



eISSN 2311-2468  
Том 2, № S3. 2014  
Vol. 2, no. S3. 2014

электронное периодическое издание  
для студентов и аспирантов

# Огарёв-онлайн

## Ogarev-online

<https://journal.mrsu.ru>



**МАРИСОВ М. А., НИЗАМУТДИНОВ А. С., СЕМАШКО В. В., ШАВЕЛЬЕВ А. А.**  
**СПЕКТРОСКОПИЯ АКТИВНОЙ СРЕДЫ В УЛЬТРАФИОЛЕТОВОМ**  
**ДИАПАЗОНЕ СПЕКТРА  $\text{LiCa}_{1-x}\text{Sr}_x\text{AlF}_6:\text{Ce}^{3+}$**

**Аннотация.** Целью работы является выращивание и исследование фторидных кристаллов со структурой кольквириита  $\text{LiCa}_{1-x}\text{Sr}_x\text{F}_6$ . Доказано, что синтезированные кристаллы являются однофазными монокристаллами. Показано, что за счет изменения химического состава удается смещать распределение примесных центров в сторону увеличения концентрации одного из них. Установлено, что коэффициент распределения ионов  $\text{Ce}^{3+}$  в  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  больше, чем в кристалле  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$ .

**Ключевые слова:** фторидные кристаллы, спектроскопия, лазерные материалы, метод Бриджмена-Стокбаргера, твердые растворы.

**MARISOV M. A, NIZAMUTDINOV A. S, SEMASHKO V. V, SHAVELEV A. A.**  
**SPECTROSCOPY OF UV ACTIVE MEDIUM  $\text{LiCa}_{1-x}\text{Sr}_x\text{AlF}_6:\text{Ce}^{3+}$**

**Abstract.** The aim of this work is growing of new materials based on fluoride crystals with the colquittiite structure  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6$ , as well as studying of their phase composition. The experiments demonstrate that for a series of crystals  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6$  distribution of reflections observed corresponds to the colquittiite structure, and the dependence of the lattice constant in the transition from  $\text{LiCaAlF}_6$  crystal to  $\text{LiSrAlF}_6$  crystal is linear. Also it was found that the absorption coefficient in mixed samples is much larger than in the unmixed ones.

**Keywords:** fluoride crystals, spectroscopy, laser materials, Bridgman-Stockbarger method, solid solutions.

Фторидные кристаллы со структурой кольквириита  $\text{LiCaAlF}_6$ , активированные редкоземельными ионами, являются эффективными активными средами твердотельных лазеров [1]. Значительное неоднородное колебательное уширение рабочих лазерных переходов этих ионов обуславливает широкую полосу перестройки лазерной генерации, а также возможность генерации импульсов ультракороткой длительности [2].

Основным недостатком данных соединений является низкая изоморфная емкость кристаллической решетки по отношению к редкоземельным ионам ( $\text{Ce}$ ,  $\text{Pr}$ ), что обуславливает низкую концентрацию примеси, либо высокое количество дефектов при попытках получить высококонцентрированные образцы [3]. При этом известно, что, варьируя химический состав соединения, а именно набор катионов кристаллической решетки, можно добиться повышения оптического качества кристалла за счет повышения изоморфной емкости твердого раствора, либо за счет повышения фотохимической

стабильности [4]. Ранее, в Казанском государственном университете, на примере  $\text{LiYLuF}_6$ , было установлено улучшение качества кристаллов при переходе к смешанной структуре.

Целью настоящей работы является рост кристаллов со структурой кольквириита состава  $\text{LiMeAlF}_6$  ( $\text{Me} = \text{Ca, Sr}$ ), в том числе их твердых растворов методом Бриджмена-Стокбаргера, а также исследование их фазового состава и спектрально-кинетических характеристик ионов  $\text{Ce}^{3+}$  в них методами оптической спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии.

*Методика выращивания. Образцы и техника эксперимента.* Исследуемые соединения накладывают определенные условия на процесс роста кристаллов. Так как состав является многокомпонентным, то необходимо выполнить тщательное перемешивание порошка перед тем, как поместить его в тигель. В процессе роста градиент температуры должен быть подобран так, чтобы при переходе к холодной зоне кристалл затравлялся от уже выращенного, а не от случайных центров кристаллизации, таким образом, зона роста должна быть тонкой. Хороший градиент температуры можно считать  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  на 1 см. Сложностью выращивания является то, что алюминий является летучим веществом. Поэтому нельзя допускать перегрев, так как в компоненты входит фторид алюминия, который в свою очередь является соединением с высоким давлением насыщенных паров. При атмосферном давлении он не существует в жидком состоянии, соответственно перегрев приведет к его возгонке и к обеднению расплава этим компонентом. Также при установке температуры, берем значение с избытком (примерно  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), чтобы гарантировать плавление вещества.

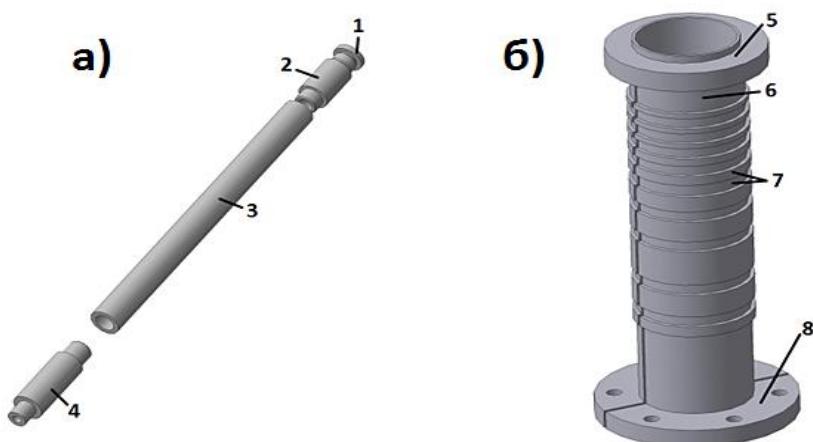


Рис. 1. Тигель (а) и нагреватель (б) ростовой установки.

а) Тигель состоит из: 1) крышка, 2) контейнер для загрузки тефлона,  
3) контейнер для загрузки шихты, 4) ножка.

б) конструкция резистивного нагревателя: 5) площадка для экрана, 6) нагреватель,  
7) стенка с переменной толщиной для обеспечения необходимого температурного поля,  
8) площадка контакта с тоководом.

Шток с тиглем также принимают участие в формировании температурного градиента и зоны роста ростовой установки. Толщина стенки тигля должна быть минимальной, чтобы как можно меньше искажать температурное поле, создаваемое нагревателем. В то же время толщина стенки должна быть такой, чтобы конструкция тигля была достаточно прочной. Как показала практика, толщина стенок тигля должна иметь величину порядка 2-3 мм.

Описанным особенностям удовлетворяет метод роста кристаллов Бриджмена-Стокбаргера в тиглях закрытого типа. Данный метод заключается в том, что через печь, имеющую неравномерное распределение температуры по длине, протягивается тигель с расплавом. Кристаллизация осуществлялась в условиях постоянного градиента температурного поля. Режим был реализован при помощи вертикального перемещения тигеля с расплавом из высокотемпературной области в низкотемпературную. В результате этого на дне конусообразного тигля начинается кристаллизация и после вырастает один монокристалл, имеющий форму були. Одним из основных требований является стабильность поддержания температурного поля в рабочем объеме установки.

Описанным методом были выращены кристаллы  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$  (1 ат. %) и  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  (1 ат. %), из которых были подготовлены образцы: порошкообразные для исследований фазового состава, а также плоско-параллельные пластинки с полированными окнами для исследования спектрально-кинетических характеристик. Оптическая ось образцов находилась в плоскости окон для возможности регистрации поляризованных спектров поглощения и люминесценции.

Фазовый состав кристаллизованных образцов был исследован с использованием рентгеновского дифрактометра Shimadzu. Возбуждение люминесценции осуществлялось излучением 4-й гармоникой импульсного лазера YAG:Nd с длиной волны 266 нм. Длительность импульса составляла 10 нс, что меньше характерного для ионов  $\text{Ce}^{3+}$  времени жизни возбужденного 5d-состояния. Система регистрации включала в себя монохроматор МДР-23 с фотоэлектронным умножителем в качестве фотодатчика и компьютера, который управлял разверткой монохроматора, а также в котором сохранялись значения фототока ФЭУ в зависимости от развертки монохроматора. Образец освещался излучением возбуждения со стороны щели монохроматора, чтобы избежать искажения спектров люминесценции за счет эффекта перепоглощения. Спектры поглощения были зарегистрированы с использованием лампы ДВС-25 в качестве осветителя и портативного спектрометра StellarNet в качестве регистратора. Все исследования проводились при комнатной температуре.

*Данные дифрактометрии.* Из-за низкой изоморфной емкости кристаллов по отношению к редкоземельным ионам  $\text{Ce}^{3+}$  при выращивании методом Бриджмена-Стокбаргера, возникает значительный градиент концентрации примесей вдоль направления кристаллизации. Так как значительный градиент концентрации примесей может отразиться на фазовом составе кристаллизации образца, то образцы были исследованы в нескольких областях вдоль направления роста. Сравнение табличных данных с данными эксперимента дифрактометрии приведено на рисунке 2.

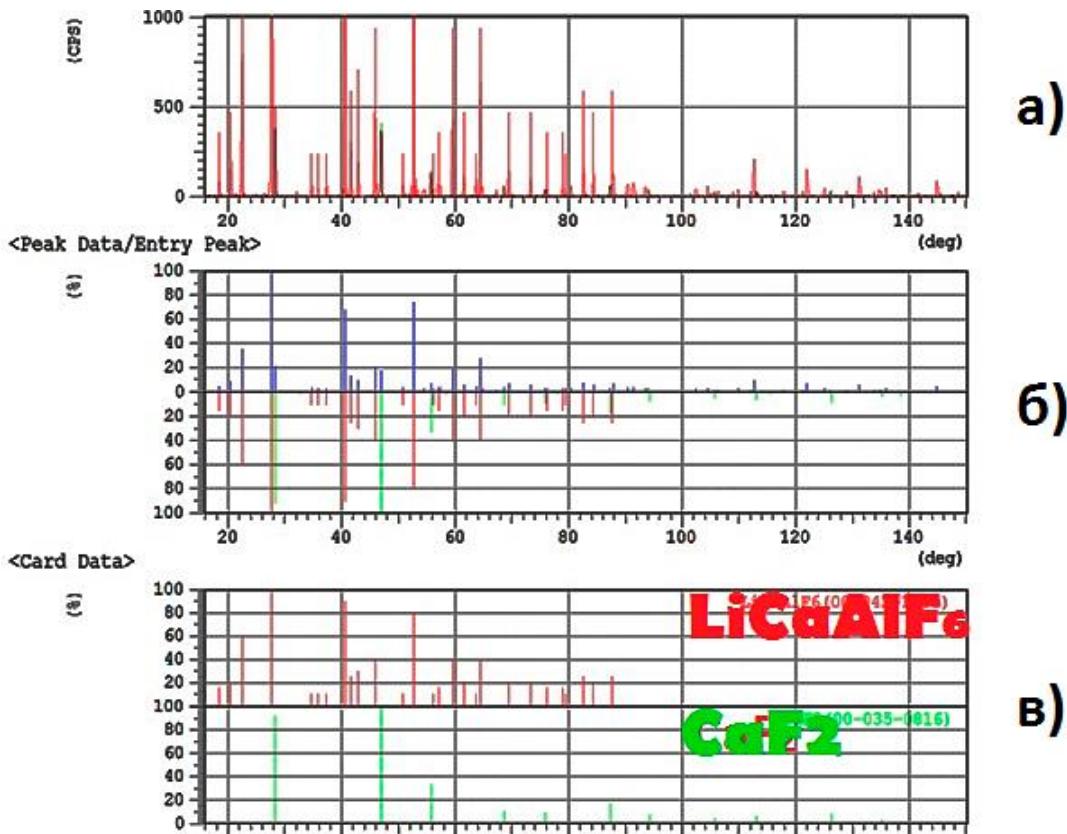


Рис. 2. Сравнение табличных данных с полученными результатами, исследуя область шапки несмешанного образца. А) Данные эксперимента, Б) Сравнение данных, В) Табличные данные

*Результаты исследований.* Были выращены кристаллы  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$  (1 ат. %) и  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  (1 ат. %), из которых были подготовлены образцы: порошкообразные для исследований фазового состава, а также плоско-параллельные пластинки с полированными окнами для исследования спектрально-кинетических характеристик. Оптическая ось образцов находилась в плоскости окон для возможности регистрации поляризованных спектров поглощения и люминесценции.

Была произведена оценка качества образцов. Для этого были записаны спектры люминесценции на разных длинах волн возбуждения при 77К и 300К (рисунок 3). Зарегистрированные полосы соответствуют трем различным примесным центрам ионов  $\text{Ce}^{3+}$  в кристаллах со структурой кольквириита [5]. Это подтверждается данными исследований затухания люминесценции ионов  $\text{Ce}^{3+}$ .

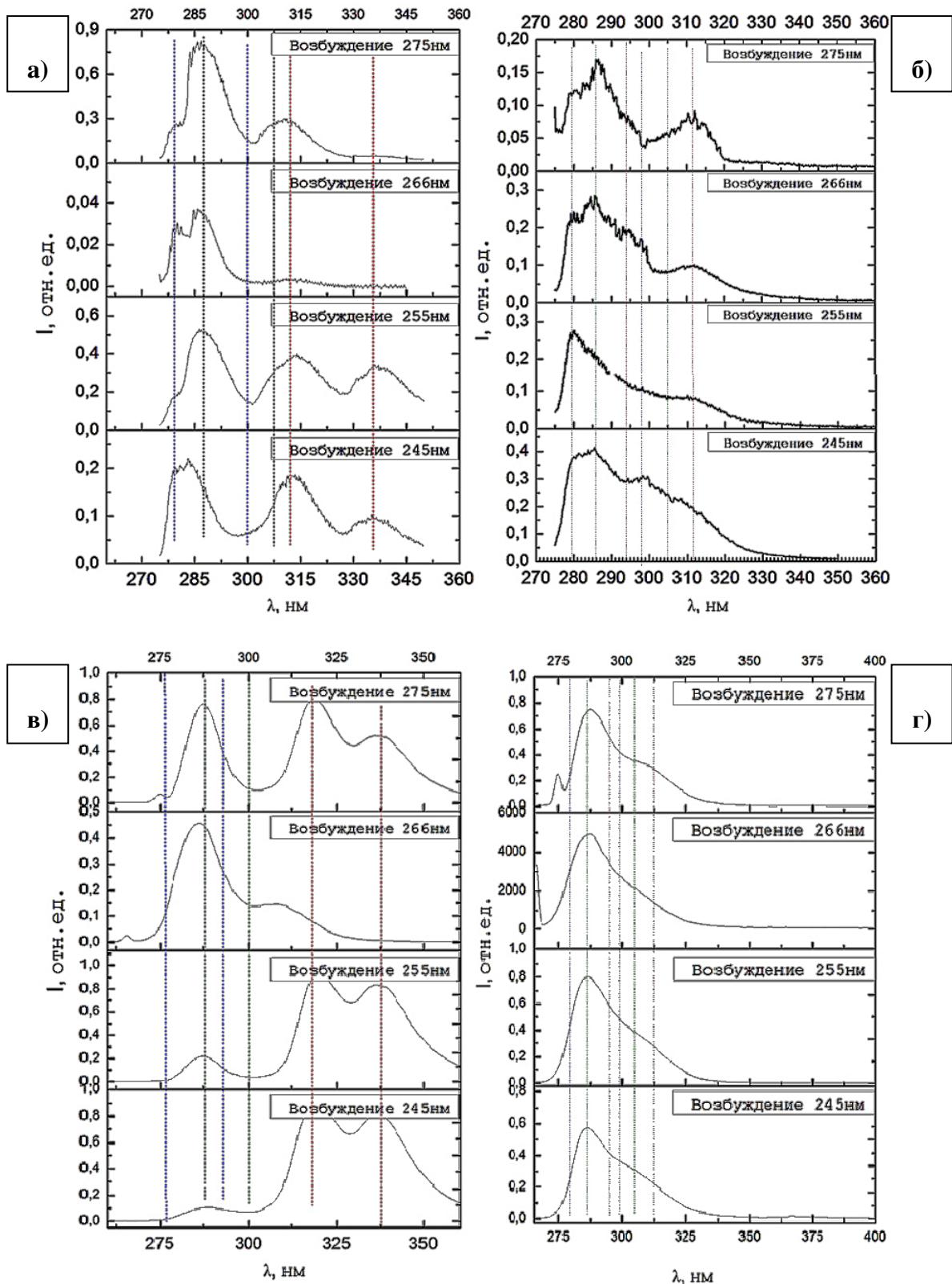


Рис. 3. Спектры люминесценции кристаллов, зарегистрированные на разных длинах волн возбуждения при разных температурах: а)  $\text{LiCaF}_6:\text{Ce}^{3+}$  при температуре азота; б)  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  при температуре азота; в)  $\text{LiCaF}_6:\text{Ce}^{3+}$  при комнатной температуре; г)  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  при комнатной температуре. Линиями обозначены ориентировочные положения максимумов, соответствующих переходов различных типов центров.

Мы наблюдаем спектры люминесценции  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$ , которые являются суперпозицией 3-х типов центров. При возбуждении края полосы поглощения происходит увеличение интенсивности люминесценции 3-го типа центров. Видно, что для смешанного образца относительная интенсивность люминесценции 3-го типа центров меньше.

На рисунке 4 показаны кинетические характеристики образцов  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$  и  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$ , записанных при разных температурах, с разными длинами волн возбуждения.

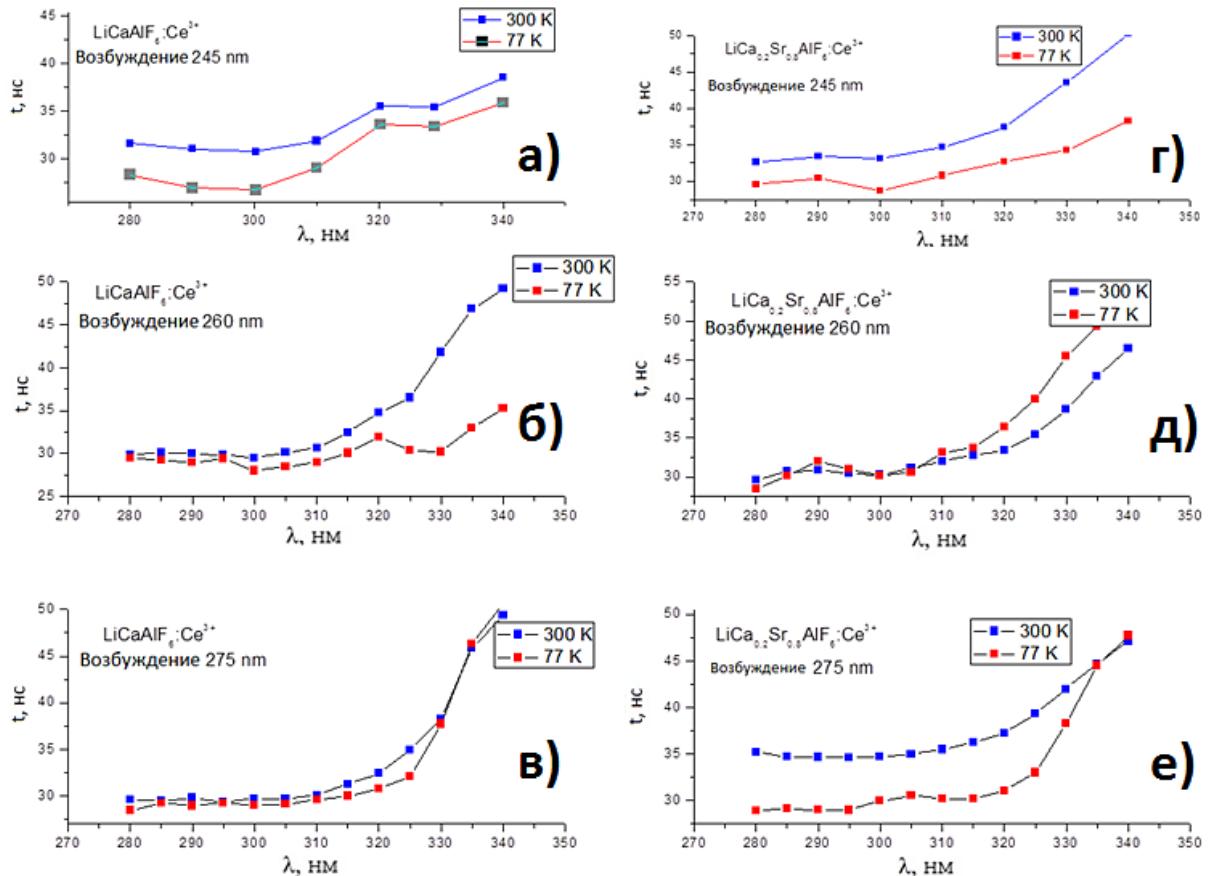


Рис. 4. Радиационные времена жизни смешанных и несмешанных образцов, полученные при 300К и 77К при разных длинах волн возбуждения.  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$ : а) 245нм, б) 260нм, в) 275нм,  $\text{LiSrCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$ : г) 245нм, д) 260нм, е) 275нм.

Также получены зависимости постоянных решетки для исследуемых образцов, полученные из анализа данных дифрактометрии (рисунок 5), данные для кристалла  $\text{LiSrAlF}_6$  использовались из работы [6].

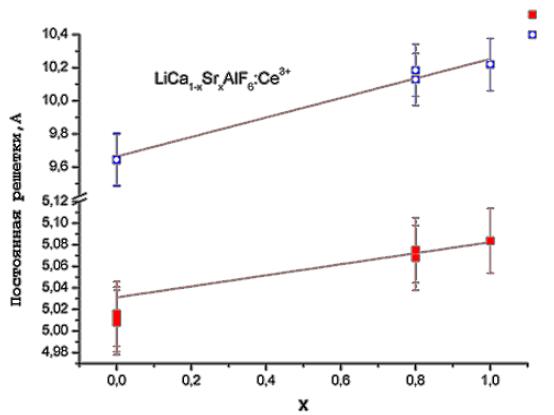


Рис. 5. Зависимость постоянной решетки от содержания SrF<sub>2</sub> при переходе от кристалла LiCaAlF<sub>6</sub> к кристаллу LiSrAlF<sub>6</sub>.

Зависимость постоянной решетки от содержания SrF<sub>2</sub> при переходе от кристалла LiCaAlF<sub>6</sub> к кристаллу LiSrAlF<sub>6</sub> является линейной и подчиняется правилу Вегарда для твердых растворов. Эти факты свидетельствует о том, что синтезированные образцы являются однофазными монокристаллами.

Для кристалла LiCaAlF<sub>6</sub>:Ce<sup>3+</sup> обнаружены примесные центры с полосами люминесценции в области 280-330 нм и 310 нм – 340 нм с люминесцентными временами жизни 30±4 нс и 50±5 нс, соответственно. Также наблюдается передача энергии к третьему центру в области длин волн больше 340, так как видно увеличение люминесцентного времени жизни. Для твердого раствора LiSr<sub>0,8</sub>Ca<sub>0,2</sub>F<sub>6</sub>:Ce<sup>3+</sup> увеличение люминесцентного времени жизни начинается в области больших длин волн, что свидетельствует о меньшей вероятности передачи энергии ко второму центру, что в свою очередь, возможно, повысит КПД лазерной генерации в диапазоне длин волн 280 – 330 нм.

На рисунке 6 показаны спектры поглощения кристаллов LiCaAlF<sub>6</sub>:Ce<sup>3+</sup> и LiSr<sub>0,8</sub>Ca<sub>0,2</sub>F<sub>6</sub>:Ce<sup>3+</sup>. Видно, что коэффициент поглощения в твердых растворах LiSr<sub>0,8</sub>Ca<sub>0,2</sub>F<sub>6</sub>:Ce<sup>3+</sup> больше чем в несмешанных LiCaAlF<sub>6</sub>:Ce<sup>3+</sup>.

