, 2, 1*/4, Excessive privileges/SQL Injections/Malware/Weak Audit Trail/Backup Exposure/Weak Authentication/DB Vulnerabilities and Misconfiguration/Unmanaged Sensitive Data/Denial of Service/Limited Security Expertise and Education , IT Auditing Using Controls to Protect Information Assets/Implementing Database Security and Auditing, SANS's Application and Database Security, Data and Applications Security and Privacy

2.10.Web Security: Services/Applications, Network/Programming/Cryptography, Blockchain Developer(Engineer)*/Bug Bounty Hunter/Cyber Insurance Policy Specialist/Cyber Intelligence Specialist/Cyber Operations Specialist – Conduct offensive cyberspace operations/Ethical(White Hat)Hacker/Penetration Tester,Red Team Member, 2/4*, 3/4, URL Interpretation attacks/Input Validation attacks/SQL Injection attacks/Impersonation attacks/Buffer Overflow Attacks, Web Application Hackers Handbook 2nd Edition/Browser Hackers Handbook/Tangled Web/Silence on the Wire: A Field Guide to Passive Reconnaissance and Indirect Attacks/Penetration Testing: A Hands-On Introduction to Hacking/GrayHat Hacking 5th edition/Hacking: The Art of Exploitation, 2nd Edition (Lighter/easier compared to the next

book)/The Shellcoder's Handbook: Discovering and Exploiting Security Holes (Old but gold, CIW Web Security Specialist

2.11.IoT Security: -, Real-time analytics/Machine learning/Commodity sensors/Embedded systems, Automotive security engineer/IoT (Internet of Things) Security Specialist/IIoT (Industrial Internet of Things) Security Specialist, 3, 2, weak authentication/forgetting to change default credentials/unencrypted messages sent between devices/SQL injections and poor handling of security updates/denial-of-service (DOS), The IoT Hacker's Handbook: A Practical Guide to Hacking the Internet of Things, -, IoT Security Summit/Black Hat USA/ENISA-Europol Internet of Things Security/IoT Security Foundation/Symposium on Securing the IoT

2.12.Operating System Security: Reverse Engineering/Malware Exploitation Types/Forensics, Programming, network, Operating system, Reverse engineer/Malware Exploiter/Forensics engineer, 2, 3, Username-Password /User card-key/User attribute(fingerprint-eye retina pattern- signature)/Random numbers/Secret key/Network password/Trojan Horse/Trap Door/Logic Bomb/Virus/Worm/Port Scanning/Denial of Service, Practical Reverse Engineering: (x86, x64, ARM, Windows Kernel, Reversing Tools, ...)/Practical Binary Analysis: Build Your Own Linux Tools for Binary Instrumentation, .../The IDA Pro Book/The Ghidra Book (upcoming)/Getting Started with Ghidra/Reversing: Secrets of Reverse Engineering/Practical Malware Analysis: The Hands-On Guide to Dissecting Malicious Software, IEEE/EuroSec

2.13.Software and Application Security: Windows/Linux/Android/Java/iOS(Secure coding, Penetration testing, Hardening), -, Cybersecurity Software Developer(Engineer)/Malware Analyst/Mobile Security Engineer/Red Team Member/Source Code Auditor/Virus Technician/Vulnerability Assessor, 2, 4, ARP Spoofing/Botnet/Cache Poisoning/Computer Worm/Keylogger/ Malware/Man-in-the-Middle Attack/Rootkit/SQL Injection/Spoofing Attack/Spyware, BlackHat Python/GrayHat Python/Android Hackers Handbook/Android Security Internals/iOS Application Security/iOS Hackers Handbook/Mobile Application Hackers Handbook/The Art of Software Security Assessment: Identifying and Preventing Software Vulnerabilities/Art of Software Security Testing The: Identifying Software Security Flaws/OWASP Core Review Guide v2, Modern Memory Safety: C/C++ Vulnerability Discovery, Exploitation, Hardening/Penetration Testing: A Hands-On Introduction to Hacking/GrayHat Hacking 5th edition/Hacking: The Art of Exploitation/The Shellcoder's Handbook: Discovering and Exploiting Security Holes, CSSLP – Certified Secure Software Lifecycle Professional/GWEB/GSSP-JAVA/GSSP-.NET/ GCSA, RSA/Troopers Germany/Cyber Security & Cloud Expo Global/Infosecurity Europe/OWASP Global/AppSec/Black Hat USA/DEF CON/(ISC)² Security Congress/SANS/ZeroNights Russia/PHDays Russia

2.14.Cryptographic Engineering: Symmetric/Asymmetric/Hashing/hardware(hardware design, access control, secure multi-party computation, secure key storage, ensuring code authenticity, measures to ensure that the supply chain that built the product is secure among other things), Linear Algebra/Programming/Algorithm design/Hardware design, Cryptanalyst/Cryptographer, Cybersecurity Hardware Engineer/PKI Analyst/Red Team Member, 4, 3/4, Attacks on public-key cryptosystems/Chosen-plaintext attacks/Cryptanalytic software/Password cracking software/Side-channel attacks, Serious Cryptography/Practical Cryptography, Security+, Crypto USA/Eurocrypt Europe/Asiacrypt Asia and Australia/RWC, ACNS/INDOCRYPT/RSA Conference/SAC/FOCS/STOC/ICALP/CSS - International Conference on Cryptography and Security System

3.Conclusion

In this article we present a model for categorizing IT-Security fields. In this model we consider a comprehensive view that is needed to pursue security fields precisely regardless to aim whether it is vocational or educational or entertaining. This model is a pyramid form which is started from very basic aspect (physical) to top technical aspect (cryptography). However we are working on it and it is growing and we will improve it for future.

Refrences

1.Morgan S. , 2020, 50 Cybersecurity Titles That Every Job Seeker Should Know About
2.Kashfi H. , 2020, Security Books
3.Giordano D. , 2015, A brief tour about how to CISSP with mind map
4.SANS organization, 2019, SANS roadmap
5.Kun Wang, Miao Du, Yanfei Sun, Alexey Vinel, and Yan Zhang , 2016, Attack Detection and Distributed Forensics in Machine-to-Machine Networks
6.N. Sayegh, A. Chehab, I. H. Elhajj,A. Kayssi, 2013, Internal Security Attacks on SCADA Systems

АНАЛИЗ ПОТРЕБНОСТЕЙ СОТРУДНИКОВ НА ПРИМЕРЕ ДЕПАРТАМЕНТА ИНФОРМАЦИОННЫХ СИСТЕМ

А.А. Пожарская, А.А. Волосюк

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Мотивация – это важная составляющая для эффективной работы компании. В данной работе рассматривается компания, занимающаяся внедрением ERP- систем. Была выявлена связь между уровнем мотивации сотрудников и качеством внедрения информационных систем. Для разработки максимально эффективной системы мотиваций сотрудников нужно учитывать их потребности и желания. Именно поэтому в рамках данной работы была разработана анкета, на основе которой был проведен анализ и выявлены потребности сотрудников. По результатам опроса были даны рекомендации по улучшению мотивации сотрудников рассматриваемого департамента.

Ключевые слова: мотивация, сотрудники, информационная система, анализ, компания, эффективность, сотрудники.

Мотивация – это одна из главных функций управления персоналом, которая является существенной для успешного выполнения, требуемых от руководства задач [1]. Именно от мотивации зависит качество продукции или предоставляемых услуг, а также общее настроение как отдельного сотрудника, так и компании в целом.

Мотивация сотрудников является неотъемлемой частью успешного внедрения информационных систем (ИС). При повышении эффективности работы ИС важна не только техническая составляющая, но и человеческие ресурсы [2]. Дальнейшее использование ИС требует обучения и приобретения дополнительных навыков сотрудниками. Спустя какое-то время сотрудники, которые приобретут новые навыки в процессе внедрения системы, могут покинуть компанию. Компании будет трудно найти технические ресурсы для поддержания функционирования этой системы. Нужно будет учить новых сотрудников разбираться в этой системе, а это время и деньги.

Целью данного исследования является выявление потребностей сотрудников. На основе этих потребностей нужно будет строить систему мотиваций.

Анкета для изучения потребностей сотрудников была составлена на базе теорий А. Маслоу, Д.МакКлеланда и Ф. Герцберга, используя реальные факторы мотивации и стимулирования, имеющие место в практике работы читателя.

В анкетировании приняли участие 52 сотрудника Департамента информационных технологий.

Анализ ответов показал, что:

• у 96,2% опрошенных есть высшее образование и у некоторых не одно (7,7%), и лишь 3,8 процента опрошенных имеют среднее образование;

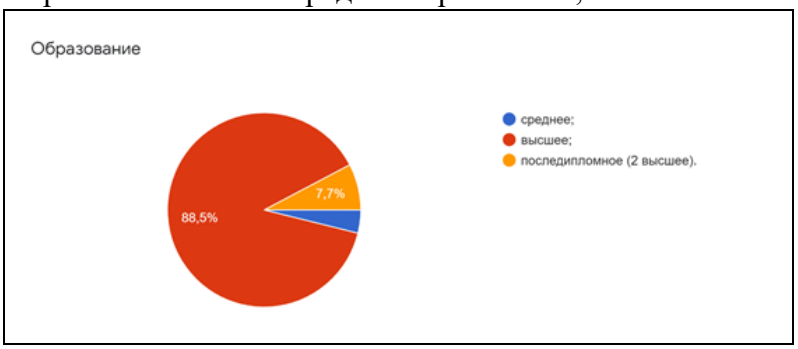


Рис. 1. Диаграмма «Образование»

• коллектив довольно слаженный, основное количество сотрудников работают уже более 3-х лет, «новичков» только 13,5%;

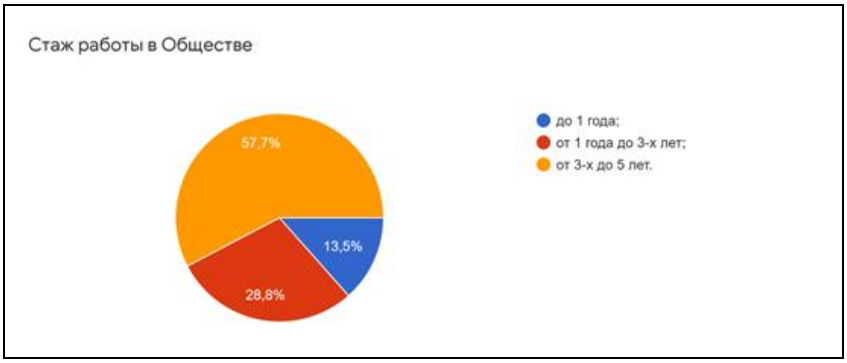


Рис. 2. Диаграмма «Стаж работы»