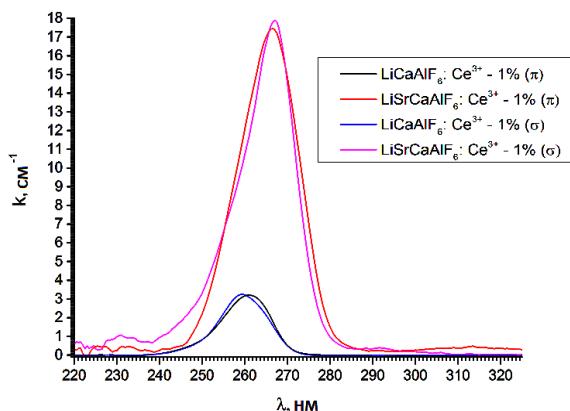


Рис. 6. Спектры поглощения образцов LiCaAlF<sub>6</sub>: Ce<sup>3+</sup> и LiSr<sub>0,8</sub>Ca<sub>0,2</sub>F<sub>6</sub>: Ce<sup>3+</sup> при разных поляризациях падающего излучения относительно оптической оси кристалла.

Так как исследование кинетик затухания люминесценции для  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$  и  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  показало, что для этих двух соединений времена жизни не отличаются. Значит, сечения переходов также одинаковы. Поэтому можно сказать, что коэффициент распределения ионов  $\text{Ce}^{3+}$  в твердом растворе  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  больше чем в кристалле  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$ .

В результате экспериментов были выращены кристаллы твердых растворов состава  $\text{LiCa}_{1-x}\text{Sr}_x\text{F}_6$ , активированные ионами  $\text{Ce}^{3+}$ . Доказано, что синтезированные кристаллы являются однофазными монокристаллами. Показано, что за счет изменения химического состава твердого раствора удается смещать распределение примесных центров в сторону увеличения концентрации одного из них. Установлено, что коэффициент распределения ионов  $\text{Ce}^{3+}$  в твердом растворе  $\text{LiSr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{F}_6:\text{Ce}^{3+}$  больше чем в кристалле  $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}^{3+}$ .

*Работа выполнена за счет средств субсидий, выделенной Казанскому федеральному университету для выполнения проектной части государственного задания в сфере научной деятельности.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Dubinskii M. A., Semashko V. V., Naumov A. K. et al // J. Modern Opt. – 1993. – Vol. 40. – pp. 1-5.
2. Sarukura N., Liu Z., Ohtake H., et al // Opt.Lett – 1997. – V. 22. – pp. 994-996.
3. A. S. Nizamutdinov, V. V. Semashko, A. K. Naumov, et al // JETP Let. – 2010. – Vol. 91, № 1. – pp. 21-23.
4. Куркин И. Н., Седов Л. Л., Ягудин Ш. И // ФТТ. – 1991. – № 9. – С. 2779-2780.
5. Semashko et al // Laser Physics – 1995. – Vol. 5 – pp. 69-72.
6. Rupp. B. et al // J. Solid State Chem. – 1993. – № 107 – P. 471.

**МАРИСОВ М. А., НИЗАМУТДИНОВ А. С., ПОПОВ П. А.,**  
**РАХИМОВ Н. Ф., СЕМАШКО В. В.**  
**ОПТИЧЕСКИЕ И ФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КРИСТАЛЛОВ**  
**CaF<sub>2</sub>:Ce<sup>3+</sup>, СОАКТИВИРОВАННЫХ ИОНАМИ Yb<sup>3+</sup> И Lu<sup>3+</sup>**

**Аннотация.** Целью данной работы является исследование оптических характеристик кристаллов, а также параметров линейного теплового расширения, теплопроводности, и температурного коэффициента показателя преломления. Эти данные очень важны в разработке оптических систем лазеров. Параметры теплового расширения и температурный коэффициент показателя преломления были получены с помощью прибора на базе интерферометров Жамена и Майкельсона.

**Ключевые слова:** спектроскопия, тепловое расширение, теплопроводность, температурный коэффициент показателя преломления.

**MARISOV M. A., NIZAMUTDINOV A. S., POPOV P. A.,**  
**RAKHIMOV N. F., SEMASHKO V. V.**

**OPTICAL AND PHYSICAL PROPERTIES OF FLUORITE**  
**CRYSTALS CaF<sub>2</sub>: Ce<sup>3+</sup>, Yb<sup>3+</sup>, Lu<sup>3+</sup>**

**Abstract.** The aim of the study is to investigate the optical properties of crystals as well as the parameters of thermal expansion, thermal conductivity, and the temperature coefficient of the refractive index. The data are very important in the development of optical laser systems. The parameters of thermal expansion and temperature coefficient of the refractive index were obtained by Jamin and Michelson interferometers.

**Keywords:** spectroscopy, thermal expansion, thermal conductivity, temperature coefficient of the refractive index.

Твердые растворы со структурой флюорита являются ключевыми компонентами многих моно, поли и нанокристаллических материалов, в том числе активных и пассивных фотонных материалов (твердых лазеров, сцинтилляторов, ИК и УФ блоков оптики, голографии, фотолитографии и антибликовых покрытий) и твердых электролитов [1-3]. Кристаллы CaF<sub>2</sub>:Ce<sup>3+</sup> обладают перспективными с точки зрения получения перестраиваемой лазерной генерации УФ диапазона оптическими характеристиками, однако при этом их фотохимическая стабильность низка [4-5].

Параметры теплового расширения, теплопроводности и температурного коэффициента показателя преломления являются фундаментальными характеристиками любого материала. От теплопроводности в значительной мере зависит распределение

температуры по поперечному сечению активного элемента и, следовательно, форма наведённой тепловой линзы. Особено важно знать значения теплопроводности для оценки возможности применения кристаллического материала в непрерывных твердотельных лазерах, и импульсных лазерах, работающих с высокой мощностью, в связи проблемой отвода тепла от активного элемента.

Целью настоящей работы является исследование оптических и физических свойств кристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$ , соактивированных ионами  $\text{Yb}^{3+}$  и  $\text{Lu}^{3+}$ . Для этого были зарегистрированы спектральные характеристики серии образцов флюоритов, активированных ионами  $\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$  и  $\text{Lu}^{3+}$ . А также исследованы параметры теплового расширения и температурного коэффициента показателя преломления.

Кристаллы были выращены методом Бриджмена-Стокбаргера. В результате была получена серия кристаллов следующего состава  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$  с переменным соотношением компонент:  $\text{LuF}_3$  (от 5 ат.-% до 20 ат.-%) и соактиватор  $\text{Yb}^{3+}$  (от 0.05 ат.-% до 2 ат.-%). Кристаллы были в форме конических стержней со средним диаметром 6 – 8 мм и длиной 60 мм. Кристаллы были прозрачными и хорошего оптического качества.

Обработка образцов проводилась при одинаковых условиях (серия образцов обрабатывалась на одной подложке) чтобы исключить влияние качества рабочих поверхностей на оптические свойства кристаллов. Подготовленные образцы были в форме дисков с отполированными поверхностями толщиной около 2 мм и диаметром 6 -8 мм.

*Спектры поглощения и люминесценции.* На рисунке 1а приведены спектры поглощения и люминесценции кристалла  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$ , типичные для примесного центра тетрагональной симметрии (с локальной компенсацией избыточного положительного заряда [6]). Виден характерный двугорбый спектр люминесценции ионов  $\text{Ce}^{3+}$ , обусловленный переходами из возбуждённого 5d состояния на состояния 2F7/2 и 2F5/2 4f конфигурации.

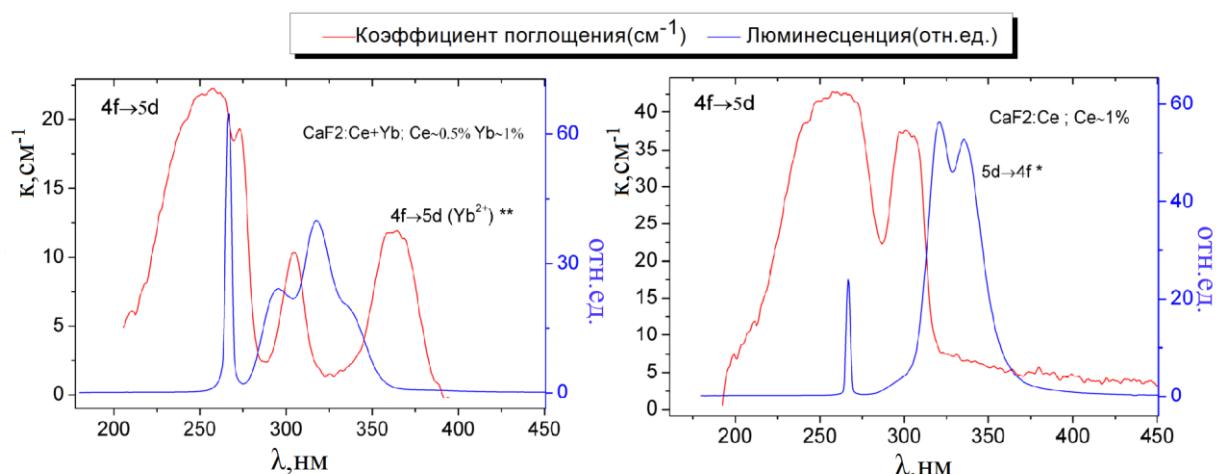


Рис. 1. Спектры поглощения и люминесценции кристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$  (а) и  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$  (б),  $\text{C}_{\text{Ce}}$  (0,5 ат. %),  $\text{C}_{\text{Yb}}$  (1 ат. %).

В случае образца, соактивированного  $\text{Yb}^{3+}$  (рисунок 1б), появляется полоса поглощения в области 360 нм, которую в соответствии с литературными данными мы интерпретируем как внутрицентровый переход  $\text{Yb}^{2+}$  [7]. Такой примесный центр мог образоваться в результате динамических процессов, а именно в результате захвата ионом  $\text{Yb}^{3+}$  электрона из зоны проводимости, отданного ионом  $\text{Ce}^{3+}$  за счёт двухступенчатой фотоионизации [4,5]. Очевидно, кристалл был облучён до регистрации спектра коэффициента поглощения.

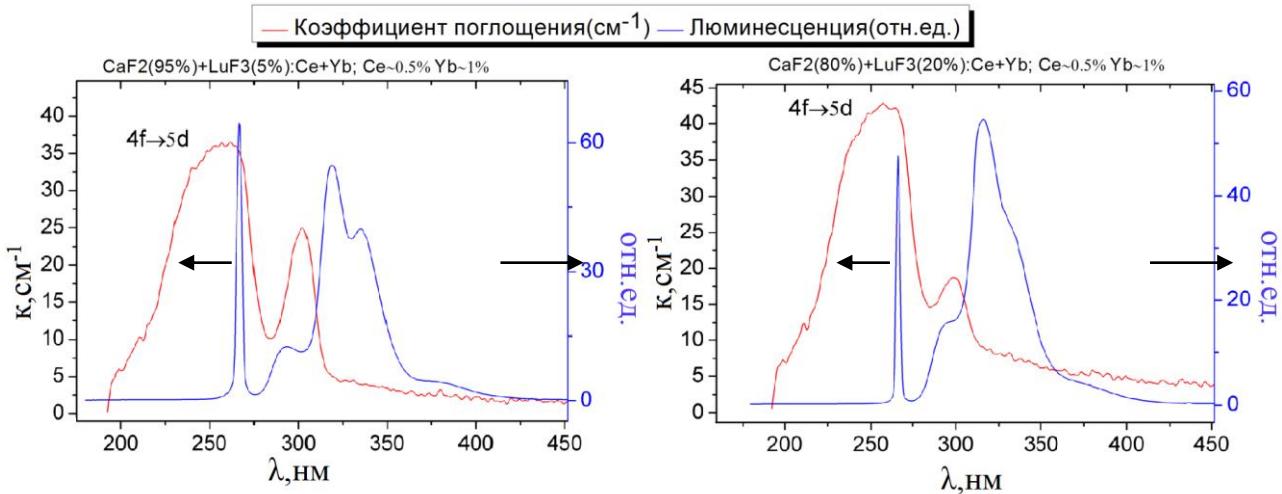


Рис. 2. Спектры поглощения и люминесценции кристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$  (0,5 ат. %),  $\text{Yb}^{3+}$  (1 ат. %),  $\text{Lu}^{3+}$  (5 ат. %)(а) и  $\text{CaF}_2:\text{Ce}^{3+}$  (0,5 ат. %),  $\text{Yb}^{3+}$  (1 ат. %),  $\text{Lu}^{3+}$  (20 ат. %)(б)

На рисунке 2 показаны спектры поглощения и люминесценции кристаллов, которые кроме  $\text{Ce}^{3+}$  и  $\text{Yb}^{3+}$ , соактивированы ионами  $\text{Lu}^{3+}$ . Спектры поглощения качественно не отличаются от предыдущих образцов. В спектре люминесценции также кроме полос примесного центра тетрагональной симметрии наблюдается полоса люминесценции в области 380 нм, которая в соответствии с литературными данными может быть отнесена к переходу примесного центра  $\text{Ce}^{3+}$  с не локальной компенсацией заряда.

*Результаты измерения теплопроводности и показателя преломления.* Рисунок 3 показывает результаты измерения теплопроводности образцов. Из графиков видно, что образцы имеют поведение теплопроводности характерное для стёкол, т.е. возрастание теплопроводности с ростом температуры. Низкая теплопроводность и слабость ее температурной зависимости говорят о наличии неоднородностей кристаллической структуры и других центров фононного рассеяния. Также видно, что с увеличением концентрации  $\text{Lu}$  снижается теплопроводность, что является отрицательной характеристикой для лазерных материалов.

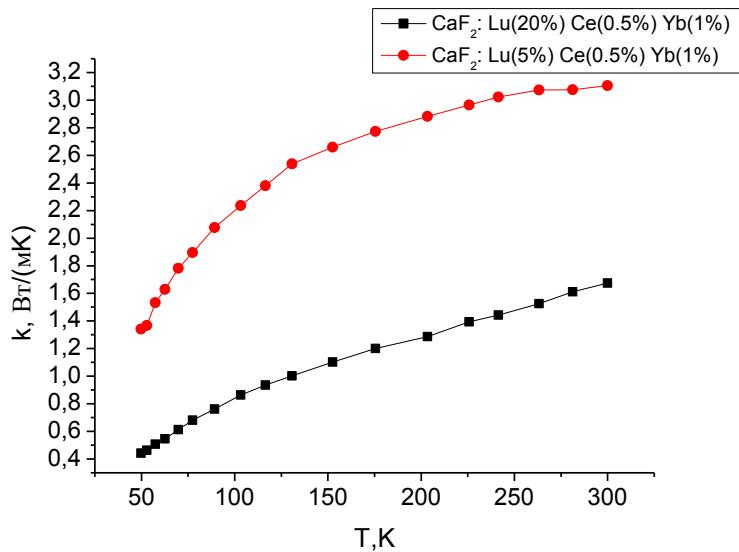


Рис. 3. Теплопроводность образца CaF<sub>2</sub>: Ce<sup>3+</sup>, соактивированного ионами Yb<sup>3+</sup> и Lu<sup>3+</sup>.

В таблице 1 показаны полученные нами значения температурного коэффициента показателя преломления и коэффициента линейного теплового расширения. Эти данные являются очень важными при разработке оптических схем лазеров.

Таблица 1

Измеренные значения температурного коэффициента показателя преломления и коэффициента линейного теплового расширения для кристаллов CaF<sub>2</sub>:Ce<sup>3+</sup>, соактивированных ионами Yb<sup>3+</sup> и Lu<sup>3+</sup>

	<b>n</b>	<b>n<sub>t</sub></b>	<b>α<sub>t</sub></b>
CaF <sub>2</sub> : Ce~1%, Lu~20%	1.524 ± 0.015	-2,10*10 <sup>-5</sup> ± 4,08*10 <sup>-6</sup>	1,44*10 <sup>-5</sup> ± 7,18*10 <sup>-7</sup>
CaF <sub>2</sub> : Ce~0.25%, Yb~0.1%	1.452 ± 0.015	-5,35*10 <sup>-6</sup> ± 1,13*10 <sup>-6</sup>	3,39*10 <sup>-6</sup> ± 2,04*10 <sup>-7</sup>
CaF <sub>2</sub> : Ce~1%	1.470 ± 0.015	-1,44*10 <sup>-5</sup> ± 1,39*10 <sup>-6</sup>	1,08*10 <sup>-5</sup> ± 2,51*10 <sup>-7</sup>
CaF <sub>2</sub> : Ce~0.2%, Yb~0.05%	1.449 ± 0.015	-1,50*10 <sup>-5</sup> ± 1,29*10 <sup>-6</sup>	1,24*10 <sup>-5</sup> ± 2,33*10 <sup>-7</sup>
CaF <sub>2</sub> без примеси (табличный)	1.4349	-1,06 10 <sup>-5</sup> ± 0.11*10 <sup>-5</sup>	17,8*10 <sup>-6</sup> ± 3,2*10 <sup>-6</sup>

В результате соактивации ионами Lu<sup>3+</sup> кристаллов CaF<sub>2</sub>:Ce<sup>3+</sup>, Yb<sup>3+</sup> в спектре люминесценции ионов Ce<sup>3+</sup> появляется новая полоса в области 380 нм, которая может быть интерпретирована как переход примесного центра Ce<sup>3+</sup> с не локальной компенсацией заряда.

В результате проделанной работы установлены механизмы управления оптическими характеристиками кристаллами флюорита, активированными РЗИ, за счет смещения равновесия динамических процессов. Создание эффективных каналов рекомбинации путем соактивации  $Yb^{3+}$  подавляет образование центров окраски, однако появляется полоса поглощения  $Yb^{2+}$ , которая ухудшает оптические характеристики кристалла как активной среды. Соактивация же ионами  $Lu^{3+}$  позволяет подавить образование  $Yb^{2+}$ . Таким образом, появляются предпосылки получения оптического усиления и лазерной генерации на кристаллах  $CaF_2:Ce^{3+}$  соактивированных ионами  $Yb^{3+}$  и  $Lu^{3+}$ .

Теплопроводность исследуемых образцов ниже чем в чистом  $CaF_2$ , и имеют характеристику характерную для стёкол т.е. теплопроводность увеличивается с ростом температуры.

Коэффициент линейного теплового расширения и температурный коэффициент показателя преломления испытывают значительные изменения при легировании решётки редко земельными ионами. Например, температурный коэффициент показателя преломления уменьшается в 1,5 раза в кристалле, легированном  $Ce^{3+}$  и  $Yb^{3+}$ , по сравнению с чистым  $CaF_2$ .

*Работа выполнена за счёт средств субсидии, выделенной Казанскому федеральному университету для выполнения проектной части государственного задания в сфере научной деятельности.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Fedorov P. P., Osiko V. V., Kuznetsov S. V. et al. Fluoride Laser Nanoceramics // J. Phys. Conf. Ser. – 2012. – Vol. 345, paper 012 017.
2. Fedorov P. P., Luginina A. A., Kuznetsov S. V. et al. Nanofluorides // J. Fluorine Chem. – 2011. – Vol. 132, No. 12. – pp. 1012–1039.
3. Basiev T. T., Doroshenko M. E., Fedorov P. P. et al. Efficient Laser Based on  $CaF_2$ – $SrF_2$ – $YbF_3$  Nanoceramics // Opt. Lett. – 2008. – Vol. 33, No. 5. – pp. 521–523.
4. Pogatshnik G. J., Hamilton D. S. Excited state absorption of  $Ce^{3+}$  ions in  $Ce^{3+}:CaF_2$  // Phys. Rev. B. – 1987. – Vol. 36, No. 16. – pp. 8251–8257.
5. Abdulsabirov R. Yu., Koraleva S. L., Nizamutdinov A. S. et al. // Proc. SPIE. – 2006. – Vol. 172 – pp. 6054.
6. Степанов И. В., Феофилов П. П. О двух типах спектров люминесценции редких земель в искусственных кристаллах флюорита // Док. АН СССР. – 1956. – Т. 108, № 4. – С. 615–618.

7. Каплянский А. А., Феофилов П. П. Спектры двухвалентных ионов редких земель в кристаллах щелочноземельных фторидов // Опт. и спек. – 1962. – Т. 13. – С. 235–241.

БЕГЛОВ В. И., ГОРБУНОВ Д. С., МАМИН Б. Ф., МИШКИН В. П.,  
НИЩЕВ К. Н., НОВОПОЛЬЦЕВ М. И.  
ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ВПКМ ДЮРОСТОН МЕТОДАМИ  
РЭМ И РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОТОМОГРАФИИ<sup>1</sup>

**Аннотация.** В статье представлены результаты исследований методами растровой электронной микроскопии и рентгеновской микротомографии микроструктуры волокнистого полимерного композиционного материала (ВПКМ) марки Дюростон, применяемого для изготовления опорно-крепежных элементов в силовой электронике. В структуре полимерной матрицы композита обнаружены включения сферической формы с рентгеновской плотностью меньшей, чем рентгеновская плотность матрицы, и уплотненной оболочкой. Данные включения идентифицированы как газовые образования, возникающие в процессе изготовления ВПКМ. На границе раздела «матрица-волокно» выявлены микропоры, которые могут быть связаны с наличием областей низкой смачиваемости на поверхности стекловолокна.

**Ключевые слова:** волокнистый полимерный композиционный материал, граница раздела, полимерная матрица, растровая электронная микроскопия, рентгеновская микротомография.

BEGLOV V. I., GORBUNOV D. S., MAMIN B. F., MISHKIN V. P.,  
NISHCHEV K. N., NOVOPOLTSEV M. I.  
AN ANALYSIS OF FPCM DUROSTON MICROSTRUCTURE BY SCANNING  
ELECTRON MICROSCOPY AND X-RAY MICROTOMOGRAPHY

**Abstract.** The article presents the results of an analysis of the microstructure of the FPCM "Duroston" by scanning electron microscopy and X-ray microtomography. The material is used for manufacturing of support-fixing elements in power electronics. The analysis showed that the structure of the polymer matrix composite has spherical inclusions with the X-ray density less than the density of the ray matrix and sheath compacted. These inclusions are identified as gas formations arising in the making of FPCM. At the interface "matrix-fiber" micropores, which may be associated with the low wettability regions on fiberglass surfaces, were found.

**Keywords:** fibrous polymer composite material (FPCM), interface, polymer matrix, scanning electron microscopy, X-ray microtomography.

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-08-97173)

В силовой электронике в качестве материала крепежных элементов мощных полупроводниковых приборов используются волокнистые полимерные композиционные материалы (ВПКМ). Требования, предъявляемые к свойствам этих материалов, обусловлены спецификой функционирования крепежных элементов. Они должны обладать значительной механической прочностью и термостойкостью, а также хорошими электроизоляционными свойствами.

Эксплуатационные характеристики ВПКМ существенно зависят от свойств, состава и взаимного расположения компонентов, особенностей их взаимодействия на межфазной границе «полимер-армирующий наполнитель». Ключевую роль в обеспечении механической прочности ВПКМ играет адгезионная прочность соединений на границе раздела «матрица-волокно». От адгезионной прочности данных соединений зависит, насколько полно будет реализован вклад прочностных характеристик волокон в прочность ВПКМ [1-4]. Поэтому при исследовании структуры и физико-механических свойств ВПКМ весьма важным является детальное изучение микроструктуры и элементного состава границ раздела «матрица-волокно».

В настоящей работе методами растровой электронной микроскопии и рентгеновской микротомографии исследовалась микроструктура ВПКМ марки Дюростон, применяемого для изготовления опорно-крепежных элементов в силовой электронике.

Для исследования микроструктуры ВПКМ использовался растровый электронный микроскоп Quanta 200 i 3D FEI с системой энергодисперсионного микроанализа с возможностью трёхмерной реконструкции объектов, визуализации и модификации объектов, электронным и сфокусированным ионным пучками. Для неразрушающего контроля структуры исследуемых образцов использовался рентгеновский микротомограф SkyScan 1172 Bruker с предельным разрешением 1 мкм.