• почти 60% опрошенных хотели бы изменить свой должностной статус и подняться по карьерной лестнице;

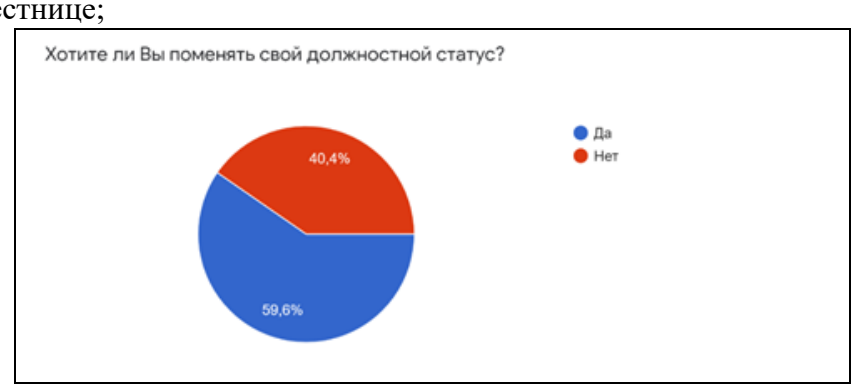


Рис. 3. Диаграмма «Количество желающих сменить должностной статус»

• удобство рабочего места как имеет немалое значение в эффективности работы, почти все сотрудники (96,2%) ответили утвердительно на вопрос «Влияет ли удобство рабочего места на качество и эффективность вашей работы?»;

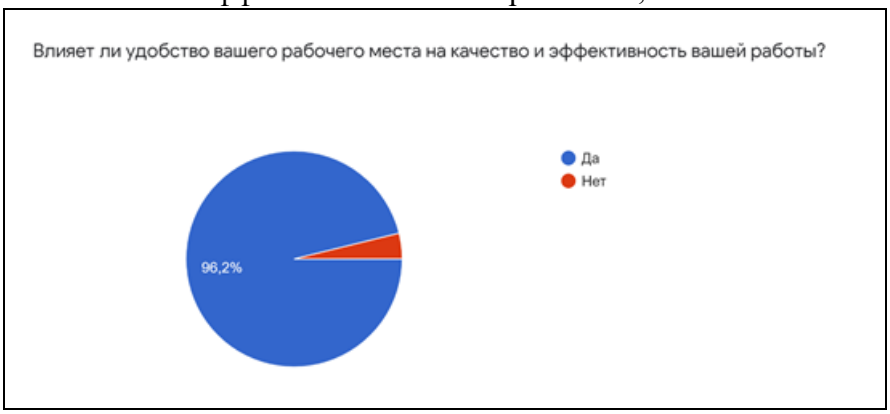


Рис. 4. Диаграмма «Влияние удобства рабочего места на качество и эффективность работы»

• важным фактором является и освещенность помещения, где работают сотрудники. Большая часть (82,7%) ответила, что им хватает света, но нужно обратить внимание на рабочие места остальных сотрудников;

Рис. 5. Диаграмма удовлетворенности освещенностью рабочего места

• почти трети сотрудников мало рабочего пространства на столе, но это может быть связано и с нерациональным распределением места или попросту захламлением, но стоит обратить на это внимание, т.к. для комфортной работы сотрудникам должно быть удобно, а наличие достаточного рабочего пространства также является неотъемлемой частью внутренней мотивации.

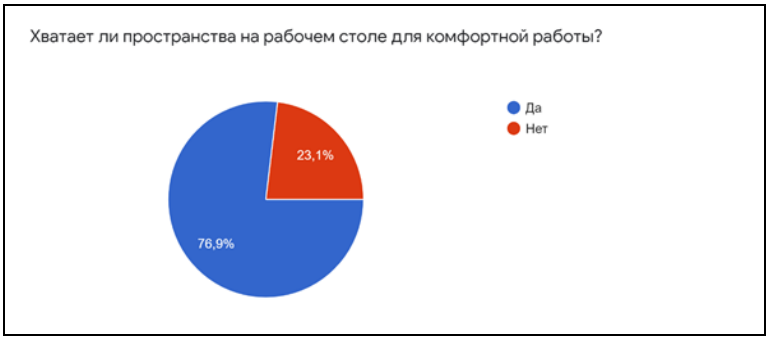


Рис. 6. Диаграмма удовлетворенности размером рабочего пространства

В результате проведенного исследования сделаны следующие рекомендации:

• усовершенствовать систему поощрений;
• улучшить условия труда;

- улучшить социально-психологические условия.

В заключении можно сказать, что сотрудники данного Департамента довольно целеустремленные люди. Большинство из них хотят двигаться по карьерной лестнице, развиваться и проявлять свои возможности в работе [3]. Эргономическая составляющая условий труда также влияет на эффективность работы. Приняв все исследованные данные во внимание, можно построить систему мотиваций, которая будет максимально эффективно действовать на работоспособность сотрудников.