Исследуемые образцы представляли собой стержни с нарезанной резьбой, применяемые в качестве крепежных элементов в производстве силовой полупроводниковой техники.

На рисунке 1 представлено РЭМ-изображение поверхностей шлифов образцов ПКМ, соответствующих сечению перпендикулярному оси стержня (а) и сечению вдоль оси стержня (б). Из данного рисунка следует, что армирующий наполнитель исследуемого ПКМ состоит из стекловолокон цилиндрической формы (рис. 1).

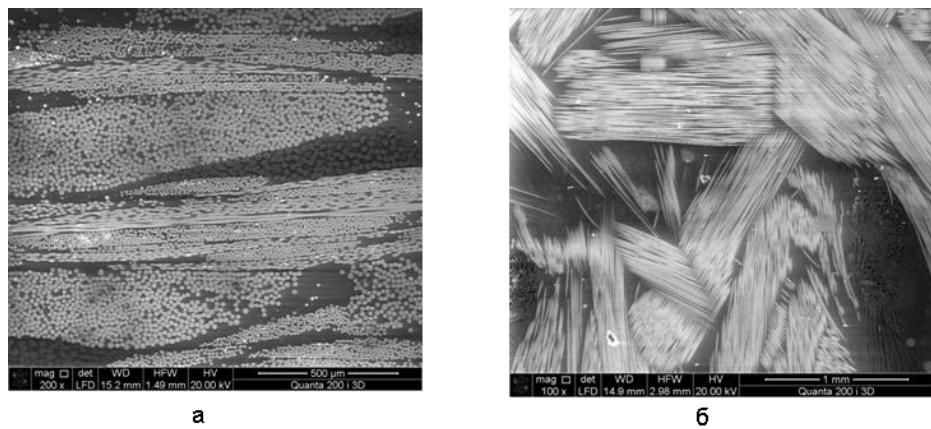


Рис. 1. РЭМ-изображение микроструктуры ПКМ. (а) – сечение перпендикулярное оси стержня; (б) – сечение вдоль оси стержня.

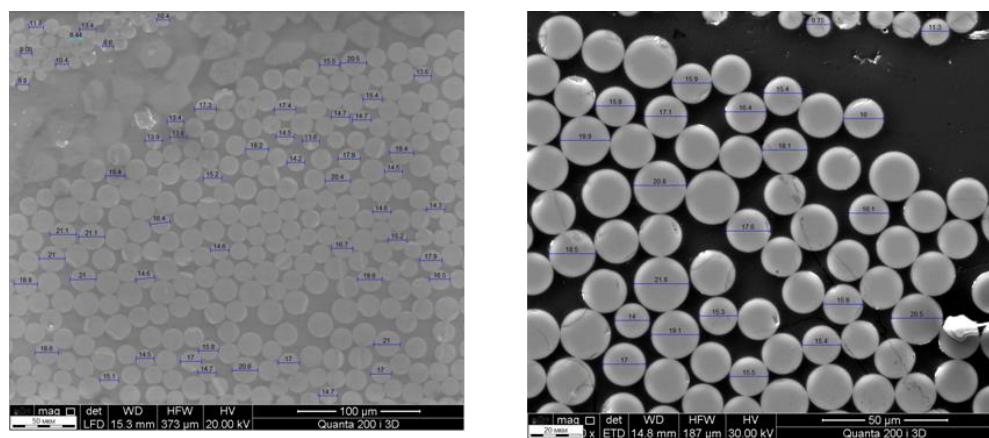


Рис. 2. РЭМ-изображения сечения пучка волокон армирующего наполнителя.

Из рисунков 3-4 следует, что армирующий наполнитель исследуемого ВПКМ представляет собой тканую структуру из волокон различного диаметра (от 8 до 22 мкм). Слоистую структуру армирующего наполнителя подтверждает также РЭМ-изображение излома ВПКМ, представленное на рисунке 4.

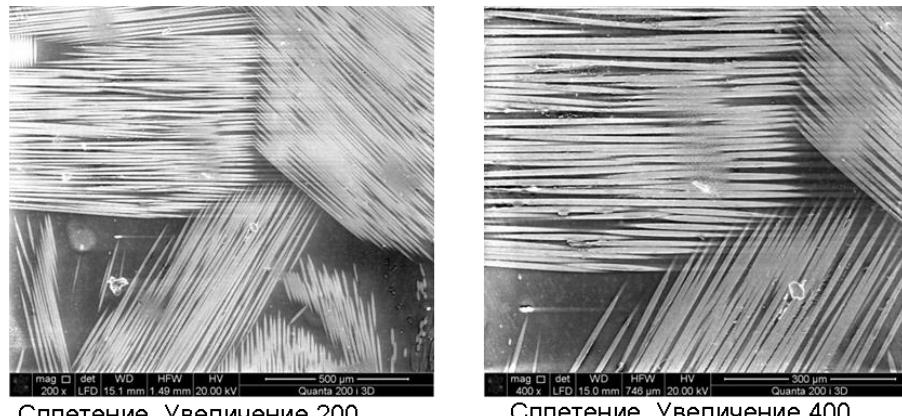


Рис. 3. РЭМ изображения сплетения волокон.

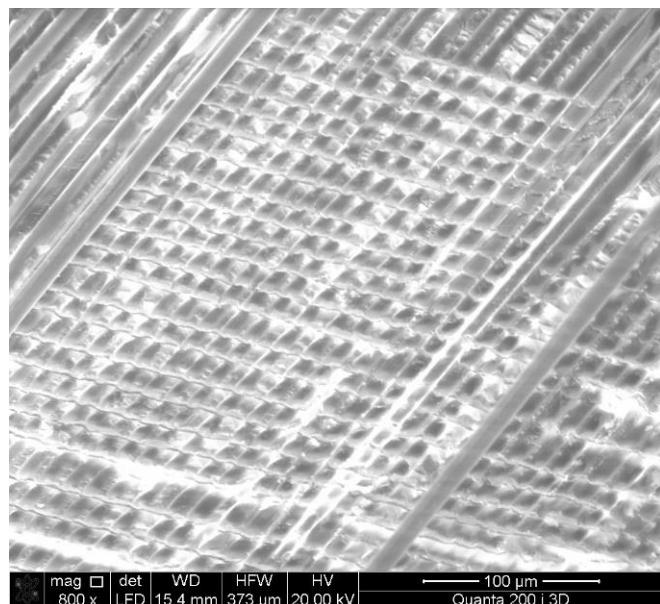


Рис. 4. РЭМ-изображение излома ВПКМ.

Следует отметить, что РЭМ-изображения поверхности поперечных шлифов ВПКМ выявили включения в составе полимерной матрицы, сечения которых имели форму неправильных многоугольников (рис.4). Данные включения не удалось выявить методом рентгеновской микротомографии. Это может быть связано с одинаковой рентгеновской плотностью данных включений и полимерной матрицы.

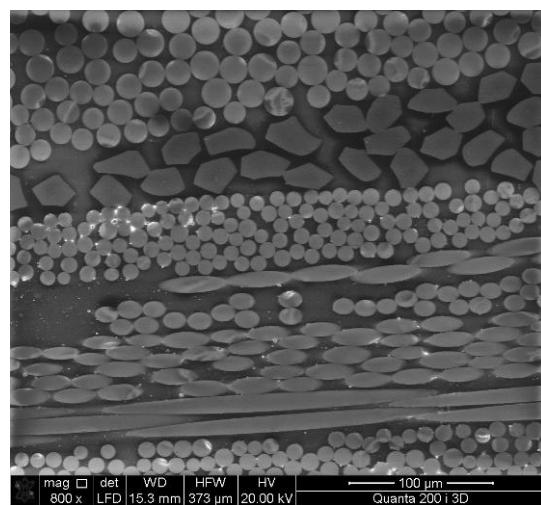


Рис. 5. Наличие отдельных структурных элементов в матрице.

На рисунке 5 представлено РЭМ-изображение границ раздела «полимер-армирующий наполнитель» исследуемых образцов. Данное изображение свидетельствует о наличии в исследуемых образцах областей, содержащих несплошности на границе раздела «полимер-

волокно», которые могут быть следствием недостаточной адгезии полимера к материалу наполнителя.

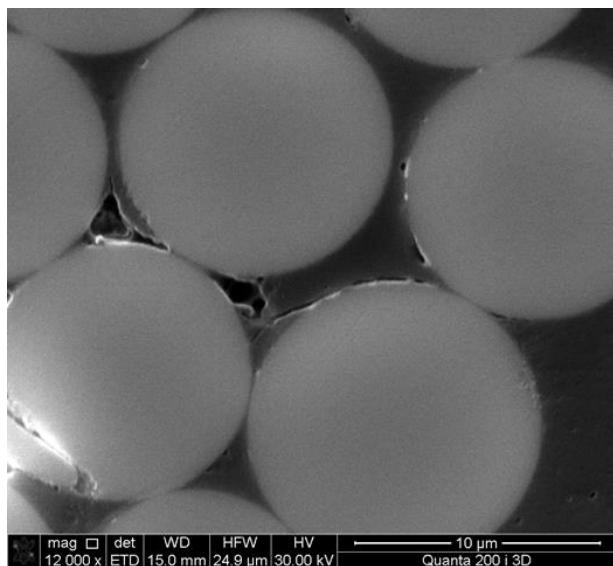


Рис. 6. РЭМ изображение границ раздела «полимер-армирующий наполнитель».

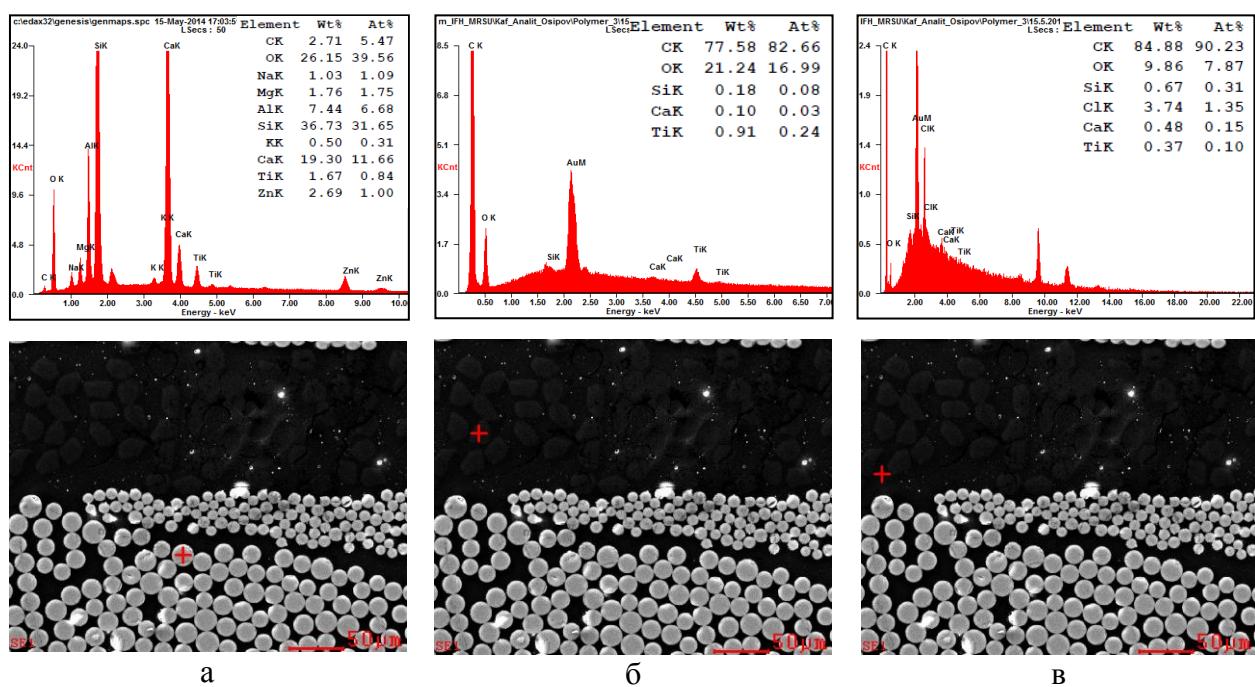


Рис. 7. Элементный анализ: а – волокно; б – включения; в – матрица.

На рисунке 7 представлены данные элементного анализа исследуемых образцов. Из представленных данных следует, что в состав волокон наполнителя входят кремний (36.73% Wt) и кальций (19.30% Wt) (их содержание в матрице составляет 0.67% Wt и 0.43% Wt соответственно, в составе включений 0.18% Wt и 0.10% Wt соответственно). В свою очередь включения и матрица различаются концентрациями кислорода (21.24% Wt для включений и 9.86% Wt для матрицы) и углерода (77.58% Wt для включений и 84.88% Wt для матрицы).

На рисунке 8 представлены рентгено-томографические сечения и результаты 3D – реконструкции структуры одного из исследуемых образцов ВПКМ, полученные с использованием микротомографа SkyScan 1172 Bruker. Данные изображения подтверждают результаты, полученные методом растровой электронной микроскопии.

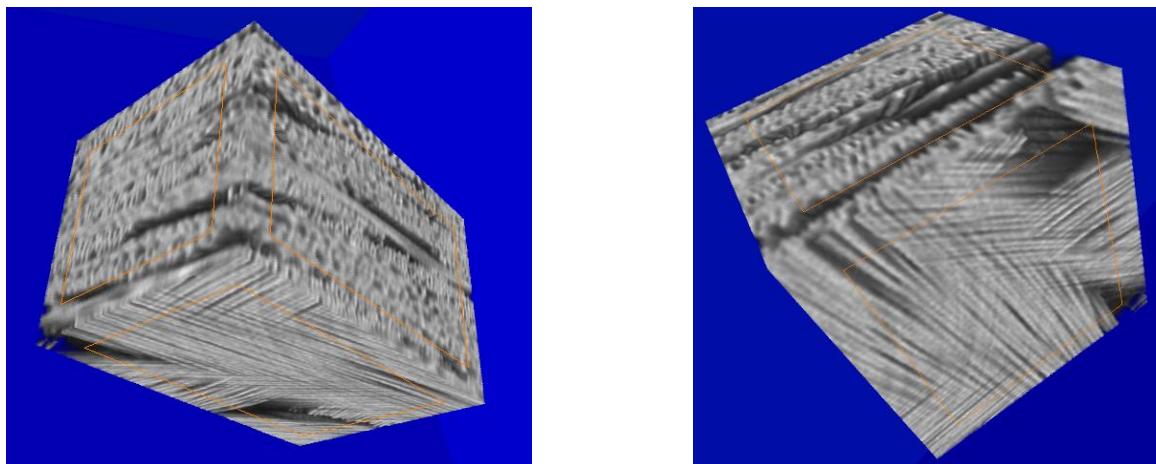


Рис. 8. 3D-реконструкция структуры образцов ВПКМ.

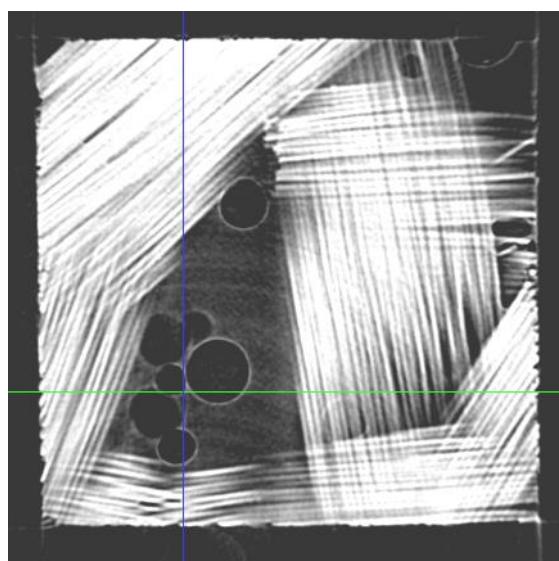


Рис. 9. Рентгеновская микротомограмма фрагмента образца ВПКМ, содержащего сферические включения.

Важно отметить, что рентгеновская микротомография исследуемых образцов ВПКМ выявила в структуре полимерной матрицы отдельные включения сферической формы с рентгеновской плотностью меньшей, чем рентгеновская плотность матрицы. Такой эффект могут давать газовые включения, возникающие в процессе изготовления ВПКМ. Как видно из рисунка 9, рентгеновская плотность вещества на границе включений выше, чем у

полимера матрицы. Это может быть связано с уплотнением приграничного слоя в результате избыточного давления газа внутри включения.

В результате исследования методами растровой электронной микроскопии и рентгеновской микротомографии выявлены особенности микроструктуры ВПКМ Дюростон. Установлено, что в структуре полимерной матрицы композита могут присутствовать включения сферической формы с рентгеновской плотностью меньшей, чем рентгеновская плотность матрицы, и уплотненной оболочкой. На границе раздела «матрица-волокно» выявлены микропоры, которые могут быть связаны с наличием областей низкой смачиваемости на поверхности стекловолокна.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Перепелкин К. Е. Армирующие волокна и волокнистые полимерные композиты. – СПб.: Научные основы и технологии, 2009. – 380 с.
2. Баженов С. Л. и др. Полимерные композиционные материалы. – Долгопрудный: Интеллект, 2010. – 352 с.
3. Деев И. С., Кобец Л. П. Исследование микроструктуры и микрополей деформаций в полимерных композитах методом растровой электронной микроскопии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 1999. – Т. 65, № 4. – С. 27–34.
4. Деев И. С., Каблов Е. Н., Кобец Л. П. и др. Исследование методом сканирующей электронной микроскопии деформации микрофазовой структуры полимерных матриц при механическом нагружении [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. – 2014. — №7. – Режим доступа: URL: <http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/685.pdf>.

БЕГЛОВ В. И., ГОРБУНОВ Д. С., ЛЮТОВА Е. Н., МИШКИН В. П.,  
НИЩЕВ К. Н., НОВОПОЛЬЦЕВ М. И., СИГАЧЁВ А. Ф.  
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ГРАНИЦ РАЗДЕЛА «МАТРИЦА-ВОЛОКНО»  
НА ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА ВПКМ ДЮРОСТОН<sup>1</sup>

**Аннотация.** В статье приведены результаты исследования механических свойств волокнистого полимерного материала (ВПКМ) Дюростон, применяемого в силовой электронике для изготовления опорно-крепежных элементов. Исследования проводились с целью определения роли границ раздела «матрица-волокно» в прочностных свойствах ВПКМ. В интервале температур от 20 °C до 200 °C проведены механические испытания исследуемых образцов на растяжение и сжатие. С использованием растровой электронной микроскопии изучена микроструктура ВПКМ в зонах разрушения. Показано, что при деформации сжатием происходит расслаивание ВПКМ путем образования трещин, характер которых определяется слоистой структурой исследуемого стеклопластика. Установлено, что при комнатной температуре преобладающим механизмом образования трещин является адгезионный отрыв волокон от полимерной матрицы, а при высоких температурах из заданного интервала, наряду с механизмом адгезионного отрыва происходит когезионный разрыв матричного полимера.

**Ключевые слова:** волокнистый полимерный композиционный материал, граница раздела, механическое напряжение, адгезия, когезионный разрыв, полимерная матрица, растровая электронная микроскопия.

BEGLOV V. I., GORBUNOV D. S., LYUTOVA E. N., MISHKIN V. P., NISHCHEV K. N.,  
NOVOPOLTSEV M. I., SIGACHEV A. F.

AN ANALYSIS OF INTERFACE "FIBER-MATRIX" EFFECT  
ON THE STRENGTH PROPERTIES OF FPCM DUROSTON

**Abstract.** The paper presents the results of an analysis of the mechanical properties of FPCM "Duroston" used in power electronics for manufacturing of support-fixing elements. The tests were conducted to determine the effects of interfaces "fiber-matrix" on the strength properties of FPCM. Mechanical tests were done in the temperature range from 20 °C to 200 °C on tensile and compression of the specimen. Using scanning electron microscopy, the authors studied the microstructure of FPCM in the areas of destruction. The analysis showed that the compressive deformation delaminates FPCM by cracking, which will determine the nature of the layered swarm structure of the fiberglass. It has been established that at room temperature the predominant mechanism of cracking is adhesive fiber peeling from the polymer matrix, and at high temperatures

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-08-97173)

in the given interval, along with the mechanism of adhesion, separation occurs as a cohesive rupture of the matrix polymer.

**Keywords:** fibrous polymer composite material, interface, mechanical stress, adhesion, cohesive break, polymer matrix, scanning electron microscopy.

Силовая электроника является одной из многочисленных областей применения полимерных композиционных материалов (ПКМ). В частности, в качестве материала крепежных элементов в силовой электронике используются волокнистые полимерные композиционные материалы (ВПКМ). Эксплуатационные характеристики ВПКМ существенно зависят от свойств, состава и взаимного расположения компонентов, особенностей их взаимодействия на межфазной границе «полимер-армирующий наполнитель». Ключевую роль в обеспечении механической прочности ВПКМ играет адгезионная прочность соединений на границе раздела «матрица-волокно» [1-4].

В работе [5] были представлены результаты исследования микроструктуры ВПКМ марки Дюростон. В настоящей работе приводятся результаты исследования механических свойств данного материала в интервале температур от 20 °C до 200 °C. Исследования проводились с целью определения роли границ раздела «матрица-волокно» в прочностных свойствах ВПКМ.

Для исследования механических свойств ВПКМ использовалась машина для механических испытаний SHIMADZU AG 100 KNX, оснащенная высокотемпературной приставкой. Микроструктура ВПКМ до и после механических испытаний исследовалась с применением растрового электронного микроскопа Quanta 200 i 3D FEI с системой энергодисперсионного микроанализа и системой модификации поверхности сфокусированным ионным пучком.

Исследуемые образцы для механических испытаний имели форму цилиндров, с осями параллельными плоскости слоев армирующего наполнителя.

С целью определения роли границ раздела «матрица-волокно» в прочностных свойствах ВПКМ были проведены две серии механических испытаний исследуемых образцов: на разрыв и сжатие.

На рисунке 1 приведен внешний вид образцов ВПКМ, исследуемых на разрыв. Для испытаний использовались цилиндрические образцы с рабочей частью длиной 50 мм и диаметром 10 мм. Испытания проводились при комнатной температуре (20 °C) и температуре 100 °C.



Рис. 1. Внешний вид образцов ВПКМ перед испытаниями на разрыв.

Внешний вид образцов после испытаний при комнатной температуре приведен на рисунке 2.

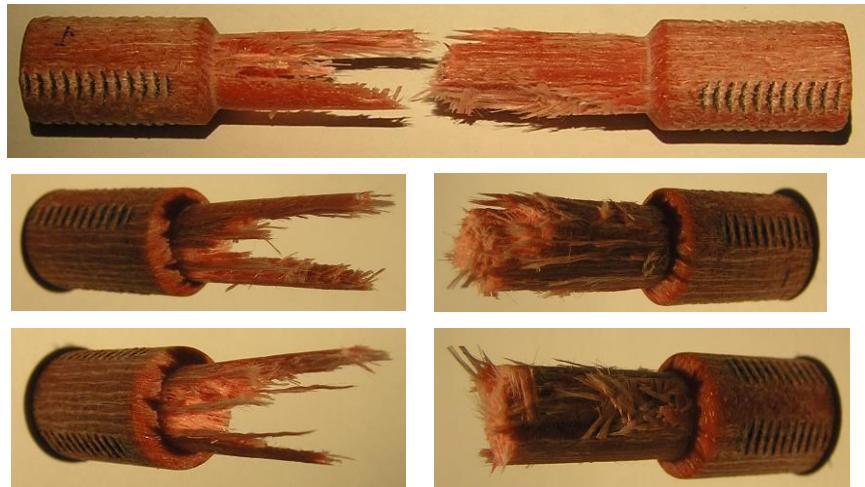


Рис. 2. Внешний вид образцов ВПКМ после испытаний на разрыв при температуре 20 °C.

На рисунке 3а приведена диаграмма растяжения одного из исследуемых образцов ВПКМ при комнатной температуре. На диаграммах растяжения ВПКМ присутствуют три характерные области: нелинейный участок зависимости механического напряжения от деформации в области малых значений нагрузки, линейный участок в области средних значений нагрузки, и нелинейный участок, предшествующий разрушению образца.

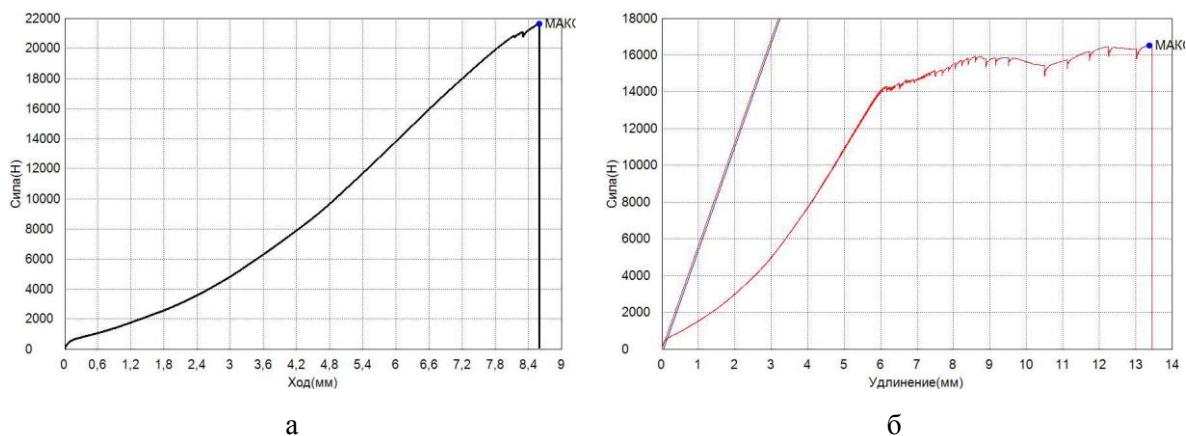


Рис. 3. Диаграмма механических испытаний на разрыв образцов ВПКМ при температуре 20 °C (а) и 100 °C (б).

На рисунке 3б приведена диаграмма растяжения одного из исследуемых образцов ВПКМ при температуре 100 °C. Из диаграммы растяжения видно, что начало области, предшествующей разрушению образца, при повышении температуры деформации сдвигается в сторону малых нагрузок (от 21 кН при температуре деформации 20 °C до 14 кН при температуре 100 °C). С повышением температуры деформации также сдвигается в сторону малых нагрузок начало линейного участка диаграммы (от 10 до 8 кН).

Кроме того, на данной диаграмме в области, предшествующей разрушению образца, отчетливо выявляются скачки приложенного механического напряжения, которые могут быть связаны с разрушением отдельных фрагментов армирующего наполнителя.

Внешний вид фрагментов образцов после испытаний при температуре 100 °C приведен на рисунке 4.



Рис. 4. Фрагменты образцов ВПКМ после испытаний на разрыв при температуре 100 °C.

Механические испытания образцов ВПКМ на сжатие проводились в интервале температур от 20 °C до 200 °C. Образцы для испытаний на сжатие имели форму цилиндров диаметром 10 мм и высотой 12 мм (рис. 5).



Рис. 5. Внешний вид образцов ВПМК перед испытаниями на сжатие.

Внешний вид образцов после испытаний на сжатие приведен на рисунке 6.



Рис. 6. Внешний вид образцов ВПКМ после испытаний на сжатие при температурах:  
а – 20 °C, б – 100 °C, в – 130 °C, г – 160 °C.

На рисунках 7-9 приведены диаграммы сжатия исследуемых образцов ВПКМ при различных температурах в интервале от 20 °С до 200 °С. В отличие от диаграмм растяжения, на диаграммах сжатия наблюдаются лишь две характерные области: одна из них имеет линейную, а вторая – нелинейную зависимость механического напряжения от деформации. Важно отметить наличие излома на нелинейном участке диаграмм сжатия, положение которого зависит от температуры деформации.

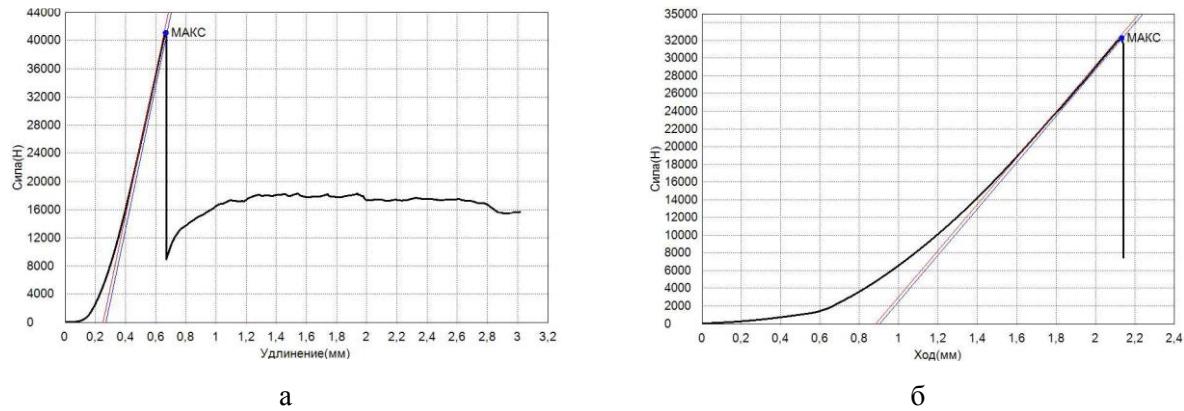


Рис. 7. Диаграммы механических испытаний на сжатие образца ВПКМ при температурах 20 °С (а) и 100 °С (б).

На графиках приведены значения основных физических величин, характеризующих механические свойства исследуемого ВПКМ при выбранных температурах испытаний.

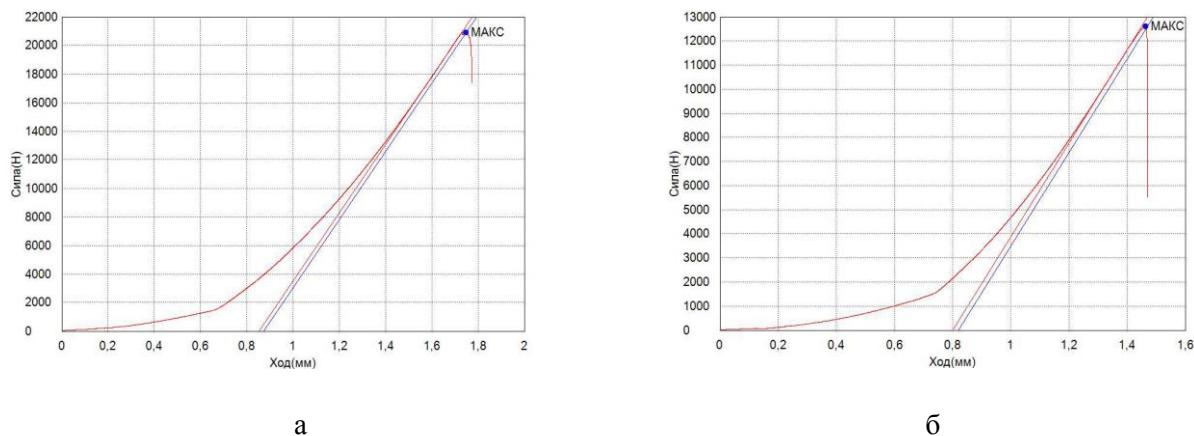


Рис. 8. Диаграммы механических испытаний на сжатие образца ВПКМ при температурах 130 °С (а) и 160 °С (б).

Наличие на диаграммах сжатия и растяжения начального нелинейного участка может быть обусловлено неупругой деформацией матричного полимера вместе со связанным с ним (адгезионным взаимодействием) армирующим наполнителем. Линейный участок диаграммы является следствием упругой деформации ВПКМ.

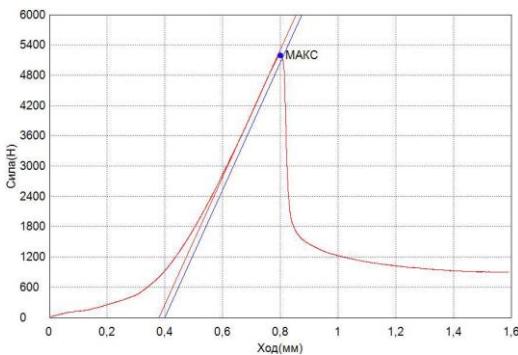


Рис.9. Диаграмма механических испытаний на сжатие образца ВПКМ при температуре 200 °C.

С целью определения роли границ раздела «матрица-волокно» в механической прочности ВПКМ исследовалась микроструктура областей разрушения образцов, подвергнутых механической деформации. На рисунках 10-13 представлены РЭМ-изображения областей разрушения исследуемых образцов ВПКМ в результате механических испытаний. При растяжении исследуемых образцов ВПКМ в зонах их разрушения присутствуют фрагменты отдельных волокон и фрагменты пучков волокон, связанных полимерной матрицей (рис. 10а и 10б), что указывает на достаточно высокую адгезионную прочность границ раздела «матрица-волокно». Данный вывод подтверждает изображение, приведенное на рисунке 10в, которое иллюстрирует механизм разрушения ВПКМ при его растяжении. На нем отчетливо выявляются области адгезионного отрыва волокон от полимерной матрицы и когезионного разрыва полимера. Изображение на рисунке 10г демонстрирует хрупкое разрушение волокон наполнителя.

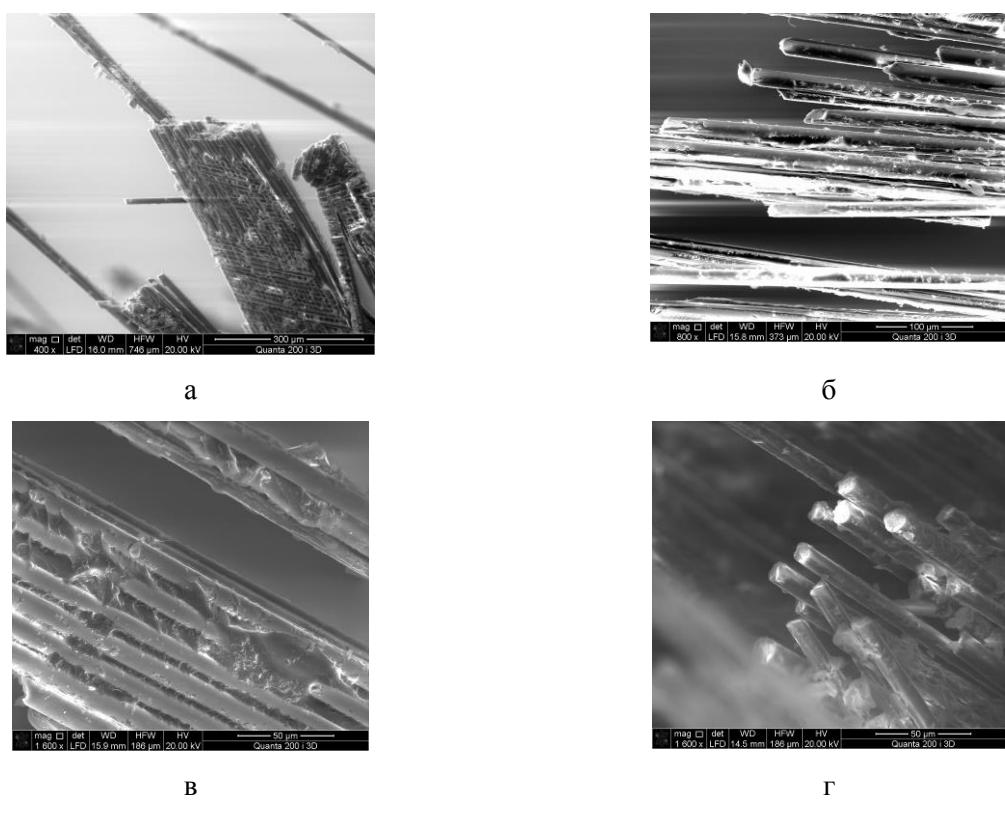


Рис. 10. РЭМ-изображения областей разрушения исследуемых образцов ВПКМ в результате растяжения.

При деформации сжатием происходит расслаивание ВПКМ путем образования трещин, характер которых определяется слоистой структурой исследуемого стеклопластика. Как следует из анализа РЭМ-изображений, трещины в ВПКМ, подвергнутом деформации сжатия, образуются преимущественно в направлениях, лежащих в плоскости слоев стекломата (рис.11а). На рис. 11б отчетливо виден адгезионный отрыв волокон от полимера внутри трещины ВПКМ.

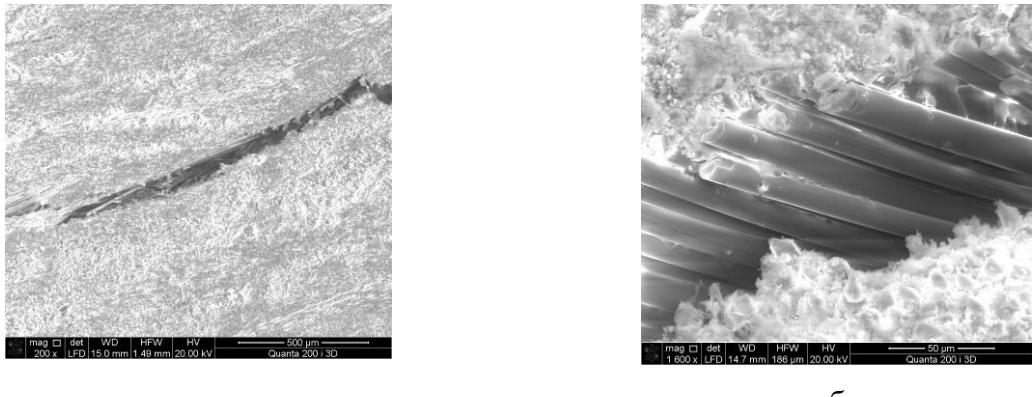


Рис.11. Образование трещин в ВПКМ при деформации сжатием при температуре 20 °C.

Рисунок 12 демонстрирует разрушение внутри слоев армирующего наполнителя ВПКМ, произошедшее путем адгезионного отслоения продольного пучка волокон от полимерной матрицы и разрыва поперечного пучка волокон вместе с полимерной матрицей ВПКМ.

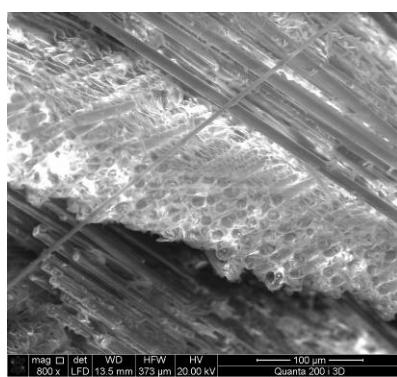


Рис. 12. Разрушение поперечных пучков армирующего наполнителя.

При сжатии исследуемых образцов ВПКМ при комнатной температуре при образовании трещин преобладающим является адгезионный отрыв волокон от полимерной матрицы (рис. 11б). При высоких температурах, наряду с механизмом адгезионного отрыва волокон от матрицы (рис. 13а), наблюдается когезионный разрыв матричного полимера в достаточно протяженных областях (рис. 13б).

В результате механических испытаний на растяжение и сжатие образцов ВПКМ Дюростон определены его основные механические характеристики при температурах в интервале от 20 °C до 200 °C. На диаграммах растяжения ВПКМ выявлены характерные области, положение которых зависит от температуры деформации.

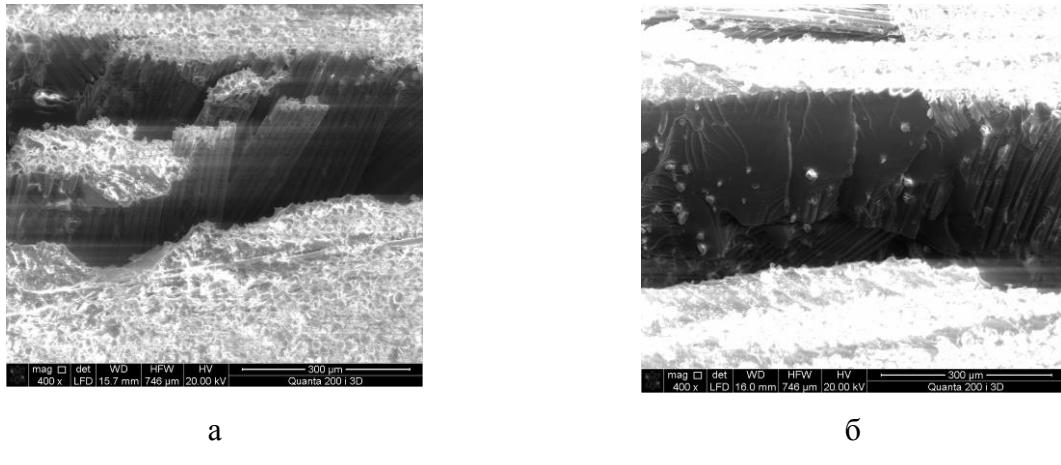


Рис. 13. Образование трещин в ВПКМ при деформации сжатием при температуре 200 °C.

Показано, что при деформации сжатием происходит расслаивание ВПКМ путем образования трещин, характер которых определяется слоистой структурой исследуемого стеклопластика. Установлено, что при комнатной температуре преобладающим механизмом образования трещин является адгезионный отрыв волокон от полимерной матрицы, а при высоких температурах, наряду с механизмом адгезионного отрыва волокон от матрицы происходит когезионный разрыв матричного полимера.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология / под ред. Ал. Ал. Берлина. – СПб.: Профессия, 2009. – 560 с.
2. Баженов С.Л. и др. Полимерные композиционные материалы. – Долгопрудный: Интеллект, 2010. – 352 с.
3. Деев И. С., Каблов Е. Н., Кобец Л. П. и др. Исследование методом сканирующей электронной микроскопии деформации микрофазовой структуры полимерных матриц при механическом нагружении [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. – 2014. – № 7. – Режим доступа:<http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/685.pdf>.
4. Деев И. С., Кобец Л. П. Исследование микроструктуры и микрополей деформаций в полимерных композитах методом растровой электронной микроскопии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 1999. – Т. 65, № 4 – С. 27–34.

ЛЯПИН А. А., МЯГКОВ Д. В., СИДОРОВА Н. В.<sup>1</sup>

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМОВ АНТИСТОКСОВОЙ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ ИОНОВ  $\text{Er}^{3+}$  В КРИСТАЛЛЕ YSZ:Er ПРИ ВОЗБУЖДЕНИИ УРОВНЯ  ${}^4\text{I}_{13/2}$**

**Аннотация.** В настоящей работе представлены результаты исследования механизмов антистоксовой люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  в кристалле YSZ:Er обусловленной переходами  ${}^4\text{S}_{3/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$ ,  ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$  при возбуждении на уровень  ${}^4\text{I}_{13/2}$ . Показано, что за заселение уровней  ${}^4\text{S}_{3/2}$ ,  ${}^4\text{F}_{9/2}$  при возбуждении уровня  ${}^4\text{I}_{13/2}$  ответственны процессы межионного взаимодействия ионов  $\text{Er}^{3+}$ .

**Ключевые слова:** ионы  $\text{Er}^{3+}$ , кристалл YSZ, антистоксовая люминесценция.

LYAPIN A.A., MYAGKOV D.V., SIDOROVA N.V.

**A STUDY OF THE MECHANISMS OF ANTI-STOKES LUMINESCENCE OF  $\text{Er}^{3+}$  IONS IN YSZ:Er CRYSTAL UNDER EXCITATION OF  ${}^4\text{I}_{13/2}$  LEVEL**

**Abstract.** The mechanisms of anti-Stokes luminescence of YSZ:Er crystal corresponding to  ${}^4\text{S}_{3/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$ ,  ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$  transitions upon excitation of the  ${}^4\text{I}_{13/2}$  level of  $\text{Er}^{3+}$  ions were studied. Ion-ion interaction between  $\text{Er}^{3+}$  ions populate  ${}^4\text{S}_{3/2}$ ,  ${}^4\text{F}_{9/2}$  levels upon excitation of the  ${}^4\text{I}_{13/2}$ .

**Keywords:** ions  $\text{Er}^{3+}$ , crystal YSZ, anti-Stokes luminescence.

В настоящее время активно разрабатываются твердотельные лазеры, излучающие в области 1,5 мкм. Излучение данного диапазона получило широкое применение в медицине и зондировании атмосферы [1].

Для практических применений также представляет интерес лазерное излучение в более длинноволновом диапазоне спектра: 1,6-1,7 мкм. Лазерное излучение в данной области длин волн, возможно получить на переходе  ${}^4\text{I}_{13/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$  ионов  $\text{Er}^{3+}$  в полуторных оксидных материалах и кристаллах стабилизированного диоксида циркония при резонансном возбуждении уровня  ${}^4\text{I}_{13/2}$ . Редкоземельные ионы, например  $\text{Er}^{3+}$ , в данных матрицах обладают специфическим расщеплением энергетических уровней на штарковские подуровни по сравнению, например, с кристаллом YAG:Er.

В 2008 году [2] была получена лазерная генерация на длине волны 1558 нм на керамике  $\text{Sc}_2\text{O}_3:\text{Er}$ . В работе [3] сообщается о получении лазерной генерации при криогенных температурах на переходе  ${}^4\text{I}_{13/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$  ионов  $\text{Er}^{3+}$  в керамике  $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Er}$  (0,5 %) на

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке Государственного задания Министерства образования и науки РФ (проект № 3.384.2014/К проект № 07080210059611).

длине волны 1,6 мкм при возбуждении волоконным лазером с длиной волны 1537,5 нм. Максимальная выходная мощность составила 9,3 Вт.

При возбуждении лазерным излучением уровня  $^4I_{13/2}$  ионов  $Er^{3+}$  [4] возникает антистоксовая люминесценция этих ионов в видимой и ближней инфракрасной областях длин волн. Данное явление способствует разгрузке верхнего лазерного уровня  $^4I_{13/2}$  ионов  $Er^{3+}$  и тем самым, препятствует созданию инверсной населенности данного уровня и получению лазерной генерации на переходе  $^4I_{13/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ . В связи с этим, особый интерес представляет изучение механизмов, ответственных за возникновение антистоксовой люминесценции ионов  $Er^{3+}$ .

В работе [4] изучалась антистоксовая люминесценция ионов  $Er^{3+}$  в керамике  $Y_2O_3:Er$  при возбуждении уровня  $^4I_{13/2}$  волоконным лазером с длиной волны 1,53 мкм. Было показано, что процессы поглощения с возбуждённого состояния (ESA) участвуют в заселении  $^4I_{9/2}$  уровня, а процессы последовательной передачи энергии (ETU) участвуют в заселении  $^4S_{3/2}$ ,  $^4F_{9/2}$  и  $^2H_{9/2}$  уровней.

Кристаллы YSZ:RE являются перспективными лазерными средами. Редкоземельные ионы в кристаллах YSZ обладают широким спектром люминесценции, что способствует созданию на основе данных материалов перестраиваемых твердотельных лазеров.

Целью настоящей работы являлось исследование механизмов ответственных за возникновение антистоксовой люминесценции ионов  $Er^{3+}$  в кристалле  $ZrO_2$ -13.4моль.% $Y_2O_3$ -0.6моль.% $Er_2O_3$  при возбуждении на уровень  $^4I_{13/2}$  этих ионов лазерным излучением с длиной волны 1537 нм.

*Методика эксперимента.* В качестве объекта исследования в настоящей работе был выбран кристалл следующего состава  $ZrO_2$ -13.4моль.% $Y_2O_3$ -0.6моль.% $Er_2O_3$  (далее по тексту YSZ:Er). Рост кристалла осуществлялся на установке «Кристалл-407» методом кристаллизации расплава путем прямого индуцированного нагрева в холодном тигле при скорости роста 10 мм/час [5]. Образец для исследования был вырезан в виде плоскопараллельной пластинки толщиной 0,75 мм.

Спектры поглощения ионов  $Er^{3+}$  в кристалле YSZ:Er были зарегистрированы с помощью спектрофотометра Perkin Elmer Lambda 950.