Список литературы

1. Веснин В. Р. Управление персоналом: теория и практика. Учебник для ВУЗов. - М.: ПРОСПЕКТ, 2010. - с. 217.
2. Мескон М., Альберт М., Хедоури Ф. Основы менеджмента. - М.: Дело, 1992. - с. 161.
3. Кибанов А.Я. Управление персоналом: учебник для студентов вузов / А.Я. Кибанов, Л.В. Ивановская, Е.А. Митрофанова. - М.: РИОР, 2010. - с. 55.

АНАЛИЗ PE-ЗАГОЛОВКА ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ ВРЕДОНОСНЫХ ПРОГРАММ НА ОСНОВЕ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ

Фан Тхи Хай Ха

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В данной статье представлены рекомендуемые методы классификации и обнаружения вредоносных программ PE формата для ОС Windows на основе машинного обучения, а также рекомендации по их внедрению.

Ключевые слова: машинное обучение, вредоносные программы (malware), PE (Portable Executable) заголовок.

Введение

Сегодня компьютерные программы и приложения разрабатываются с большой скоростью. Вредоносные программные обеспечения (вредоносные ПО, агл. *malware*) появились и растут во многих форматах и становятся все более изощренными. Компьютерные преступники используют их в качестве инструмента для проникновения, кражи или подделки информации, нанося огромный ущерб отдельным лицам, предприятиям и даже угрожая национальной безопасности. В то же время машинное обучение также широко используется в качестве мощного инструмента для экспертов по безопасности для выявления вредоносных программ с высокой точностью, когда количество вредоносных достаточно велико, также их варианты стали разнообразными. Одним из основных методов является метод анализа PE-заголовка.

Целью является исследование существующих подходов к статическому анализу и отбор значимых для анализа атрибут PE файлов.

Приведенная в работе информация относится к исследованию вредоносных программ, представляющих собой приложение Windows (PE-.exe файл). Portable Executable (PE, переносимый исполняемый) — формат исполняемых файлов, объектного кода и динамических библиотек, используемый в 32- и 64-разрядных версиях операционной системы

Microsoft Windows. Это стандартный двоичный формат для файлов EXE и DLL под Windows.

Структура PE файла представлена на рисунке 1.

В рамках этой статьи нас интересует роль PE заголовок в выявлении вредоносных программ. PE-Заголовок содержит полезную информацию для анализа вредоносного програмытак как он содержит информацию, которая требуется операционная система для запуска исполняемого файла. Понимание общей структуры файлов PE и заголовка PE имеет важное значение в процессе анализа вредоносных программ, поэтому специалисты могут легко определить, как вредоносный код воздействует на файл. Особенно для вирусов (вредоносный код выполняет инфекционную функцию).

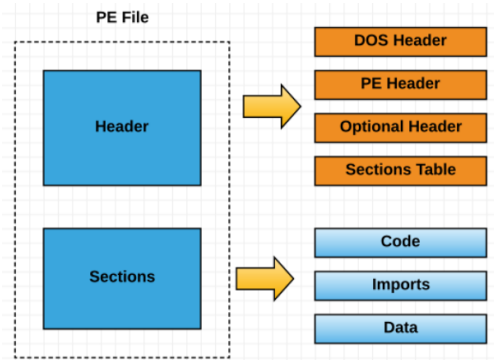


Рис. 1. Структура PE файла

Роль машинного обучения

Методы обнаружения вредоносных программ можно разделить на методы, основанные на сигнатурах и поведении. В настоящее время детекторы вредоносных программ, основанные на сигнатурах, могут хорошо работать с ранее известными вредоносными программами, которые уже были обнаружены некоторыми поставщиками антивирусных программ. Однако он не может обнаружить полиморфное вредоносное ПО, которое может изменять свои сигнатуры, а также новое вредоносное ПО, сигнатуры которого еще не созданы. Одним из решений этой проблемы является использование эвристического анализа в сочетании с методами машинного обучения, которые обеспечивают более высокую эффективность при обнаружении. Машинное обучение базируется на трех ключевых элементах: набор вредоносных данных (malware dataset), признаки (features) и модели/алгоритмы (model/algorithm).

Краткий рабочий процесс нашего обучения классификатора изображен на рисунке 2. Он состоит из классических этапов машинного обучения.

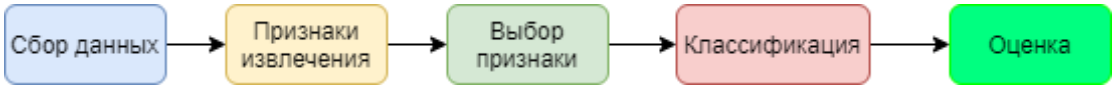


Рис. 2. Предлагаемая схема рабочего процесса простого машинного обучения

Набор данных был получен для проведения эксперимента с помощью сервиса VirusShare, сохранен в формате «data.csv» и состоит из:

- 41 323 бинарных файлов Windows (исполняемые файлы .exe и .dll) в виде допустимых (легитимных) файлов.
- 96 724 вредоносных файла, загруженных с веб-сайта VirusShare.

Тем не менее, архивы содержали все виды вредоносных файлов. Поэтому нам нужно было отфильтровать исполняемые файлы PE.