В качестве источника возбуждения ионов  $Er^{3+}$  на уровень  $^4I_{13/2}$  использовался оптический параметрический осциллятор NT 342/1/UVE фирмы EKSPLA (Литва). Длина волны возбуждения составила 1537 нм, длительность импульса возбуждения – 5 нс, частота повторения импульсов - 20 Гц.

Антистоксовая люминесценция, кинетики разгорания и затухания люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  регистрировались с использованием монохроматора МДР-23. В качестве детектора излучения использовался ФЭУ-79.

Время жизни ионов  $\text{Er}^{3+}$  на уровне  ${}^4\text{S}_{3/2}$  в кристалле YSZ:Er определялось с помощью резонансного возбуждения этого уровня  $\text{Ti}: \text{Sa}$  лазером при температуре жидкого азота.

Регистрация спектров поглощения и люминесценции, а также кинетические исследования ионов  $\text{Er}^{3+}$  проводились при комнатной температуре.

*Результаты и обсуждение.* Спектр поглощения ионов  $\text{Er}^{3+}$  для перехода  ${}^4\text{I}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{13/2}$  в кристалле YSZ:Er приведен на рисунке 1. Также на рисунке стрелкой показана длина волны возбуждения.

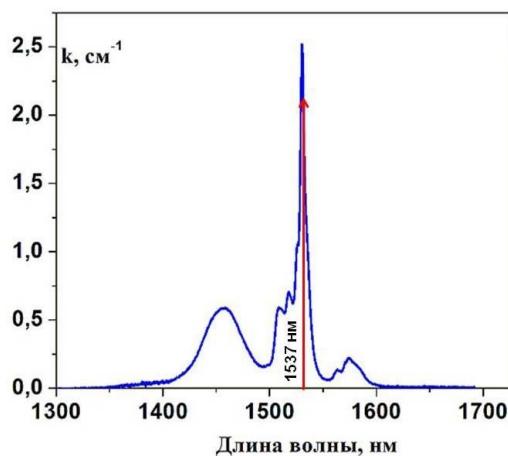


Рис. 1. Спектр поглощения для кристалла YSZ:Er, при  $T=300$  К, переход  ${}^4\text{I}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{13/2}$ .

Энергетическая схема уровней ионов  $\text{Er}^{3+}$  показана на рисунке 2. Также на этом рисунке стрелками указаны: 1) переход на который осуществлялось возбуждение лазерным излучением, 2) переходы, соответствующие люминесценции с верхних уровней  ${}^4\text{S}_{3/2}$ ,  ${}^4\text{F}_{9/2}$ ,  ${}^4\text{I}_{9/2}$  на основной уровень  ${}^4\text{I}_{15/2}$  ионов  $\text{Er}^{3+}$ .

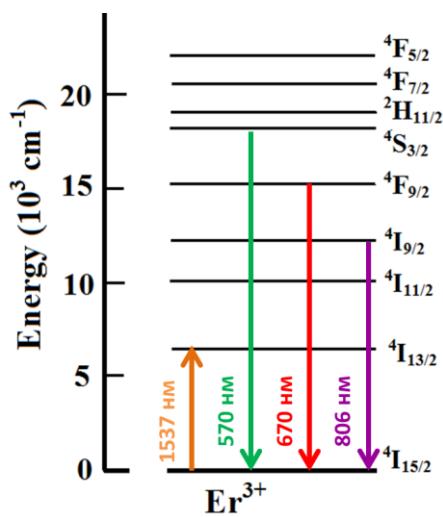


Рис. 2. Схема энергетических уровней ионов  $\text{Er}^{3+}$ .

Спектры антостоксовой люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  в кристалле YSZ:Er, обусловленные переходами  ${}^4\text{S}_{3/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$ ,  ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$ ,  ${}^4\text{I}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$  приведены на рисунке 3 при возбуждении лазерным излучением с  $\lambda_{\text{возб}}=1537$  нм на уровень  ${}^4\text{I}_{13/2}$  этих ионов.

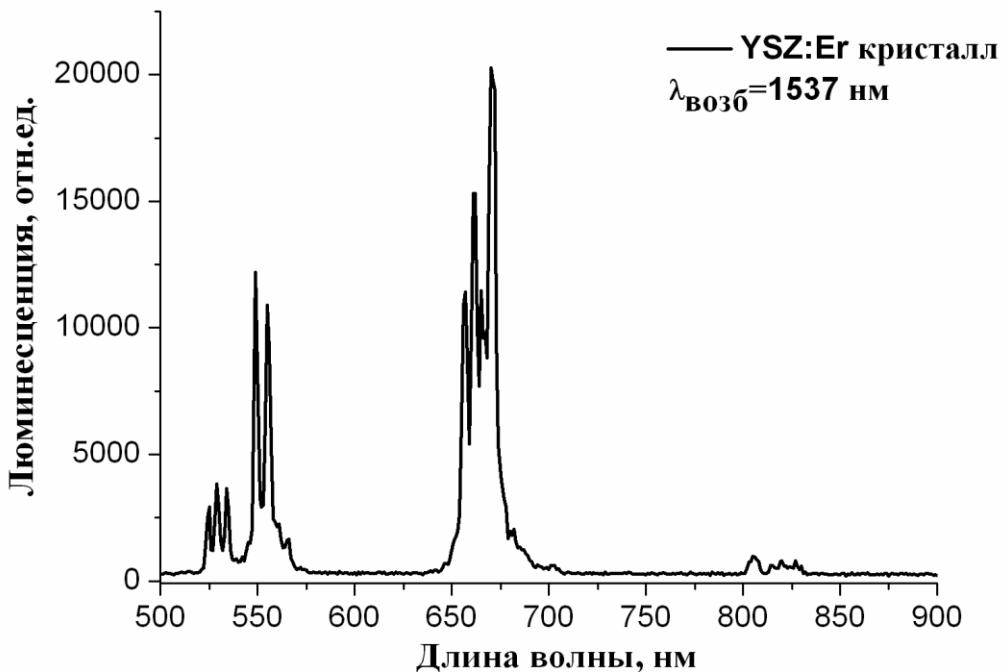


Рис. 3. Спектры антостоксовой люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  для кристалла YSZ:Er при  $T=300$  К.

Анализ литературных данных, посвященных исследованию антостоксовой люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  в полуторных оксидных материалах [4, 6], а также схемы энергетических уровней ионов  $\text{Er}^{3+}$ , показал, что в кристалле YSZ:Er могут быть два основных механизма, приводящих к заселению верхних энергетических уровней: процессы межионного взаимодействия и поглощение с возбужденного состояния (ESA).

С целью выявления механизмов, ответственных за возникновение антостоксовой люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  в кристалле YSZ:Er при возбуждении лазерным излучением с  $\lambda_{\text{возб}}=1537$  нм уровня  ${}^4\text{I}_{13/2}$  ионов  $\text{Er}^{3+}$ , были зарегистрированы кинетики затухания люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  с уровнем  ${}^4\text{S}_{3/2}$  (рис. 4а) и  ${}^4\text{F}_{9/2}$  (рис. 4б) при возбуждении коротким импульсом (длительность 5 нс), по сравнению с временем жизни данных уровней.

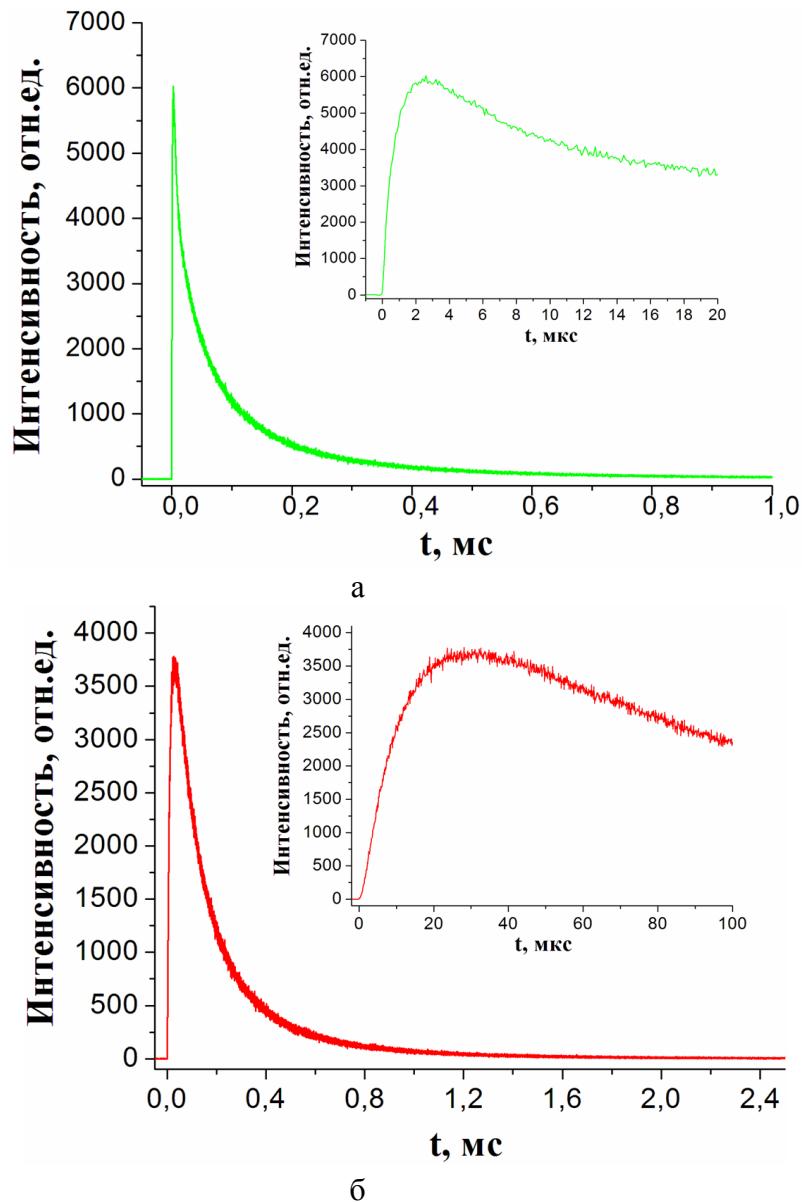


Рис. 4. Кинетика разгорания и затухания люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  с уровней  ${}^4S_{3/2}$  (а) и  ${}^4F_{9/2}$  (б) в кристалле YSZ:Er при возбуждении уровня  ${}^4I_{13/2}$  ионов  $\text{Er}^{3+}$  в различном временном масштабе.

Если бы в заселении уровней  ${}^4S_{3/2}$  и  ${}^4F_{9/2}$  ионов  $\text{Er}^{3+}$  преобладали процессы ESA, то в момент прекращения импульса возбуждения, люминесценция с уровнями  ${}^4S_{3/2}$ ,  ${}^4F_{9/2}$  должна затухать со временем жизни ионов  $\text{Er}^{3+}$  на данных уровнях. Если же в заселении уровней  ${}^4S_{3/2}$ ,  ${}^4F_{9/2}$  участвуют процессы межионного взаимодействия, то в момент прекращения импульса возбуждения будет наблюдаться «затягивание» люминесценции, на порядок превышающее время жизни ионов  $\text{Er}^{3+}$  на данных уровнях. Время жизни ионов  $\text{Er}^{3+}$  на уровнях  ${}^4S_{3/2}$  и  ${}^4F_{9/2}$  в кристалле YSZ:Er составило 28  $\mu\text{s}$  и 6  $\mu\text{s}$  [7], соответственно.

Из анализа рис. 4, следует, что кинетики разгорания и затухания люминесценции ионов  $\text{Er}^{3+}$  с уровнями  ${}^4S_{3/2}$  и  ${}^4F_{9/2}$  состоят из двух частей: медленного разгорания (по сравнению с длительностью импульса возбуждения) и последующего медленного затухания.

Данный результат явно свидетельствует о том, что доминирующим механизмом в заселении уровней  $^4S_{3/2}$  и  $^4F_{9/2}$  являются процессы межионного взаимодействия ионов  $Er^{3+}$ .

Таким образом, проведенное в настоящей работе исследование кинетик разгорания и затухания люминесценции с уровней  $^4S_{3/2}$  и  $^4F_{9/2}$  ионов  $Er^{3+}$  при возбуждении на уровень  $^4I_{13/2}$  этих ионов показало, что за возникновение антистоксовой люминесценции с уровнем  $^4S_{3/2}$  и  $^4F_{9/2}$  в кристалле  $ZrO_2$ -13.4моль.%  $Y_2O_3$ -0.6моль.%  $Er_2O_3$  ответственны процессы межионного взаимодействия ионов  $Er^{3+}$ .

## ЛИТЕРАТУРА

1. White J. O., Dubinskii M., Merkle L. D. et al. Resonant pumping and upconversion in 1.6  $\mu$ m  $Er^{3+}$  lasers // J. Opt. Soc. Am. B. – 2007. – Vol. 24. – pp. 2454-2460.
2. Ter-Gabrielyan N., Merkle L.D., Ikesue A. et al. Ultralow quantum-defect eye-safe  $Er:Sc_2O_3$  laser // Opt Lett. – 2008. – Vol. 33. – pp. 1524-1526.
3. Ter-Gabrielyan N., Merkle L.D., Newburgh G.A. et al. Resonantly-pumped  $Er^{3+}:Y_2O_3$  ceramic laser for remote  $CO_2$  monitoring // Laser Physics. – 2009. – Vol. 19. – pp. 867–869.
4. Brown Ei. E., Hommerich U., Bluiett A. et al. Near-infrared and upconversion luminescence in  $Er:Y_2O_3$  ceramics under 1.5  $\mu$ m excitation // J. Am. Ceram. Soc. – 2014. – Vol. 97. – pp. 2105-2110.
5. Jian Zhang, Shiwei Wang, Liqiong An et al. Infrared to visible upconversion luminescence in  $Er^{3+}:Y_2O_3$  transparent ceramics // Journal of Luminescence. – 2007. – Vol. 122–123. – pp. 8–10.
6. Кузьминов Ю. С., Осико В. В. Фианиты. Основы технологии, свойства, применение. – М.: Наука, 2001. – 208 с.
7. Merino R. I., Orera V. M., Cases R. et al. Spectroscopic characterization of  $Er^{3+}$  in stabilized zirconia single crystals // Phys.: Condens. Matter. – 1991. – Vol. 3. – pp. 8491-8502.

**ИВАНОВА В. Г., ЗВЕРЕВ П. Г., ШИЛОВА Г. В.**  
**ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ И НЕЛИНЕЙНЫХ СВОЙСТВ**  
**КРИСТАЛЛОВ ЛАНГАСИТА**

**Аннотация.** Исследована граница фундаментального поглощения в кристалле лангасита. Определена ширина запрещенной зоны, которая составила 6,5 эВ. Методом генерации второй гармоники в порошках установлено, что величина квадратичной нелинейной восприимчивости в кристалле лангасите примерно в 7 раз выше, чем в кварце.

**Ключевые слова:** лангасит, фундаментальное поглощение, ширина запрещенной зоны, генерация второй гармоники, квадратичная нелинейная восприимчивость.

**IVANOVA V. G., ZVEREV P. G., SHILOVA G. V.**  
**A STUDY OF OPTICAL AND NONLINEAR PROPERTIES**  
**OF LANGASITE CRYSTAL**

**Abstract.** The edge of fundamental absorption in langasite crystal was studied. The energy gap was measured to be 6,5 eV. Using the technique of the second harmonic generation in powdered samples, the value of the quadratic nonlinear susceptibility in langasite crystal was estimated to be 7 times higher than that in quartz.

**Keywords:** langasite, fundamental absorption, energy gap, second harmonic generation, quadratic nonlinear susceptibility.

Кристалл лангасита (ЛГС,  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ ) является известным пьезоэлектрическим и лазерным материалом. Он обладает высокими пьезо-, акусто- и электрооптическими характеристиками. В 1983 г. он был впервые предложен в качестве матрицы для создания лазерно-активных сред [1]. Позднее было установлено, что кристалл ЛГС обладает высокими пьезоэлектрическими параметрами, в три раза выше, чем у кварца [2]. С тех пор ЛГС в основном используется для изготовления объемных и поверхностных акустических датчиков. Современные технологии роста позволяют получать кристаллы ЛГС большого размера и высокого оптического качества, изготавливать на их основе нелинейно-оптические элементы.

Развитие технологии роста позволяло получать монокристаллы ЛГС высокого оптического качества, и использовать их для лазерной физики. Кристаллы ЛГС обладают хорошими электрооптическими свойствами и могут использоваться для модуляции добротности резонатора лазера [3]. ЛГС, активированные ионами  $\text{Nd}^{3+}$ , могут использоваться в качестве активных лазерных сред, в том числе для лазеров с диодной накачкой.

Кристаллическая структура лангасита принадлежит к тригональной системе, пространственная группа  $P321$ . Кристалл ЛГС нецентросимметричный, поэтому в нем может наблюдаться генерация второй гармоники, генерация суммарной и разностной частоты. Активированные кристаллы ЛГС можно использовать для создания лазеров с нелинейным преобразованием частоты в самой лазерной среде.

Для создания лазера с нелинейным преобразованием в синий и ближний УФ спектральные диапазоны необходимо использовать кристаллы прозрачные в этой области. Близость края фундаментального поглощения кристалла может приводить к возникновению заметного двухфотонного поглощения, то есть одновременного поглощения двух фотонов с переходом электронов в зону проводимости. Чтобы оценить вероятность этого процесса необходимо знать значение ширины запрещенной зоны  $E_g$  в среде. Чем больше будет  $E_g$ , тем дальше будет прозрачность среды в ближнюю УФ спектральную область.

Целью настоящей работы было исследовать границу фундаментального поглощения в ближней УФ спектральной области в кристалле ЛГС, определить ширину запрещенной зоны  $E_g$  и измерить квадратичную нелинейную восприимчивость.

Экспериментальные образцы монокристаллов ЛГС были выращены в компании «Фомос-Материалс». Использовались экспериментальные образцы кристаллов длиной 40 мм, 7,8 мм и 200 мкм.

Спектры поглощения измерялись на спектрофотометре Cary 5000. На рис.1 представлен обзорный спектр кристалла ЛГС в видимой и ближней ИК спектральных областях. Видно, что в целом области прозрачности простирается от 0,25 до 5 мкм.

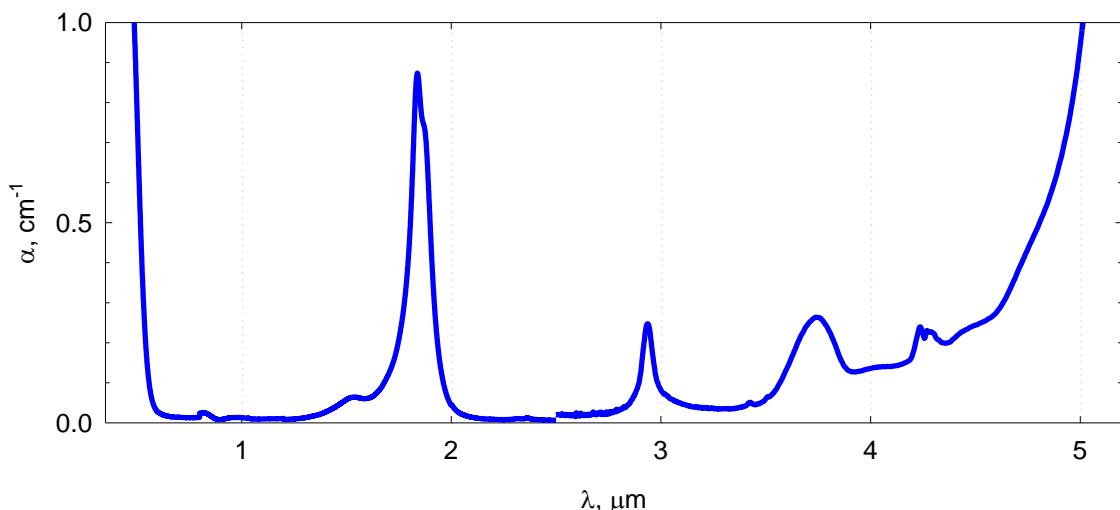


Рис. 1. Спектр пропускания кристалла ЛГС при комнатной температуре.

Для исследования границы фундаментального поглощения и измерения ширины запрещенной зоны  $E_g$  измерялись спектры поглощения при комнатной температуре и

температуре жидкого азота ( $T=77\text{K}$ ). В последнем случае образец помещался в пенопластовый дюар с кварцевыми световодами, который устанавливался в рабочий канал спектрофотометра.

Согласно [4] вблизи края фундаментального поглощения в области частот  $\omega < E_g/\hbar$  наблюдается экспоненциальная частотная зависимость коэффициента поглощения  $\alpha$  от частоты излучения  $\omega$ , которая описывается уравнением Урбаха как:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot \exp \left[ \frac{-\gamma \cdot (E_g - \hbar\omega)}{k \cdot T} \right] \quad (1)$$

Здесь  $E_g$  – ширина запрещенной зоны,  $T$  – абсолютная температура образца,  $k$  – постоянная Больцмана,  $\hbar$  – постоянная Планка,  $\alpha$  и  $\gamma$  - константы. Видно, что при логарифмическом масштабе по оси  $Y$  зависимость будет иметь линейный характер. На рисунке 2 показаны зависимости коэффициента поглощения в кристалле ЛГС для двух температур. При охлаждении кристалла спектр поглощения смещается в УФ область. Согласно уравнению (1) в точке пересечения зависимостей, полученных для разных температур,  $\hbar\omega = E_g$ , что дает значение  $E_g$ . Для кристалла ЛГС оно составило 6,5 эВ, что хорошо согласуется с имеющимися литературными данными по аналогичным кристаллам.

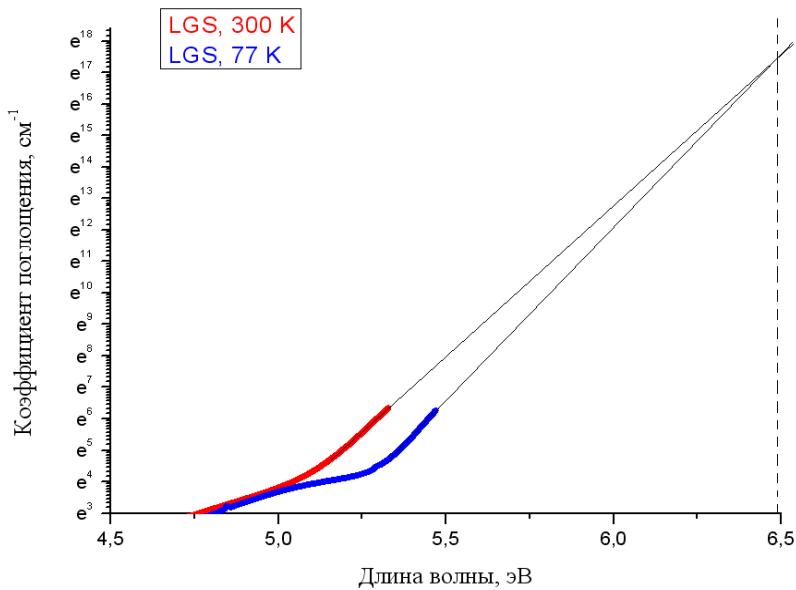


Рис. 2. Спектр поглощения кристалла ЛГС в области фундаментального поглощения при  $T=300\text{ K}$  и  $T=77\text{K}$ .

Отсутствие центра симметрии в кристаллах ЛГС позволяет их использовать для генерации второй гармоники (ГВГ). В кристалле ЛГС отсутствует направление фазового синхронизма для ГВГ излучения с длиной волны 1064 нм. Это означает, что интенсивность

излучения на удвоенной частоте достигает своего максимума на длине порядка длины когерентности, а затем падает [5]. Для исследования удвоения лазерного излучения с длиной волны 1,064 мкм использовался метод ГВГ в порошках [6]. В этом случае используются порошки с размером зерна меньше длины когерентности. Мы провели сравнение ГВГ в ЛГС и кристаллическом кварце. Эти материалы принадлежат одной кристаллографической группе, поэтому эффективность ГВГ в порошках одинакового размера позволит определить величину квадратичной нелинейной восприимчивости.

В таблице 1 представлены значения показателей преломления  $n_o$  и  $n_e$  в кристаллах, рассчитанные по литературным данным, и соответствующие им значения длины когерентности для ГВГ. В экспериментах использовались порошки этих кристаллов с размером зерен меньше 5 мкм, то есть меньше длины когерентности. Контроль размера частиц порошка проводился с помощью оптического микроскопа.

Таблица 1

Рассчитанные длины когерентности для ГВГ излучения с длиной волны 1064 нм в кристаллах ЛГС и кварц и данные по показателям преломления.

Кристалл	$n_o(1064 \text{ нм})$	$n_e(532 \text{ нм})$	$l_{\text{когерент, мкм}}$
Кварц [4]	1,535	1,556	12,66
ЛГС [5]	1,877	1,923	5,761

Оптическая схема для исследования ГВГ в порошках подробно описана в [7] и использовала одномодовый одночастотный YAG:Nd лазер, работающий на длине волны 1,064 мкм с частотой следования импульсов 5 Гц. Лазер давал импульсы с энергией около 10 мДж и длительностью 12 нс. Фазовая пластинка  $\lambda/2$  и призма Глана позволяли плавно изменять энергию импульсов лазерного излучения. Излучение накачки падало на образец почти перпендикулярно. Рассеянное обратно излучение, содержащее ГВГ, собиралось в волоконный световод короткофокусной линзой и направлялось на вход спектрометра Ocean Optics USB4000-UV-VIS.

Зависимости интенсивности ГВГ от падающего излучения для двух образцов ЛГС и кристаллического кварца представлены на рисунке 3. Видно, что зависимости хорошо описываются квадратичной функцией  $Y = A \cdot X^2$ . Коэффициент  $A$  пропорционален квадрату квадратичной нелинейной восприимчивости  $\chi^{(2)}$  в среде. Используя литературные данные  $\chi^{(2)}$  и  $d$  для кварца мы определили величины  $\chi^{(2)}$  и  $d$  для лангасита (табл. 2). Видно, что нелинейная восприимчивость лангасита почти в семь раз выше, чем в кварце.

Таблица 2

Коэффициенты (A) и расчетные относительные значения квадратичной нелинейной восприимчивости в исследованных кристаллах при T=300 К

Кристалл	$\chi$ , м/V	$d$ , м/V	
		эксперимент	литература [5]
Кварц	$0,66 \cdot 10^{-12}$	$3,3 \cdot 10^{-13}$	$3,3 \cdot 10^{-13}$
ЛГС	$4,67 \cdot 10^{-12}$	$23,3 \cdot 10^{-13}$	-

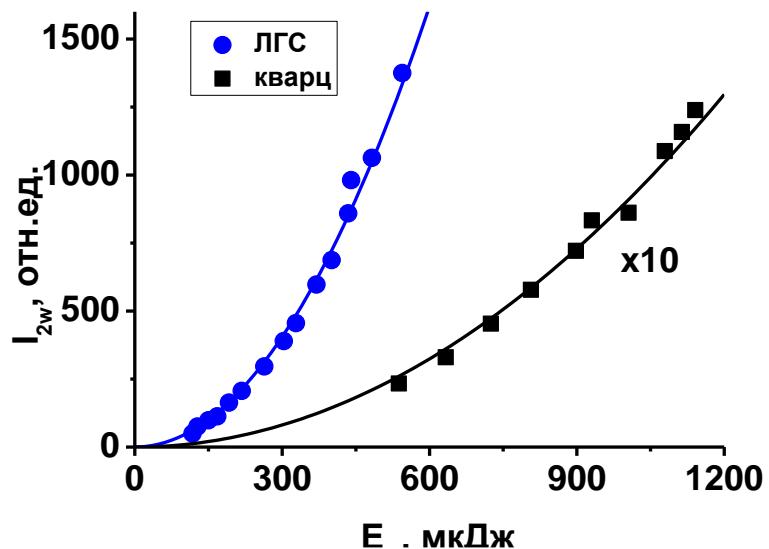


Рис. 3. Зависимости интенсивности второй гармоники излучения ( $\lambda = 532$  нм) от энергии падающего на образец излучения ( $\lambda = 1064$  нм) для порошков ЛГС и кристаллического кварца.

Таким образом, проведенные исследования показали, что кристалл ЛГС обладает хорошей прозрачностью в синем спектральном диапазоне, вплоть до 250 нм. Большая ширина запрещенной зоны в LGS, равная 6,5 эВ, свидетельствует, что его можно использовать для нелинейного преобразования лазерного излучения в видимой и ближней УФ спектральной области. Кристалл ЛГС обладает высоким значением квадратичной нелинейной восприимчивости  $\chi^{(2)}$ , которое в 7 раз выше, чем в кристаллическом кварце и может быть использован в качестве полифункционального материала для одновременной лазерной генерации и ГВГ в активной лазерной среде.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Kaminskii A. A., Mill B. V., Khodzhabagyan G. G. et al. Investigation of trigonal  $(La_{1-x}Nd_x)_3Ga_5SiO_{14}$  crystals. I. Growth and optical Properties // Phys. Stat. Sol. (a). – 1983. – Vol. 80. – pp. 387-398.

2. Андреев И. А., Дубовик М. Ф. Новый пьезоэлектрик лангасит  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  - материал с нулевым температурным коэффициентом частоты упругих колебаний // Письма в ЖТФ. – 1984. – Т. 10, № .8. – С. 487-491.
3. Lu G.W., Li C.X., Wang W.C. et al. Raman scattering spectra of  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  (LGS) crystals // Phys. Stat. Sol. (b). – 2004. – Vol. 241. – pp. 439-446.
4. Urbach F. The Long-Wavelength Edge of Photographic Sensitivity and of the Electronic Absorption of Solids // Phys. Rev. – 1953. – Vol. 92. – pp. 1324-1355.
5. Дмитриев В.Г., Тарасов Л.В. Прикладная нелинейная оптика: генераторы второй гармоники и параметрические генераторы света. – М.: Радио и связь, 1982. – 352 с.
6. Kurtz S.K., Perry T.T. A powder technique for the evaluation of nonlinear optical materials. // J. Appl. Phys. – 1968. – Vol.39. – pp. 3798-3813.
7. Шилова Г. В., Зверев П. Г., Ивлева Л. И. // Вестник Мордовского университета, сер. «Естественные и технические науки». – 2014. – № 1-2. – С. 43.

БЕГЛОВ В. И., ЛЮТОВА Е. Н., НИЩЕВ К. Н., НОВОПОЛЬЦЕВ М. И., ОКИН М. А.,

ПЫНЕНКОВ А. А., РОЖАЕВ Д. И.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ

### И ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВПКМ ДЮРОСТОН<sup>1</sup>

**Аннотация.** Приведены результаты измерения термомеханических и теплофизических характеристик волокнистого полимерного композиционного материала (ВПКМ) Дюростон, применяемого в силовой электронике для изготовления опорно-крепежных элементов. В интервале температур от 30 °C до 200 °C измерены коэффициент термического расширения и температуропроводность исследуемых образцов. В интервале температур от 30 °C до 400 °C проведены исследования методом дифференциального термического анализа и термогравиметрии. В измерениях температуропроводности методом лазерной вспышки обнаружен световодный эффект волокон армирующего наполнителя ВПКМ Дюростон.

**Ключевые слова:** волокнистые полимерные композиционные материалы, полимерная матрица, армирующий наполнитель, КТР, температуропроводность, световод.

BEGLOV V. I., LYUTOVA E. N., NISHCHEV K. N.,

NOVOPOLTSEV M. I., OKIN M. A., PYNENKOV A. A., ROZHAEV D. I.

## A STUDY OF THERMOMECHANICAL AND THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF FPCM DUROSTONE

**Abstract.** The paper presents the results of measurements of the thermomechanical and thermal characteristics of the fibrous polymer composite (FPCM) Durostone used in power electronics for manufacturing of support-fixing elements. The coefficient of thermal expansion and thermal diffusivity of the samples were measured in the temperature range from 30 °C to 200 °C. A differential thermal analysis and thermogravimetry were done in the temperature range from 30 °C to 400 °C. When measuring thermal diffusivity by laser flash, a waveguide effect of the FPCM Durostone reinforcing filler was revealed.

**Keywords:** fibrous polymer composite material, polymer matrix, reinforcing filler, CTE, thermal diffusivity, waveguide.

Силовая электроника является одной из многочисленных сфер применения полимерных композиционных материалов. В частности, в производстве устройств силовой электроники в качестве материала крепежных и электроизоляционных элементов используются волокнистые полимерные композиционные материалы (ВПКМ). Надежность работы опорных конструкций

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-08-97173).

из ВКПМ зависит от теплофизических характеристик материала, температурного диапазона их эксплуатации, процессов термической деградации [1; 2].

Эксплуатационные характеристики ВПКМ (в том числе, термомеханические и теплофизические) существенно зависят от состава, взаимного расположения и свойств компонентов, особенностей их взаимодействия на межфазной границе «полимер-армирующий наполнитель» [3–5].

Если термостойкость ВПКМ в основном определяется свойствами матричного полимера, то их коэффициент термического расширения (КТР) и теплопроводность зависят от вида и структуры армирующего наполнителя, его взаимодействия с матрицей. Термомеханические и теплофизические свойства ВКПМ зависят от многих технологических факторов, что затрудняет количественный расчет и прогнозирование их физических свойств. В связи с этим весьма актуальны экспериментальные исследования структуры и свойств ВПКМ.

Ранее в работах [6; 7] нами были представлены результаты исследования микроструктуры и механических свойств ВПКМ марки Дюростон. В настоящей работе приводятся результаты измерения термомеханических и теплофизических характеристик данного материала. Исследования проводились с целью определения роли границ раздела «матрица-волокно» в термомеханических и теплофизических свойствах ВПКМ. Для этого в интервале температур от 20 °C до 200 °C измерены КТР и температуропроводность исследуемых образцов. В интервале температур от 30 °C до 400 °C проведены исследования образцов ВПКМ методом термогравиметрии.

*Методы исследования и образцы.* Для исследования КТР ВПКМ использовался горизонтальный дилатометр DIL 402-C (NETZSCH). Исследуемые образцы ВПКМ имели форму прямоугольного параллелепипеда с осью параллельной плоскости слоев армирующего наполнителя.

Дифференциальный термический анализ (ДТА) и термогравиметрический анализ (ТГА) исследуемых образцов проведен с использованием термомикровесов TG F1 Libra (NETZSCH). Измерения проводились в температурном диапазоне 30–400 °C при скорости нагрева 8 К/мин в потоке азота 20 мл/мин. Начальная масса образцов составляла 30 мг.

Температуропроводность ВКПМ измерялась методом лазерной вспышки (методом Паркера) [8] на установке LFA 427 (NETZSCH) с программным обеспечением PROTEUS в соответствии с ASTM E1461 [9]. Для измерения температуропроводности использовались образцы в форме параллелепипеда с размерами основания 11×11 мм и высотой 3 мм. В данном методе передняя поверхность исследуемых образцов облучалась лазерным ИК-импульсом с длиной волны 1,064 мкм. Температуропроводность образца определялась по времени, в течение которого температура задней поверхности образца достигала половины своего

максимального значения. Относительная погрешность измерения температуропроводности при доверительной вероятности 0,95 не превышала 3%.

*Результаты и их обсуждение.* На рисунке 1 приведены графики температурных зависимостей относительного удлинения и КТР ВПКМ Дюростон различных модификаций, условно маркируемых производителями по их цвету (зеленый, красный, желтый). Как следует из данных рисунков, характеры температурных зависимостей КТР ВПКМ красной и зеленой модификации в области температур 30-200 °C близки и существенно отличаются в интервале высоких температур от характера данной зависимости для желтой модификации. Эти различия могут быть связаны с разной динамикой процессов стеклования и кристаллизации полимерных матриц.

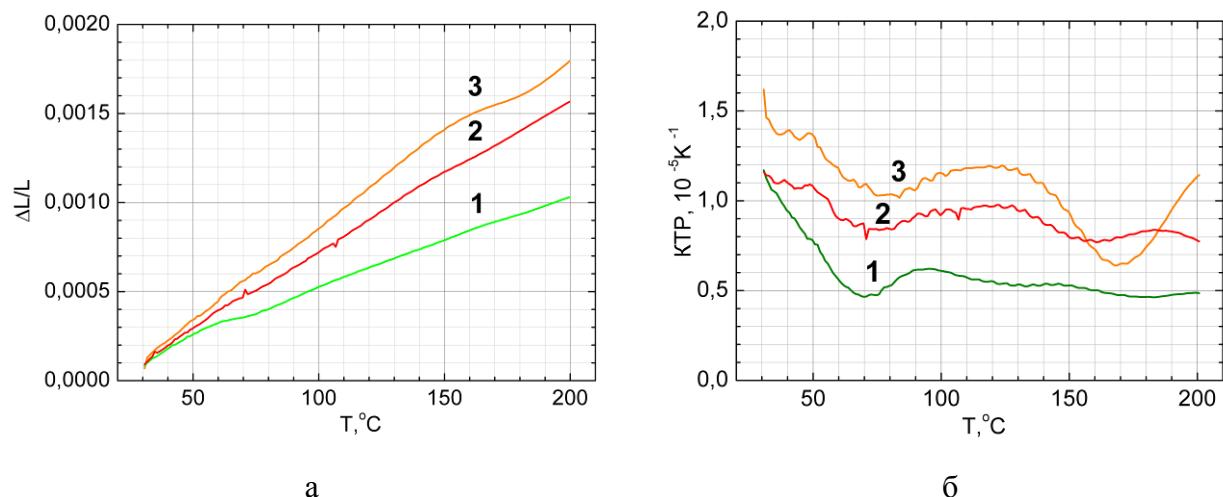


Рис. 1. Температурные зависимости относительного удлинения (а) и КТР (б) для различных модификаций ВПКМ Дюростон: 1 – зеленый, 2 – красный, 3 – желтый.

На рисунке 2 представлены результаты исследования ВПКМ Дюростон методами ДТА и термогравиметрии. Как следует из рисунка 2а, в интервале температур 30-150 °C на кривых ДТА для всех модификаций ВПКМ Дюростон практически не было отмечено каких-либо тепловых эффектов. В области высоких температур выявлены эндо- и экзотермические пики, которые указывают на процессы термической деструкции полимера. Это подтверждается кривыми ТГА для исследуемых образцов, приведенными на рис. 2б. Практически до температуры 250 °C нагрев образцов ВПКМ не сопровождался потерей их массы. При более высоких температурах происходила интенсивная потеря массы всех образцов. Температуры начала данного процесса составляли, соответственно: 250 °C для красной и желтой модификаций, 300 °C – для зеленой.

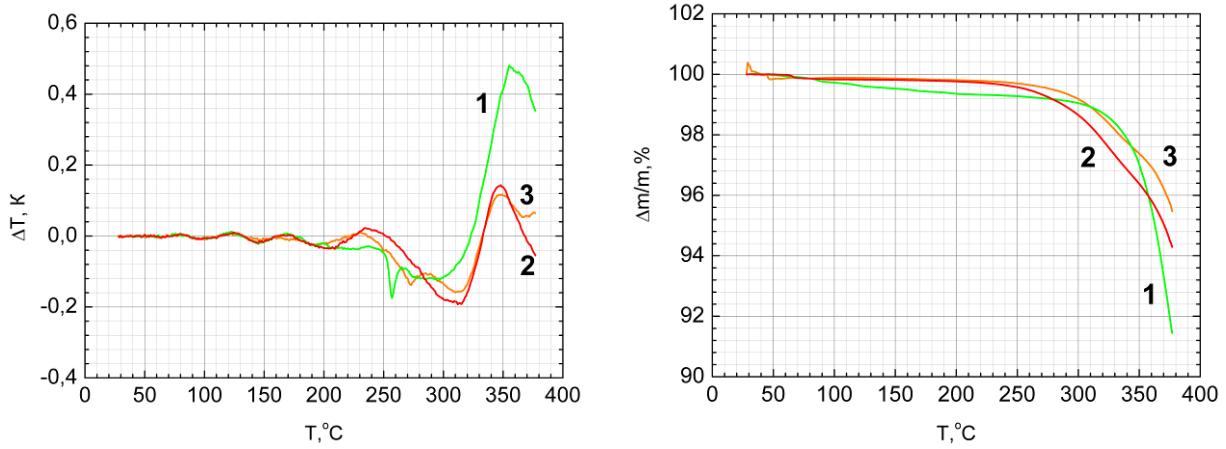


Рис. 2. Результаты исследования методами ДТА (а) и термогравиметрии (б) для различных модификаций ВПКМ Дюростон: 1 – зеленый, 2 – красный, 3 – желтый.

На рисунке 3 приведены температурные зависимости температуропроводности исследуемых образцов ВПКМ Дюростон, измеренные методом лазерной вспышки. Из рисунка 3 видно, что для всех модификаций исследуемого ВПКМ коэффициент температуропроводности линейно уменьшается с ростом температуры.

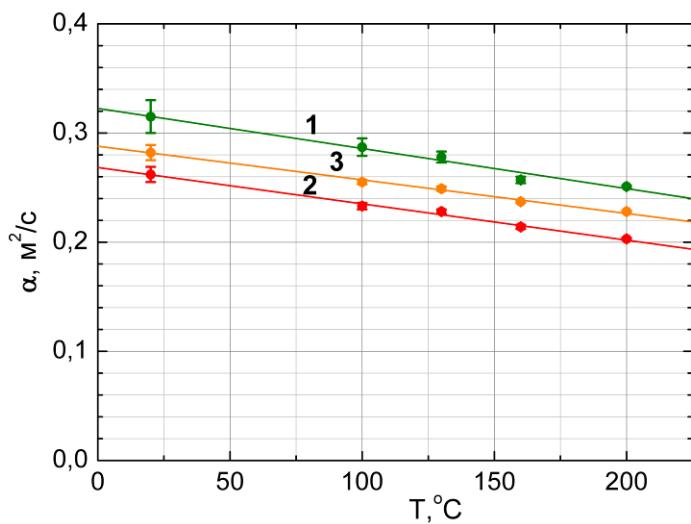


Рис. 3. Температурные зависимости температуропроводности исследуемых образцов для различных модификаций ВПКМ Дюростон: 1 – зеленый, 2 – красный, 3 – желтый.

Необходимо отметить, что в исследованиях тепловых свойств ВПКМ Дюростон методом лазерной вспышки нами выявлен эффект, который может быть обусловлен особенностями структуры исследуемого ВПКМ. В работе [6] нами показано, что ВПКМ Дюростон представляет собой пропитанный слоистый материал, содержащий пучки стекловолокон диаметром 10-20 мкм, уложенные во взаимно перпендикулярных направлениях.

В экспериментах по измерению температуропроводности методом лазерной вспышки нами использовались образцы, вырезанные таким образом, что армирующие волокна

перпендикулярны к облучаемой лазерным импульсом поверхности. В таких образцах, на наш взгляд, наряду с традиционными механизмами теплопроводности, может действовать механизм, связанный со световодным действием волокон в ИК-диапазоне. Для определения спектра пропускания в области длин волн излучения, используемого в методе лазерной вспышки, нами была измерена спектральная зависимость оптической плотности ВПКМ Дюростон красной модификации. Данная зависимость приведена на рисунке 4. Из рисунка видно, что оптическая плотность образца ВПКМ, вырезанного перпендикулярно стекловолокнам, при длине волны излучения, используемого в наших измерениях (1,064 мкм), почти в два раза меньше оптической плотности образца, вырезанного параллельно волокнам.

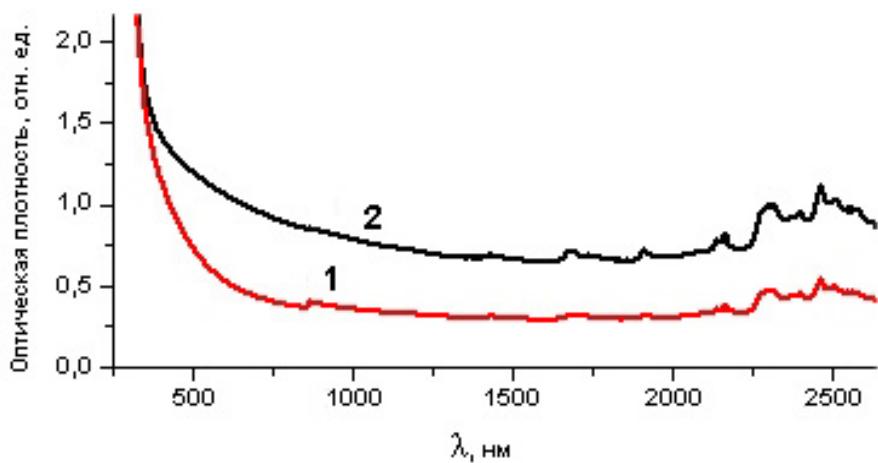
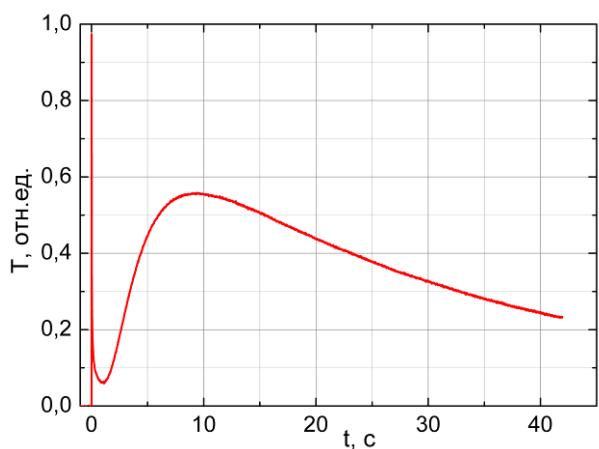
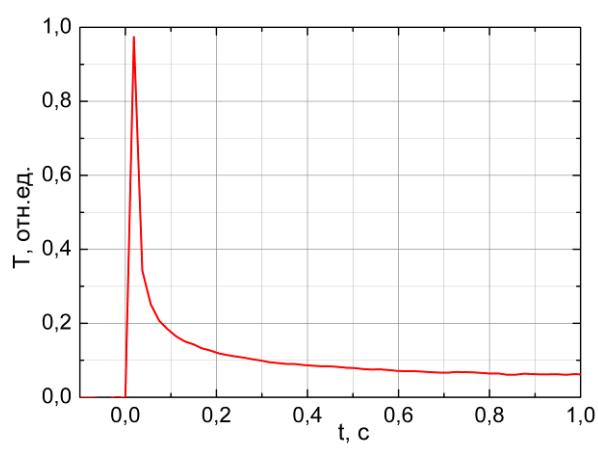


Рис. 4. Спектральная зависимость оптической плотности ВПКМ Дюростон красной модификации для образца, вырезанного перпендикулярно (1) и параллельно (2) стекловолокнам.

На рисунке 5 приведена кинетическая кривая относительного изменения температуры задней поверхности исследуемого образца ВПКМ Дюростон после воздействия лазерным импульсом на его переднюю поверхность. Характерной особенностью зарегистрированных нами кинетических кривых является наличие острого пика в начале температурного отклика (рис. 5б). Данный пик мы связываем с распространением ИК-излучения по тонким стекловолокнам, играющим роль световодов внутри ВПКМ.



а



б

Рис. 5. Относительное изменение температуры задней поверхности исследуемого образца ВПКМ Дюростон после воздействия лазерным импульсом (а), б – начальный участок кинетической кривой.

На наш взгляд, процесс переноса энергии лазерной вспышки в исследуемых образцах ВПКМ может быть объяснен одновременным действием следующих механизмов:

- быстрым световодным распространением ИК-излучения по стекловолокну наполнителя с частичным его поглощением;
- медленной теплопередачей по полимерной матрице;
- теплопередачей по армирующему наполнителю;
- переносом тепловой энергии, выделившейся при поглощении ИК-излучения внутри стекловолокна, через границу раздела «стекловолокно-матрица».