Программный комплекс:

- Jupyter notebook: веб-приложение, которое позволяет структурировать и перезапуск кусков кода в удобной для пользователя форме. Используется на этапах предварительной обработки и классификации данных;
- Модуль Python pefile: модуль Python, используемый для анализа файлов в формате PE. Модуль загружает все атрибуты PE-файла в объект. Эти атрибуты легко доступны через этот объект;
- Библиотека pandas: модуль Python используется для обеспечения функциональности инкапсуляции манипулирования данными, подготовки кадров данных для фазы обучения, предоставляемой scikit-learn. Загрузка вредоносного ПО «data.csv» с использованием библиотеки pandas в Jupyter Notebook представлена на рисунке 3. Результатом, полученным из сценария, является количество образ двух типов форматов, а также количество их важных признак.

```
In [3]: import pandas as pd
        malData = pd.read_csv("data.csv", sep="|")
        legit = malData[0:41323].drop(["legitimate"],axis=1)
        mal = malData[41323::].drop(['legitimate'], axis=1)
        print("Форма легитимного набора данных: %s образцы, %s признаки"%(legit.shape[0],legit.shape[1]))
        print("Форма набора данных вредоносных программ: %s образцы, %s признаки"%(mal.shape[0],mal.shape[1]))

        Форма легитимного набора данных: 41323 образцы, 56 признаки
        Форма набора данных вредоносных программ: 96724 образцы, 56 признаки
```

Рис.3. Загрузка вредоносного ПО «data.csv» с использованием библиотеки pandas

- Библиотека scikit-learn: Python фреймворк для машинного обучения, охватывающие методы выбора функций, алгоритмы классификатора, функции проверки и оценки производительности. Алгоритм выбрал 14 признаки заголовка, которые считаются наиболее важными. На следующих шагах были извлечены только соответствующие заголовки и созданы новые наборы данных для обучения классификатора.

```
LoaderFlags
NumberOfRvaAndSizes
SizeOfHeapCommit
BaseOfCode
SizeOfUninitializedData
SectionMaxRawsize
SizeOfInitializedData
SizeOfImage
ResourcesMaxSize
ResourcesMeanSize
SectionsMeanRawsize
BaseOfData
SizeOfCode
SizeOfStackCommit
SectionsMeanVirtualsize
SizeOfHeapReserve
```

Рис. 4 Самые важные признаки заголовка

Затем необходимо обучить модель на наборе данных вредоносных программ, чтобы он научился различать легитимные и вредоносные образцы. Используются несколько алгоритмов машинного обучения для построения простой модели классификации вредоносных программ: Случайного леса и Градиентного бустинга.

Необходимо протестировать двух разных алгоритма и сравнить их эффективность. Для этого необходимо разделить данные на 4 подмножества: легитимное обучение (legit training), легитимное тестирование (legit test), обучение вредоносных ПО (malware training)

и тестирование вредоносного ПО (malware test). Исходный код написан на языке Python, с использованием библиотек, перечисленных выше, простая модель машинного обучения сработала как цель, которую нужно изучить: классифицировать вредоносные программы с относительной точностью высокая (пример исходного кода для алгоритма случайного леса указан на рисунке 5).

Алгоритм случайного леса

```
from sklearn.model_selection import train_test_split
from sklearn.model_selection import cross_validate
from sklearn.metrics import confusion_matrix
Legit_Train, Legit_Test, Malware_Train, Malware_Test = sklearn.model_selection.train_test_split(Data_new, Target ,test_size=0.2)
clf = sklearn.ensemble.RandomForestClassifier(n_estimators=50)
clf.fit(Legit_Train, Malware_Train)
Result = clf.predict(Legit_Test)
CM = confusion_matrix(Malware_Test,Result)
print("Оценка точности по алгоритму Случайного леса:",clf.score(Legit_Test, Malware_Test)*100)
print("Ложно-положительная ставка:  %f %%" % ((CM[0][1] / float(sum(CM[0])))*100))
print("Ложно-отрицательная ставка: %f %%" % ((CM[1][0] / float(sum(CM[1]))*100)))
```

```
Оценка точности по алгоритму Случайного леса: 99.44947482796088
Ложно-положительная ставка:  0.414379 %
Ложно-отрицательная ставка: 0.867052 %
```

Рис. 5. Часть кода для алгоритма случайного леса

Экспериментальное обучение на инструменте Jupyter Notebook, получили следующие результаты о точности каждого алгоритма, ложноположительных и ложноотрицательных срабатываний (таблица 1).

Таблица 1

Результаты выполнения программы и сравнение 2 алгоритмов

№	Алгоритм	Точность, %	Процент ложноположительных срабатываний, %	Процент ложноотрицательных срабатываний, %
1	Случайный лес	99.358927	0.489312	1.000610
2	Градиентный бустинг	99.011227	0.727422	1.619483

Заключение

Экспериментируя с примерно 100 000 файлов, результаты этой статьи показали нам эффективное использование алгоритмов машинного обучения для обнаружения и классификации вредоносных программ (формат PE). Две модели (из двух алгоритмов классификации) машинного обучения, изученные в статье, соответствуют высокой точности, просты в реализации и широко применяются сегодня в областях информационной безопасности.