Излучение, распространяющееся по световодному механизму, практически мгновенно регистрируется инфракрасным датчиком температуры, что подтверждает резкий передний фронт пика в начале температурного отклика. Наличие поглощения в световоде приводит к «затягиванию» заднего фронта этого пика. В формировании основного пика температурного отклика участвуют все механизмы теплопереноса, перечисленные выше. На наш взгляд, форма заднего фронта пика в начале температурного отклика (рис. 5б) может зависеть от состояния границ раздела «матрица-волокно», что открывает возможность применения метода лазерной вспышки для исследования данных границ.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Баурова Н. И. Динамика процессов разрушения полимерных композиционных материалов // Энциклопедия инженера-химика. – 2013. – №. 2. – С. 19-25.
2. Малышева Г. В. Физическая химия адгезивов // Материаловедение. – 2005. – № 3. – С. 9-14.

3. Белов П. А., Гордеев А. В. Моделирование свойств композиционного материала, армированного короткими волокнами. Учет адгезионных взаимодействий // Композиты и наноструктуры. – 2010. – № 1. – С. 40-46.
4. Михайлин Ю. А. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы. – СПб.: Профессия, 2006. – 490 с.
5. Липатов Ю. С., Бабич В. Ф. Некоторые закономерности термомеханического поведения простых моделей композитного материала при наличии межфазного слоя // Механика композитных материалов. – 1982. – № 2. – С. 225-232.
6. Горбунов Д. С, Нищев К. Н., Новопольцев М. И. и др. Исследование микроструктуры ВПКМ Дюростон методами РЭМ и рентгеновской микротомографии теплоносителя [Электронный ресурс] // Огарев-online. Раздел «Физико-математические науки» (в печати).
7. Горбунов Д. С., Нищев К. Н., Новопольцев М. И., Беглов В. И., Мишкин В. П., Лютова Е. Н. Исследование влияния границ раздела «матрица-волокно» на прочностные свойства ВПКМ Дюростон [Электронный ресурс] // Огарев-online. Раздел «Физико-математические науки» (в печати).
8. Parker W. J. et.al. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity // J. Appl. Phys. – 1961. – Vol. 32, № 9. – pp. 1675-1684.
9. ASTM E1461-13, Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [www.astm.org](http://www.astm.org).

БАКУЛИН М. А., БЕЗБОРОДОВ С. В., ЗЮЗИН А. М.,

РАДАЙКИН В. В., САБАЕВ С. Н.

**ЗАВИСИМОСТЬ СТЕПЕНИ ЗАКРЕПЛЕНИЯ СПИНОВ ОТ ЧАСТОТЫ СВЧ  
ПОЛЯ В ДВУХСЛОЙНЫХ МАГНИТНЫХ ПЛЕНКАХ<sup>1</sup>**

**Аннотация.** Обнаружено, что с возрастанием частоты СВЧ поля происходят существенные изменения в спектре спин-волнового резонанса. В частности, уменьшается величина рассогласования дисперсионных кривых при перпендикулярной и параллельной ориентациях магнитного поля относительно плоскости плёнки. Данный эффект объясняется увеличением степени закрепления спинов на межслойной границе.

**Ключевые слова:** спин-волновой резонанс, двухслойная пленка.

BAKULIN V. A., BEZBODODOV S. V., ZYUZIN A. M.,

RADAYKIN V. V., SABAEV S. N.

**DEPENDENCE OF SPIN PINNING DEGREE ON MICROWAVE FIELD  
FREQUENCY IN TWO-LAYER MAGNETIC FILMS**

**Abstract.** The study showed that the increase of microwave field frequency makes significant changes in the spectrum of spin-wave resonance. In particular, the disagreement of dispersion curves is decreasing when magnetic field has perpendicular and parallel orientation in the film plane. This fact is due to increasing of the spin pinning degree at interlayer border.

**Keywords:** spin-wave resonance, two-layer magnetic film.

В большом числе работ спектр спин-волнового резонанса (СВР) в двухслойных пленках наблюдается в интервале магнитных полей ограниченном полями однородного резонанса в одном и другом слоях. В этом случае слой с меньшим значением поля однородного резонанса является реактивной (упругой) средой, в котором спиновая волна экспоненциально затухает. Данный фактор приводит к достаточно эффективному динамическому механизму закреплению спинов. В магнитных полях, меньших наименьшего из полей однородного резонанса в слоях, оба слоя становятся для спиновых волн дисперсивными средами, а сами волны объемными, то есть гармоническими как в одном, так и в другом слоях. В работе [1] показано, что при большом различии полей однородного резонанса в слоях, стоячие спиновые волны (СВ-моды) могут эффективно возбуждаться как в одном, (когда второй слой реактивная среда), так и во втором слое, когда первый слой является средой дисперсивной, но обеспечивающей эффективное закрепление спинов на

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при поддержке РФФИ и Правительства Республики Мордовия № 13-08-97181.

границе раздела слоев [2-3]. Несмотря на большое число публикаций, посвященных СВР, мало работ, в которых изучались бы особенности спектров СВР, в частности их трансформация, при изменении частоты переменного (СВЧ) магнитного поля.

Цель данной работы состояла в исследовании влияния частоты СВЧ-поля на рассогласование дисперсионных кривых спектров спин-волнового резонанса в двухслойных магнитных плёнках при перпендикулярной и параллельной ориентациях внешнего постоянного магнитного поля **H** относительно плоскости плёнки.

Исследования проводились на двухслойных монокристаллических плёнках ферритов-гранатов, которые были получены методом жидкокристаллической эпитаксии. Состав и параметры слоёв исследуемых плёнок (толщина  $h$ , намагниченность  $M$ , параметр затухания Гильберта  $\alpha$ , гиromагнитное отношение  $\gamma$ , эффективное поле одноосной анизотропии

$H_k^{eff}$ ) приведены в таблице 1. Параметры  $H_k^{eff}$  и  $\gamma$  определялись по значениям полей однородного резонанса при перпендикулярной и параллельной ориентациях постоянного магнитного поля относительно плоскости пленки. Намагниченность насыщения определялась по интенсивности и ширине линии поглощения нулевой моды соответствующего слоя, а также линий ферромагнитного резонанса (ФМР) однослойного аналога [4].

Таблица 1

Состав и параметры слоёв исследуемых плёнок

Образец	№ слоя	Состав	$h$ , $\mu m$	$4\pi M$ , $G$	$\alpha$	$\gamma, 10^7$ $Oe^{-1} \cdot s^{-1}$	$H_k^{eff}$ , $Oe$
1	1*	$Y_{2.98}Sm_{0.02}Fe_5O_{12}$	0.417	1740	0.003	1.76	-1715
	2*	$Sm_{0.45}Er_{2.55}Fe_5O_{12}$	2.5	1330	0.2	1.38	96
2	1*	$Y_{2.98}Sm_{0.02}Fe_5O_{12}$	0.98	1740	0.003	1.76	-1715
	2*	$Er_{2.58}La_{0.42}Fe_{3.95}Ga_{1.05}O_{12}$	1.2	450	0.84	1.66	-78

1\* - слой возбуждения, 2\* - слой закрепления.

Регистрацию спектров СВР производили на ЭПР спектрометре EMX Plus (Bruker) на частотах СВЧ поля  $f = 9.3 GHz$  и  $f = 34 GHz$  (X и Q диапазоны соответственно) при комнатной температуре.

Отметим, что при регистрации спектров СВР на постоянной частоте СВЧ поля  $\omega$  в качестве дисперсионной кривой, как правило принимается зависимость  $H_0 - H_n = f(k^2)$ , где  $H_0$  и  $H_n$  - резонансные поля нулевой и  $n$ -й СВ мод,  $k$  - волновое число. В этом случае

разность  $H_0 - H_n$ , также как частота спиновых волн (при постоянном  $H$ ), квадратична по  $k$ .

При построении дисперсионных кривых для двухслойных пленок, значения волновых чисел СВ-мод принимались равными  $\left(n + \frac{1}{2}\right) \frac{\pi}{h_1}$  [5]. Такая нумерационная схема предполагает, что

узел стоячей спиновой волны находится на границе раздела между слоями.

Проведенные эксперименты позволили установить, что с увеличением частоты СВЧ поля происходят существенные изменения в спектре СВР. Обнаружено, что величина рассогласования дисперсионных кривых при параллельной и перпендикулярной ориентациях магнитного поля относительно плоскости плёнки заметно уменьшается (рис. 1). Кроме того, при обеих ориентациях, с ростом частоты уменьшается количество наблюдаемых мод.

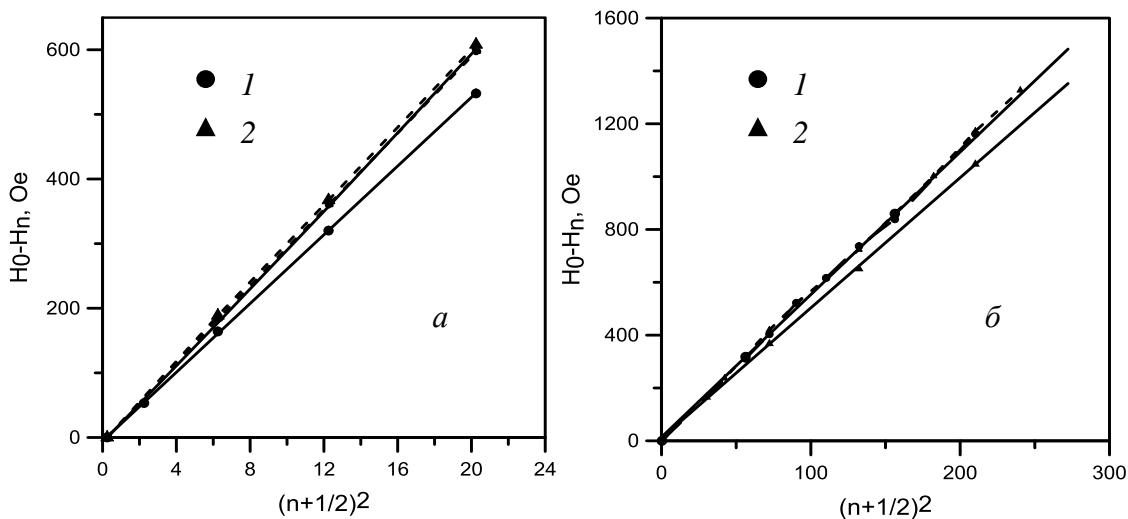


Рис.1. Дисперсионные кривые  $H_0 - H_n = f(n + 1/2)^2$ : а) образец №1, б) образец №2. Сплошные линии  $X$  диапазон, штриховые  $Q$  диапазон. 1 – перпендикулярная ориентация. 2 – параллельная ориентация.

Во всех исследуемых образцах с увеличением частоты СВЧ-поля обнаружено заметное увеличение угла наклона дисперсионных кривых для перпендикулярной ориентации. Для параллельной ориентации он оставался практически неизменным.

Нами был проведен расчёт спектров СВР, возбуждаемых в двухслойных пленках. Движение намагниченности  $\mathbf{M}$  в магнитной пленке при наличии затухания в спиновой системе описывали уравнением Ландау-Лифшица с релаксационным членом в форме Гильберта [6]

$$\frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} = -\gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{H}_{eff}) + \frac{\alpha}{M} \left( \mathbf{M} \times \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} \right) \quad (1)$$

где  $\gamma$  – гиromагнитное отношение,  $\alpha$  – параметр затухания Гильберта. Эффективное магнитное поле  $\mathbf{H}_{eff}$  определялось выражением:

$$\mathbf{H}_{eff} = \mathbf{H}_0 - \vec{N}\mathbf{M} + \frac{A}{M} \frac{\partial^2 \mathbf{M}}{\partial z^2} + \mathbf{h} \exp(i\omega t) \quad (2)$$

где  $\mathbf{H}_0$  и  $\mathbf{h}(\mathbf{h} \perp \mathbf{H}_0, \mathbf{h} \ll \mathbf{H}_0)$  – внешнее постоянное и высокочастотное поля,  $\vec{N}$  – тензор эффективных размагничивающих коэффициентов,  $A$  – константа обменного взаимодействия. Начало координат помещали на одной из поверхностей пленки, ось  $z$  совпадала с вектором  $\mathbf{M}_0$ .

Для случая малых колебаний  $m \ll M_0$ ,  $\mathbf{M}(z,t) = \mathbf{M}_0 + \mathbf{m}(z) \exp(i\omega t)$  из (1) получим линеаризованное уравнение движения намагниченности

$$\begin{aligned} i \frac{\omega}{\gamma} \mathbf{m} + \mathbf{m} \times (\mathbf{H}_{0z} - \vec{N}\mathbf{M}_0) + (\vec{N} \times \mathbf{m}) \times \mathbf{M}_0 - \\ - \frac{2A}{M_0^2} \left( \frac{\partial^2 \mathbf{m}}{\partial z^2} \times \mathbf{M}_0 \right) - i \frac{\alpha \omega}{\gamma M_0} (\mathbf{M}_0 \times \mathbf{m}) = -\mathbf{M}_0 \times \mathbf{h} \end{aligned} \quad (3)$$

где вектор  $\mathbf{H}_{0z}$  – проекция вектора  $\mathbf{H}_0$  на ось  $z$ .

Для двухслойной пленки необходимо найти решения уравнения движения намагниченности (3) записанного для каждого из слоев и граничных условий на свободных и межслойной границах двухслойной пленки. На свободных поверхностях слоев должны выполняться условия:

$$\begin{aligned} \left. \frac{\partial \mathbf{m}_1}{\partial z} \right|_{z=-d_1} &= 0, \\ \left. \frac{\partial \mathbf{m}_2}{\partial z} \right|_{z=d_2} &= 0, \end{aligned} \quad (4)$$

а на межслойной границе – обменные граничные условия

$$\begin{aligned} \left. \frac{\mathbf{m}_1}{M_1} = \frac{\mathbf{m}_2}{M_2} \right|_{z=0}, \\ \left. \frac{A_1}{M_1} \frac{\partial \mathbf{m}_1}{\partial z} = \frac{A_2}{M_2} \frac{\partial \mathbf{m}_2}{\partial z} \right|_{z=0}, \end{aligned} \quad (5)$$

где  $d_1$  и  $d_2$  – толщина первого и второго слоев соответственно.

Это позволяет найти усредненное по толщине пленки значение переменной намагниченности, а, следовательно, и определить высокочастотную восприимчивость  $\chi$  [7-9].

$$\langle \mathbf{m} \rangle = \frac{1}{d_1 + d_2} \left( \int_{-d_1}^0 \mathbf{m}_1(z) dz + \int_{0_1}^{d_2} \mathbf{m}_2(z) dz \right) = \hat{\chi} \mathbf{h}, \quad (6)$$

где  $\hat{\chi}$  – тензор высокочастотной восприимчивости пленки [10]. При расчете спектра СВР использовались экспериментальные значения  $A$ ,  $M$ ,  $\gamma$  и  $\alpha$  [11].

Значения полей однородного резонанса в слоях определяли из соотношения (6), находя экстремумы мнимой части высокочастотной восприимчивости  $\chi''_{xx}$  по полю, при различных значениях частоты СВЧ поля для параллельной и перпендикулярной ориентации.

По полученным значениям  $H_n$  строились дисперсионные кривые, для которых определялся угловой коэффициент ( $\eta$ ). Так же был определен  $\eta$  для дисперсионной кривой, соответствующей полному закреплению спинов на межслойной границе

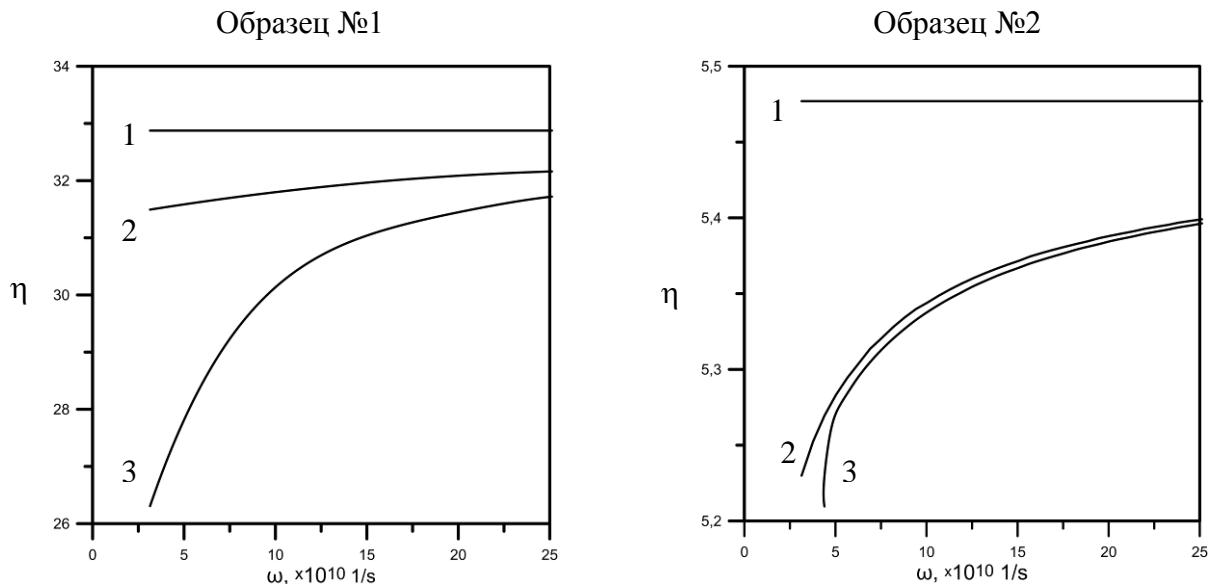


Рис. 2. Зависимость  $\eta$  угла наклона дисперсионных кривых от частоты СВЧ поля: 1 – случай полного закрепления, 2 – при параллельной ориентации постоянного магнитного поля, 3 – при перпендикулярной.

$$H_0 - H_n = \frac{2A}{M} \frac{\pi^2}{h^2} \left( n + \frac{1}{2} \right)^2 \quad (7)$$

На рисунке 2 представлены графики зависимости наклона дисперсионных кривых от частоты СВЧ поля.

Расчетные зависимости (рис. 2) согласуются с экспериментальными результатами. Из рисунков видно, что с увеличением частоты возрастает наклон дисперсионных кривых при перпендикулярной и параллельной ориентациях. При этом уменьшение рассогласования происходит за счет более резкого возрастания углового коэффициента дисперсионной кривой для перпендикулярной ориентации. Как показал расчет, увеличение углового коэффициента обусловлено изменением пространственной фазы СВ-моды на границе

раздела слоев, а именно с увеличением частоты происходит смещение узла СВ-моды в сторону границы раздела. Данный эффект в наибольшей степени проявляется при перпендикулярной ориентации, когда слой закрепления - реактивная среда и соответствует увеличению степени закрепления спинов. При параллельной ориентации внешнего магнитного поля узел спиновой волны расположен весьма близко к границе раздела и с увеличением его смещение не столь выражено.

Также был проведен расчет зависимости  $\eta$  от значения параметра затухания в слое закрепления (рис. 3). Видно, что для образца №2, с большим значением  $\alpha$  (доминирующий диссипативный механизм закрепления спинов) рассогласование между дисперсионными кривыми существенно меньше и с увеличением частоты изменяется в меньшей степени.

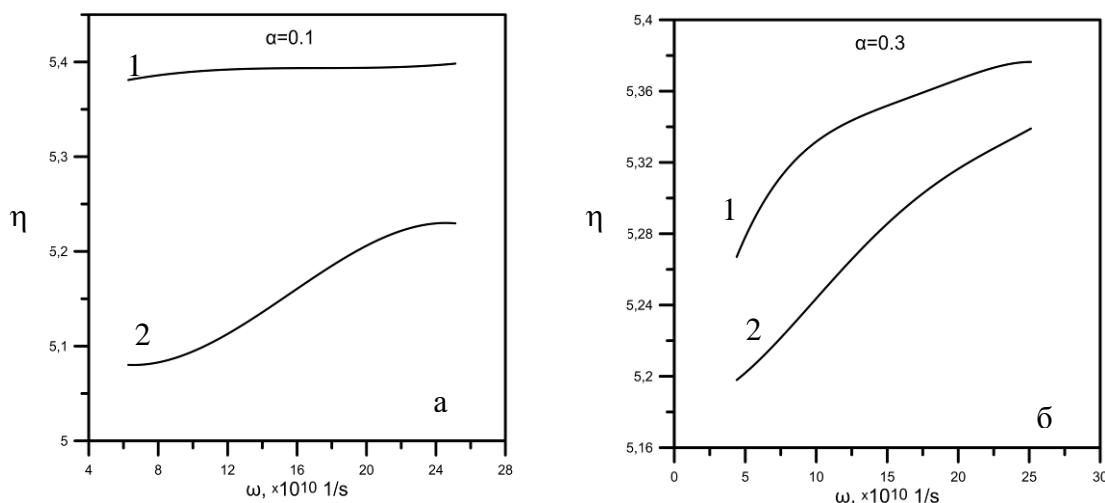


Рис. 3. Зависимость  $\eta$  углового коэффициента дисперсионных кривых от частоты СВЧ поля 1 – при параллельной ориентации постоянного магнитного поля, 2 – при перпендикулярной, при различных значениях параметра затухания в слое закрепления  $\alpha$ : а) 0.1, б) 0.3.

Таким образом, увеличение параметра затухания в слое закрепления, ведет к усилению закрепления спиновой волны и к уменьшению величины рассогласования дисперсионных кривых при перпендикулярной и параллельной ориентации.

На основе полученных в настоящей работе результатов можно сделать следующие выводы.

1. Обнаружено, что увеличение частоты СВЧ-поля приводит к уменьшению величины рассогласования дисперсионных кривых.
2. Показано, что увеличение частоты приводит к более сильному закреплению спинов на межслойной границе, в результате чего узел СВ-моды заметно приближается к границе раздела слоев. Это приводит к увеличению значений волновых чисел и, как следствие, возрастанию угла наклона дисперсионных кривых.

3. Угол наклона дисперсионных кривых при параллельной ориентации с увеличением частоты СВЧ-поля практически не изменяется, в то время как при перпендикулярной ориентации (когда слой закрепления – реактивная среда) возрастает и, при  $f = 34\text{GHz}$ , практически сравнивается с углом наклона дисперсионных кривых при параллельной ориентации.

4. Увеличением параметра затухания слоя закрепления приводит к возрастанию степени закрепления и к уменьшению рассогласования дисперсионных кривых. Данный фактор в большей степени проявляется на низких частотах СВЧ-поля.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Зюзин А. М., Бакулин М. А., Радайкин В. В. и др. Влияние разности полей однородного резонанса в слоях двухслойной пленки на спектры СВР // Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2010. – Т. 74, № 10. – С. 1491-1493.
2. Wolts C.H., Zebrowski J., Komenou K. Ferromagnetic resonance study of the anisotropy profile in implanted bubble garnets // J. Appl. Phys. – 1979. – Vol.50, № 9. – P.5878.
3. Носов Р. Н., Семенцов Д. И. Модификация спектров спин-волнового резонанса в пленках с затуханием и конечным поверхностным закреплением спинов // Физика твердого тела. – 2000. – Т.42, № 8. – С. 1430.
4. Зюзин А. М., Ваньков В. Н., Радайкин В. В. Определение намагниченности насыщения анизотропных магнитных пленок по интенсивности и ширине линии ФМР // Письма в журнал технической физики. – 1991. – Т. 17, № 23. – С. 65-69.
5. Зюзин А. М., Сабаев С. Н., Радайкин В. В. и др. Анизотропия спектров спин-волнового резонанса при диссипативном механизме закрепления спинов // Физика твердого тела. – 2002. – Т. 44, № 5. – С. 893-897.
6. Гуревич А. Г., Мелков Г. А. Магнитные колебания и волны. – М.: Физматлит, 1994. – 464 с.
7. Зюзин А. М., Бакулин М. А., Зюзин Д. А. и др. Спектры спин-волнового резонанса в двухслойных магнитных пленках // Журнал технической физики. – 2011. – Т. 81, № 6. – С. 63-67.
8. Василевская Т. М., Семенцов Д. И. Спин-волновой резонанс в продольно намагниченной пленке// Физика твердого тела. – 2007. – Т. 49, № 10. – С. 1824-1830.
9. Саланский Н. М., Ерухимов М. Ш. Физические свойства и применение магнитных пленок. – Новосибирск: Наука, 1975. – 224 с.