Список литературы

1. Samuel Kim. PE Header Analysis for Malware Detection [Электронный ресурс]: https://scholarworks.sjsu.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=1624&context=etd_projects
2. Cristi Vlad. Machine Learning for Malware Detection [Электронный ресурс]: https://www.youtube.com/watch?v=HMWulRpPpuA&list=PLonlF40eS6nzc7TqDshRo7k-mTM1Tu_j4.
3. Kaspersky Lab. 2016. Kaspersky Security Bulletin 2015. Overall statistics for 2015. [WWW document] - Режим доступа: https://securelist.com/analysis/kasperskysecurity-bulletin/73038/kaspersky-security-bulletin-2015-overall-statistics-for2015, свободный (дата обращения: 20.04.2020)
4. Prateek Lalwani. VirusShare data.csv - Режим доступа: https://raw.githubusercontent.com/prk54/malware-detection-machine-learning-approach/master/data.csv, свободный (дата обращения: 20.04.2020)

АУТЕНТИФИКАЦИЯ И АВТОРИЗАЦИЯ ПОЛЬЗОВАТЕЛЕЙ В МИКРОСЕРВИСНОМ ПРИЛОЖЕНИИ НА БАЗЕ ПРОТОКОЛА OAUTH 2.0

А.С. Ястребков, Я.А. Атаева, А.С. Машанин

Санкт-петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. В статье рассматривается подход к аутентификации и авторизации пользователей в распределённом микросервисном приложении на базе спецификаций OAuth 2.0 и OpenID Connect. Рассмотрен процесс аутентификации с использованием внешнего провайдера OpenID Connect на примере сервиса GitHub. Рассмотрены достоинства использования JSON Web Token (JWT) для авторизации пользовательских запросов.

Ключевые слова: сетевая безопасность, аутентификация, авторизация, микросервисы

Одним из распространённых подходов к проектированию сложных распределённых информационных систем является микросервисная архитектура[1]. Она представляет собой вариант сервис-ориентированной архитектуры, в котором отдельные компоненты системы выполняют как можно более простые функции, а взаимодействие между ними осуществляется с помощью легковесных транспортных протоколов (как правило, в стиле REST) [1]. Одним из недостатков такого подхода является сложность обеспечения безопасного доступа к защищённым ресурсам. Наличие множества компонентов, слабо связанных между собой, с требованием минимизации и ускорения межсервисного взаимодействия, требует такой системы авторизации пользователей, которая позволяла бы с минимальными накладными расходами идентифицировать пользователя и принимать решение о представлении ему доступа к ресурсам.

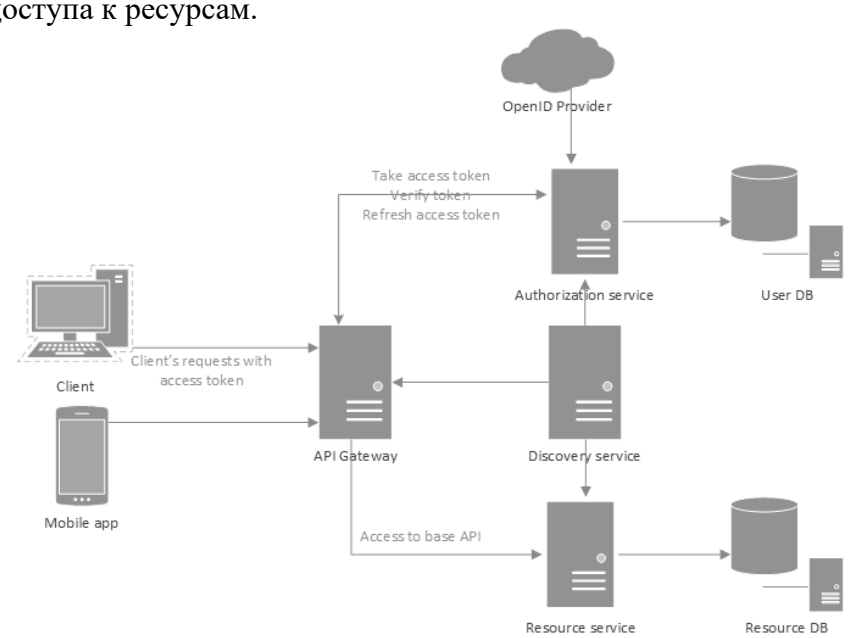


Рис. 1. Архитектура приложения

Одним из способов авторизации пользователей в микросервисном приложении является протокол OAuth 2.0 [2] и открытый стандарт аутентификации OpenID Connect [3] на его основе. Достоинствами подхода, предлагаемого в этих протоколах, являются:

- масштабируемость для распределённых систем (позволяет создать единый формат авторизации для больших систем из многих компонентов);
- поддержка подхода Single Sign-On (SSO) — системы единой авторизации для нескольких слабо связанных приложений, например, для пакета внутрикорпоративных приложений: почты, мессенджера, базы знаний, трекера активности и т. п.;
- надёжное хранение данных пользователя: в отличие от традиционной базовой HTTP-авторизации, где в каждом запросе передаются чувствительные данные, при использовании протокола OAuth 2.0 чувствительные данные передаются лишь единожды при аутентификации;
- синхронизация данных: информация о пользователе хранится в одном месте, остальные компоненты системы получают её по мере необходимости и могут легко обновить;
- хорошая поддержка со стороны библиотек;
- поддержка сторонних провайдеров аутентификации: Google, Facebook, GitHub и др. через стандарт OpenID Connect.

Для реализации авторизации и аутентификации на базе OAuth 2.0 предлагается архитектура, представленная на рис. 1.

В системе выделяются следующие «роли» компонентов:

1. Клиент (client) — клиентское приложение (браузер, десктопное приложение, мобильное приложение), которое запрашивает доступ к защищённому ресурсу.
2. API Gateway — приложение, обеспечивающее единую точку входа в защищённую инфраструктуру. Взаимодействие гейтвея с клиентом осуществляется через защищённое соединение (HTTPS), далее запросы могут передаваться по нешифрованным каналам, поскольку предполагается, что остальные компоненты находятся в защищённой сети без доступа извне (например, в единой облачной инфраструктуре). Гейтвей осуществляет перенаправление запросов и их первичную авторизацию.
3. Authorization service — сервис авторизации. Хранит информацию о пользователях, отвечает за аутентификацию и авторизацию пользователей. В случае аутентификации по OpenID Connect связывается с внешним провайдером (OpenID provider).
4. Resource service — сервис, владеющий защищённым ресурсом. В общем случае, таких серверов может быть множество.
5. Discovery service — сервис, отвечающий за взаимодействие и менеджмент микросервисов внутри закрытой сети.

В общем случае, каждый из сервисов может быть запущен на отдельном виртуальном или физическом сервере, в своём контейнере или выступать как отдельный процесс на общем сервере, привязанный к своему порту. В рамках микросервисной архитектуры предполагаются первые два варианта.

Схема взаимодействия клиентского приложения и сервера состоит из двух стадий.

1) Аутентификация — процедура проверки подлинности пользователя на основании, например, логина и пароля [4]. Больший интерес представляет аутентификация через внешних провайдеров. В этом случае наша система переносит задачу опознания пользователя на внешнюю систему. В качестве примера рассмотрена аутентификация через сервис GitHub. Диаграмма последовательности аутентификации через внешнего провайдера показана на рис. 2.

Существует ряд подходов к аутентификации через OpenID Connect. Наиболее распространённый — аутентификация с использованием кода доступа (access code). Пользова-

тель перенаправляется на страницу провайдера, вводит свои данные, после чего провайдер возвращает на указанный заранее при регистрации приложения у провайдера адрес код доступа. По этому коду, указав client_id и client_secret (формируются также при регистрации у внешнего провайдера), можно получить токен доступа (access_token). В рассматриваемом примере токен, полученный от провайдера, можно не использовать далее, формируя свой токен в формате JWT (JSON Web Token).

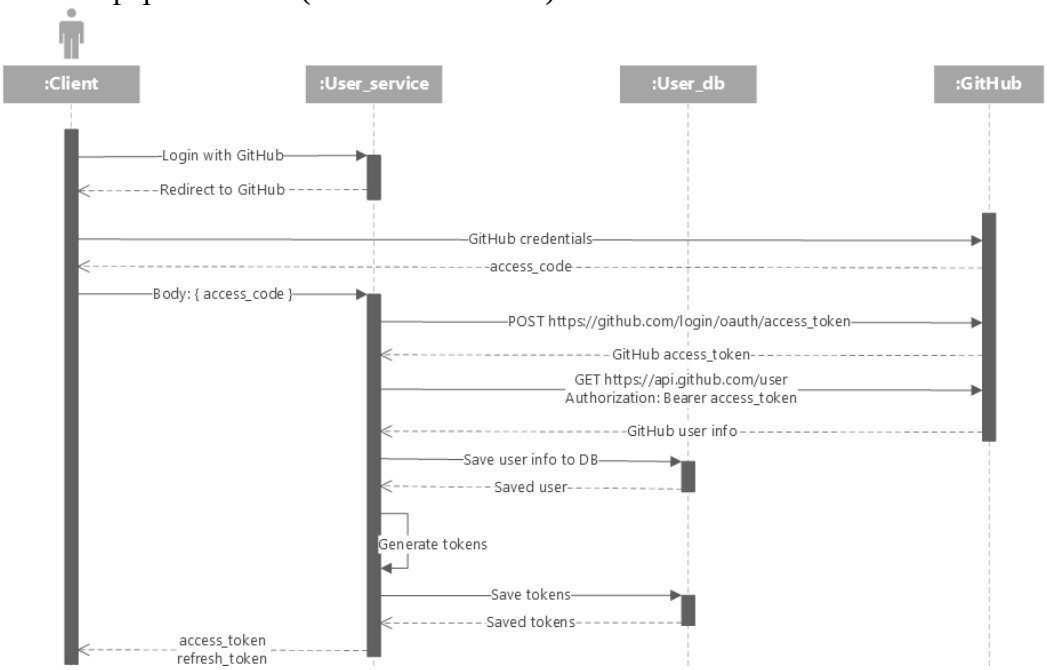


Рис. 2. Диаграмма последовательности для аутентификации пользователя через внешнего провайдера на примере GitHub

JWT — открытый формат JSON-документа, зашифрованного алгоритмом Base64-URL [5]. Токен однозначно идентифицирует пользователя, но не несёт чувствительной информации (например, пароль). Токен состоит из трёх частей, разделённых точками: заголовка (header, служебная информация), нагрузки (payload, информация о пользователе) и подписи (signature). Подпись формируется на основе нагрузки и секретного ключа с использованием одностороннего шифрования на базе SHA-256 или SHA-512 или асимметричного шифрования с использованием SSL-сертификатов. Токен имеет срок действия, зашифрованный в нагрузке. Достоинства токенов:

- нет необходимости в использовании куки;
- производительность: токен содержит минимально необходимую информацию о пользователе, ресурс-сервер по токену может получить всю нужную информацию;
- подпись защищает от подделок: не зная секретного ключа, подделать токен вычислительно сложно.

После аутентификации пользователь получает пару токенов: токен доступа (access token, имеет маленький срок действия, например, час) и refresh token, который обладает большим сроком действия и нужен для обновления пары токенов. Обновление выполняется клиентским приложением без участия пользователя.

2) Авторизация — предоставление пользователю доступа к защищённому ресурсу [4]. Схема авторизации в виде диаграммы последовательности представлена на рис. 3.

Каждый запрос к защищённому ресурсу сопровождается заголовком Authorization со значением токена доступа. Гейтвей извлекает этот заголовок и направляет запрос на валидацию токена к авторизационному сервису. Если валидация успешна (подпись токена корректна, данные пользователя совпадают с теми, что хранятся в базе), авторизационный сервис возвращает соответствующий статус, и запрос адресуется ресурс-серверу. На ресурс-сервере возможна реализация собственной системы безопасности (например, через фильтр безопасности, проверяющий наличие токенов в заголовке, или систему ролей пользователя, указанных в токене), но с учётом того, что запросы, дошедшие до ресурс-сервера, уже считаются валидными.

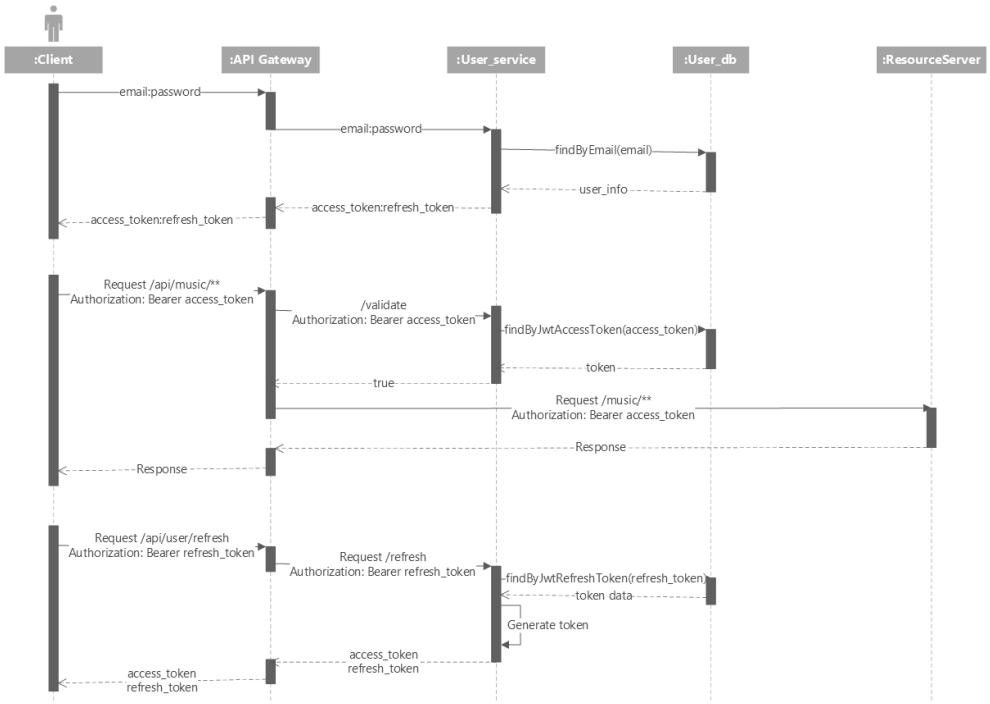


Рис. 3. Диаграмма последовательности для авторизации запроса пользователя и обновления пары токенов

Таким образом, ресурс-сервер не связан с базой данных пользователей, а авторизация осуществляется единым образом для всех компонентов приложения.

Список литературы

1. Fowler M., Lewis J. Microservices // MartinFowler.com. 25.03.2014. URL: https://martinfowler.com/articles/microservices.html (дата обращения: 26.04.2020).
2. Hardt D. RFC 6749 - The OAuth 2.0 Authorization Framework // Tools.IETF.com: IETF Documents. 10.2012. URL: https://tools.ietf.org/html/rfc6749 (дата обращения: 26.04.2020).
3. Sakimura N., Bradley J., Jones M., de Medeiros M., Mortimore C. OpenID Connect Core 1.0 incorporating errata set 1 // OpenID.net: OpenID Foundation website. 8.11.2014. URL: https://openid.net/specs/openid-connect-core-1_0.html (дата обращения: 26.04.2020).
4. Ричард Э. Смит. Аутентификация: от паролей до открытых ключей. М.: Вильямс, 2002. 432 с.
5. Jones M., Bradley J., Sakimura N. RFC 7519 - JSON Web Token (JWT) // Tools.IETF.com: IETF Documents. 05.2015. URL: https://tools.ietf.org/html/rfc7519 (дата обращения: 26.04.2020).

Сборник материалов

VIII Научно-практической конференции с международным участием

«НАУКА НАСТОЯЩЕГО И БУДУЩЕГО»

для студентов, аспирантов и молодых ученых

состоявшейся 14-16 мая 2020г.

в г.Санкт-Петербурге

Том I