10. Зюзин А. М., Ваньков В. Н. Угловая зависимость интенсивности линий ФМР в анизотропных пленках // Физика твердого тела. – 1990. – Т. 32, № 7. – С. 2015-2019.
11. Зюзин А. М., Бажанов А. Г. Температурная зависимость константы обменного взаимодействия в пленках ферритов-гранатов // Письма в Журнал технической и экспериментальной физики. – 1996. – Т. 63, №. 7. – С. 528-532.

**ШОРОХОВ А. В., ПРУДСКИХ Н. С., АЛЕКСЕЕВ К. Н.**  
**КРИТЕРИЙ СТАБИЛЬНОСТИ ДЛЯ ПОЛУПРОВОДНИКОВОЙ**  
**СВЕРХРЕШЕТКИ С ОМИЧЕСКИМ КОНТАКТОМ<sup>1</sup>**

**Аннотация.** В работе рассмотрен критерий устойчивости усиления высокочастотного электромагнитного излучения в полупроводниковой сверхрешетке с минизонным транспортным режимом в классической схеме усиления. Показано, что омическое граничное условие дает критерий стабильности, отличный от хорошо известного критерия, связанного с отрицательной дифференциальной проводимостью (ОДП), что дает надежду получить стабильное усиление и в некоторой области ОДП при определенных параметрах системы.

**Ключевые слова:** сверхрешетка, импеданс, критерий устойчивости, усиление.

**SHOROKHOV A. V., PRUDSKIKH N. S., ALEKSEEV K. N.**  
**STABILITY CRITERION FOR SEMICONDUCTOR SUPERLATTICE**  
**WITH OHMIC CONTACT**

**Abstract.** The paper considers the stability criterion of the gain of high-frequency electromagnetic radiation in semiconductor superlattice with miniband transport mode in the standard gaining scheme. The study shows that the Ohmic boundary condition gives the criterion different from the one connected with the negative different conductivity (NDC). It gives hope to get the stable gain in some region of NDC under certain system parameters.

**Keywords:** superlattice, impedance, stability criterion, gain.

Хорошо известно, что полупроводниковая сверхрешетка с минизонным транспортным режимом теоретически может усиливать высокочастотное, в том числе ТГц электромагнитное излучение, в режиме отрицательной дифференциальной проводимости (ОДП) [1-2] в большом диапазоне частот. Однако, как было показано, в частности, в [3], в режиме ОДП волны зарядовой плотности оказываются неустойчивыми, что приводит к образованию как статических, так и движущихся доменов ганновского типа, препятствующих усилению. В связи с этим, усиление высокочастотного излучения в классической схеме усиления считается невозможным. Однако критерий устойчивости, развитый в [3] справедлив, строго говоря, только для сверхрешеток с бесконечным числом периодов и не учитывает реальные граничные условия. В данной работе мы показываем, что уже простое омическое граничное условие, наложенное на одну из границ сверхрешетки

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках госзадания (проект 2665).

длиной  $L$ , изменяет критерий устойчивости, сдвигая область стабильности в область ОДП. Для анализа устойчивости системы в данном случае мы используем подход, развитый в теории эффекта Ганна [4] и основанный на анализе высокочастотного импеданса системы.

Вычислим импеданс полупроводниковой сверхрешетки, помещенной в стационарное электрическое поле напряженностью  $\vec{E}_0$ , направленное вдоль оси сверхрешетки, в квазистатическом случае.

Плотность тока в сверхрешетке вдоль направления приложенного электрического поля будет иметь стандартный вид

$$j = en_0V_0, \quad (1)$$

где  $e$  – заряд электрона,  $n_0$  – концентрация носителей,  $V_0 = V_p \frac{E_0/E_{cr}}{1 + (E_0/E_{cr})^2}$  – дрейфовая

скорость электронов,  $V_p = \Delta d/2\hbar$ ,  $\Delta$  – ширина минизоны,  $d$  – период сверхрешетки,  $E_{cr} = \hbar/ed\tau$  – критическое поле, соответствующее максимуму статической ВАХ сверхрешетки,  $\tau$  – время релаксации.

Рассмотрим произвольную флуктуацию внутреннего поля в сверхрешетке

$$E(x, t) = E_0 + \delta E(x, t), \quad n(x, t) = n_0 + \delta n(x, t) \quad (2)$$

В этом случае для анализа эволюции возмущения в системе необходимо решить уравнение (1) совместно с уравнением Пуассона и законом полного тока

$$\frac{\partial E}{\partial x} = \frac{4\pi e}{\epsilon} (n - n_0). \quad (3)$$

$$j^{tot} = j + \frac{\epsilon}{4\pi} \frac{\partial E}{\partial t}, \quad (4)$$

где  $\epsilon$  – диэлектрическая проницаемость. Заметим, что  $j^{tot}$  не зависит от координат.

С учетом (2) ток  $j$  вдоль оси сверхрешетки с точностью до членов первого порядка малости будет иметь вид

$$j = en_0 \left( V_0 + \left. \frac{\partial V}{\partial E} \right|_{E=E_0} \delta E \right) + eV_0 \delta n, \quad (5)$$

где  $\left. \frac{\partial V}{\partial E} \right|_{E=E_0} = \frac{V_p}{E_{cr}} \frac{1 - (E_0/E_{cr})^2}{[1 + (E_0/E_{cr})^2]^2}$ , а уравнения (3) и (4) преобразуются к виду

$$\frac{\partial \delta E}{\partial x} = \frac{4\pi e}{\epsilon} \delta n, \quad (6)$$

$$j^{tot} = j + \frac{\epsilon}{4\pi} \frac{\partial \delta E}{\partial t}. \quad (7)$$

Воспользуемся преобразованием Фурье по времени

$$\tilde{f}(x, t) = \int_{-\infty}^{\infty} f(x, \omega) e^{i\omega t} \frac{d\omega}{4\pi}, \quad (8)$$

тогда для возмущения на частоте  $\omega$  получим, комбинируя (5), (6) и (7)

$$\tilde{f}(\omega) = \left( \frac{\epsilon}{4\pi} i\omega + e n_0 \frac{\partial V}{\partial E} \Big|_{E=E_0} \right) \delta E(x, \omega) + \frac{\epsilon V_0}{4\pi} \frac{\partial \delta E(x, \omega)}{\partial x}, \quad (9)$$

где  $\tilde{f}(\omega)$  – преобразование Фурье для электрического тока в сверхрешетке, включая ток смещения.

Решая уравнение (9) относительно  $\delta E(x, \omega)$ , получим с учетом омического граничного условия  $\delta E(0, \omega) = 0$  на левой границе сверхрешетки

$$\delta E(x, \omega) = \frac{4\pi L}{\epsilon V_0 S} \tilde{f}(\omega) [1 - e^{-Sx/L}], \quad (10)$$

где

$$S = \frac{4\pi L}{\epsilon V_0} \left( \frac{\epsilon}{4\pi} i\omega + e n_0 \frac{\partial V}{\partial E} \Big|_{E=E_0} \right). \quad (11)$$

Вычислим импеданс сверхрешетки на частоте возмущения

$$Z(\omega) = \frac{\delta U(\omega)}{\tilde{f}(\omega)}, \quad (12)$$

где

$\delta U(\omega) = \int_0^L \delta E(x, \omega) dx$  – Фурье-образ потенциала вдоль оси сверхрешетки. Подставляя (10) в

(12), получим

$$Z(\omega) = \frac{4\pi L^2}{\epsilon V_0} \frac{e^{-S} + S - 1}{S^2}. \quad (13)$$

В режиме заданного напряжения нестабильность системы определяется нулями импеданса (или полюсами адmittанса  $Y(\omega) = 1/Z(\omega)$ ). Возникновение нулей импеданса означает нестабильность системы к возмущению на частоте  $\omega$  при заданном напряжении.

Введем пропорциональную дифференциальной подвижности электронов «дифференциальную частоту»

$$\omega_D = \frac{4\pi e n_0}{\epsilon} \frac{\partial V}{\partial E} \Big|_{E=E_0}, \quad (14)$$

«дифференциальный угол»

$$\Theta_D = \omega_D T_L = \alpha \frac{1 - F^2}{F(1 + F^2)}, \quad (15)$$

где  $T_L = L/V_0$  – «пролетное время» электрона,  $\alpha = 4\pi e n_0 L / E_{cr}$  – безразмерный параметр,  $F = E_0 / E_{cr}$  и «пролетный угол»

$$\Theta = \omega T_L = \Theta_0 \frac{1 + F^2}{F}, \quad (16)$$

где  $\Theta_0 = \omega L / V_p$ . Заметим, что классический критерий устойчивости, связанный с ОДП предполагает возникновение нестабильностей при условии  $\omega_D < 0$ .

В этом случае выражение для  $S$  можно записать в удобном для анализа виде

$$S = \Theta_D + i\Theta. \quad (14)$$

Как следует из (13), нули импеданса определяются нулями функции

$$f(S) = e^{-S} + S - 1. \quad (15)$$

Отделяя в (15) действительную и мнимую части и приравнивая их к нулю, получим

$$\begin{aligned} e^{-\Theta_D} \cos \Theta &= 1 - \Theta_D, \\ e^{-\Theta_D} \sin \Theta &= \Theta \end{aligned} \quad (16)$$

Решая систему (16) методом итераций, получим набор нулей  $S_n = (\Theta_D)_n + i\Theta_n$  ( $n = 1, 2, \dots$ ), действительная и мнимая часть которых возрастает по модулю, начиная с  $n = 1$ .

Нестабильность возникает, когда хотя бы одна из частот  $\omega_n$ , соответствующих данному  $S_n$ , будет иметь отрицательную мнимую часть. Следовательно, нестабильности возникают, если уже мнимая часть  $\omega_1$  станет отрицательной, то есть  $\text{Im} \omega_1 < 0$ .

Из (14) следует, что

$$\omega = \frac{S - \Theta_D}{iT_L}. \quad (17)$$

Следовательно, нестабильности возникают, если

$$|\Theta_D| < |(\Theta_D)_1|. \quad (18)$$

Данный критерий согласуется с критерием устойчивости в теории ганновских нестабильностей, развитой в работе [4].

Решение уравнения (16) дает  $(\Theta_D)_1 \approx -2,09$ , следовательно, критерий (18) можно записать в виде

$$|\Theta_D| < 2,09. \quad (19)$$

Заметим, что при этом выполняется и условие возникновения ОДП, то есть  $\Theta_D < 0$ .

Перепишем критерий стабильности, используя (15), в виде так называемого критерия  $n_0 L$ , предложенного Крёмером [5] в теории эффекта Ганна

$$n_0 L < 2,09 \frac{E_{cr}}{4\pi e} \frac{F(1+F^2)}{1-F^2} \quad (20)$$

Видно, что критерий устойчивости критично зависит от длины сверхрешетки и концентрации электронов. Уменьшение длины сверхрешетки и концентрации носителей способствует стабилизации системы. На рис.1 изображена граница, разделяющая область стабильности (ниже сплошной линии) от области нестабильностей (выше сплошной линии). При больших концентрациях электронов ( $n_0 > 10^{16} \text{ см}^{-3}$ ) область нестабильности практически совпадает с ОДП. При более низких концентрациях электронов область стабильности может достаточно далеко зайти в область ОДП.

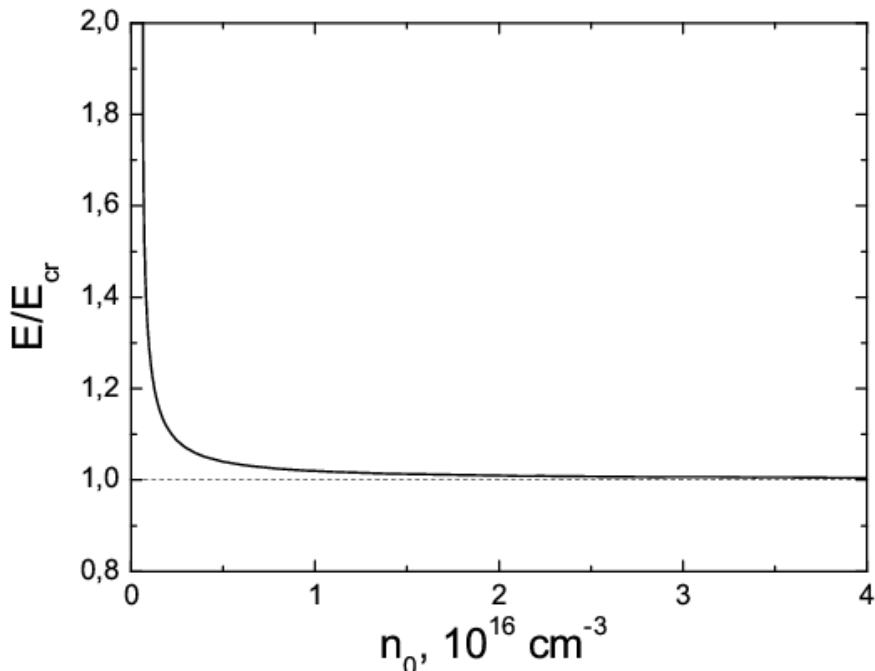


Рис.1. Зависимость области нестабильности согласно критерию (18) от концентрации электронов и напряженности постоянного электрического поля  $E$ . Выше сплошной линии находится область стабильности. Горизонтальная штриховая линия соответствует началу области ОДП.

Таким образом, в данной работе мы показали, что реальные граничные условия, наложенные на сверхрешетку, с учетом конечности ее длины могут дать критерий возникновения нестабильностей, отличный от критерия ОДП. В частности, наложение омического граничного условия дает критерий стабильности, сходный с критерием,

известным в теории эффекта Ганна. В результате, область стабильности при не слишком высоких концентрациях электронов и не очень большой длине сверхрешетки, может сдвинуться в область ОДП, что может говорить о возможности экспериментального обнаружения эффекта усиления высокочастотного излучения в классической схеме усиления.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Esaki L., Tsu R. Superlattice and negative differential conductivity in semiconductors // IBM J. Res. Dev. – 1970. – V.14. – P. 61.
2. Ктиоров С. А., Симин Г. С., Синдаловский В. Я. Влияние брэгговских отражений на высокочастотную проводимость плазмы твердого тела // ФТТ. – 1971. – Т. 13. – С. 2230.
3. Игнатов А. А., Шашкин В. И. Блоховские осцилляции электронов и неустойчивость волн пространственного заряда в полупроводниковых сверхрешетках // ЖЭТФ. – 1987. – Т. 93. – С. 935.
4. McCumber D. E., Ghynoweth A. G. Theory of Negative-Conductance Amplification and Gunn Instabilities in “Two-Valley” Semiconductors // IEEE Transactions of Electron Devices. – V.Ed-13. – No.1. – P. 4.
5. Kroemer H. Theory of the Gunn Effect // Proc. IEEE (Correspondence). – 1964. – Vol. 52. – P. 1736.

**ХВАСТУНОВ Н. Н., ГОЛОВАТИЮК С. Е., ШОРОХОВ А. В.**  
**СТАБИЛИЗАЦИЯ УСИЛЕНИЯ ВЫСОКОЧАСТОТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В**  
**СВЕРХРЕШЕТКЕ В НАКЛОННОМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ<sup>1</sup>**

**Аннотация.** В данной работе мы демонстрируем, что дифференциальная проводимость сверхрешетки в присутствии наклонного магнитного поля может быть представлена в виде удобной для анализа разностной производной, позволяющей только по статической вольт-амперной характеристике (ВАХ) сверхрешетки определить возможность усиления высокочастотного излучения и определить сам коэффициент усиления.

**Ключевые слова:** сверхрешетка, усиление, магнитное поле, разностная производная.

**KHVASTUNOV N. N., GOLOVATYUK S. E., SHOROKHOV A. V.**  
**STABILIZATION GAIN OF HIGH-FREQUENCY RADIATION IN**  
**SUPERLATTICE IN TILTED MAGNETIC FIELD**

**Abstract.** In this paper we demonstrate that the differential conductivity of superlattice in a tilted magnetic field may be represented in the form of a difference derivative that is convenient for analysis. It allows determining the possibility of gaining of the high-frequency radiation and the gain coefficient.

**Keywords:** superlattice, gain, magnetic field, difference derivative.

Полупроводниковая сверхрешетка, помещенная в постоянное продольное электрическое поле напряженностью  $E_0$ , теоретически может усиливать высокочастотное электромагнитное излучения вплоть до частот порядка блоховской частоты  $\omega_B = edE_0/\hbar$  ( $d$  – период сверхрешетки,  $e$  – заряд электрона) [1], которая для типичных сверхрешеток может лежать в ТГц частотном диапазоне. Физической причиной данного эффекта являются блоховские осцилляции электронов внутри одной минизоны. При этом экспериментально до сих пор не удалось в этом случае получить какого-либо существенного усиления внешнего сигнала из-за возникающих в режиме усиления нестабильностей, связанных с отрицательной дифференциальной проводимостью (ОДП) [2]. Одним из путей решения данной проблемы может являться модификация схемы усиления, в том числе путем приложения к системе внешнего магнитного поля. В частности, как показано в недавней работе [3], сверхрешетка, помещенная во взаимно перпендикулярные электрическое и магнитное поля, может работать как усилитель и генератор высокочастотного излучения на отрицательных электронных

---

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках госзадания (проект 2665).

массах типа NEMAG. Однако усиление возможно и в случае, когда магнитное поле наклонено под углом к оси сверхрешетки. В этом случае, как численно показано в работе [4], возможна стабилизация системы в окрестностях циклотрон-штарковских резонансов. В данной работе мы подтверждаем данный численный анализ аналитическими расчетами и показываем простой геометрический путь определения возможности усиления и коэффициента усиления, исходя из анализа только статической ВАХ сверхрешетки.

Следуя [5], запишем Фурье-компоненту плотности тока через сверхрешетку, помещенную в постоянное электрическое поле  $E_0$ , направленное вдоль оси сверхрешетки (ось  $x$ ), и магнитное поле напряженностью  $H_0$ , направленное под углом  $\alpha$  к оси  $y$ , в случае, когда на сверхрешетку действует переменное электрическое поле  $E_{pr} = E_1 \cos(\omega_1 t)$ :

$$j_s = \frac{\nu}{2i} j_0 \sum_{n,l=-\infty}^{\infty} I_n \left( mT \left( \frac{\omega_{\perp} d}{\hbar \omega_{\parallel}} \right)^2 \right) J_l(\beta_1) J_{l+s}(\beta_1) \left[ \frac{1}{\nu - i(\omega_B - n\omega_{\parallel} + l\omega_1)} - \frac{1}{\nu + i(\omega_B - n\omega_{\parallel} - l\omega_1)} \right] \quad (1)$$

где  $\nu^{-1}$  – время релаксации,  $j_0 = \frac{eN\Delta d}{2\hbar} \frac{I_1(\Delta/2T)}{I_0(\Delta/2T)} \exp \left[ -mT \left( \frac{\omega_{\perp} d}{\hbar \omega_{\parallel}} \right)^2 \right]$ ,  $N$  – концентрация

электронов,  $\Delta$  – ширина минизоны,  $\beta_1 = \Omega_1/\omega_1$ ,  $\Omega_1 = edE_1/\hbar$ ,  $I_k(x)$  – модифицированная функция Бесселя  $k$ -го порядка,  $J_k(x)$  – функция Бесселя  $k$ -го порядка,  $T$  – температура в энергетических единицах,  $m$  – масса электрона,  $\omega_{\parallel}$  и  $\omega_{\perp}$  – составляющие  $\vec{\omega} = e\vec{H}_0/mc$  вдоль и перпендикулярно оси сверхрешетки. Заметим, что в [5] существуют неточности в формуле (1).

Вычислим нулевую гармонику тока, то есть постоянный ток через сверхрешетку. В этом случае необходимо положить  $s = 0$ ,  $l = 0$ . В результате из (1) получим

$$j_{dc} = \nu j_0 \sum_{n=-\infty}^{\infty} I_n \left( mT \left( \frac{\omega_{\perp} d}{\hbar \omega_{\parallel}} \right)^2 \right) \frac{\omega_B - n\omega_{\parallel}}{\nu^2 + (\omega_B - n\omega_{\parallel})^2} \quad (2)$$

Отметим, что в данной конфигурации системы происходит гибридизация циклотронных и блоховских осцилляций, что дает дополнительный пик на статической ВАХ (Рис.1).

Рассмотрим случай слабого переменного сигнала, тогда  $\beta_1 \ll 1$  и для вычисления гармоники тока необходимо взять только следующие комбинации индексов  $s$  и  $l$ :  $s = -1; l = 1$ ,  $s = 1; l = -1$ :

$$j_{ac} = \frac{\beta_1}{2} \frac{\nu}{2i} j_0 \sum_{n=-\infty}^{\infty} I_n \left( mT \left( \frac{\omega_{\perp} d}{\hbar \omega_{\parallel}} \right)^2 \right) \left[ \frac{2i(\omega_B - n\omega_{\parallel} + \omega_1)}{\nu^2 + (\omega_B - n\omega_{\parallel} + \omega_1)^2} - \frac{2i(\omega_B - n\omega_{\parallel} - \omega_1)}{\nu^2 + (\omega_B - n\omega_{\parallel} - \omega_1)^2} \right] \quad (3)$$

Из сравнения (2) и (3) следует важный результат: дифференциальная проводимость сверхрешетки  $\sigma_d = dj_{ac}/dE_1$ , а, следовательно, и коэффициент поглощения (усиления), могут быть выражены в виде конечной разности от плотности постоянного тока

$$\sigma_d = \frac{eN}{\hbar} \frac{j_{dc}(\omega_B + \omega_1) - j_{dc}(\omega_B - \omega_1)}{2\omega_1} \quad (4)$$

Данная формула представляет собой удобный инструмент анализа усиления, поскольку только из анализа статической ВАХ сверхрешетки, экспериментальное определение которой не представляет больших сложностей, можно предсказать саму возможность усиления слабого сигнала и его величину в слабосигнальном приближении. Это обстоятельство дает возможность заранее подобрать необходимые для усиления параметры системы.

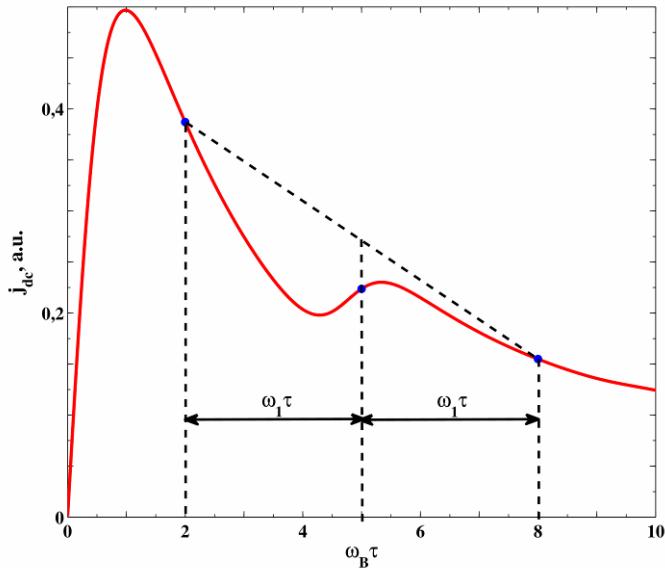


Рис. 1. Постоянный ток через сверхрешетку при  $\omega_{\parallel}\tau = 4,75$ .

Как видно из Рис.1, если выбрать рабочую точку на ВАХ в области положительной дифференциальной проводимости (ПДП), обеспечивающей стабильность системы, то возможность усиления определяется наклоном отрезка, соединяющего точки с координатами  $\Omega_0 + \omega_1$  и  $\Omega_0 - \omega_1$ , а величина усиления с точностью до константы равна отношению разности значений постоянного тока в данных точках к ширине данного интервала  $2\omega_1$ . На Рис.1 наклон отрезка отрицателен, поэтому при выборе рабочей точки на ВАХ в месте,

показанном на данном рисунке, будет происходить усиление, что подтверждается численным анализом проводимости (Рис.2)

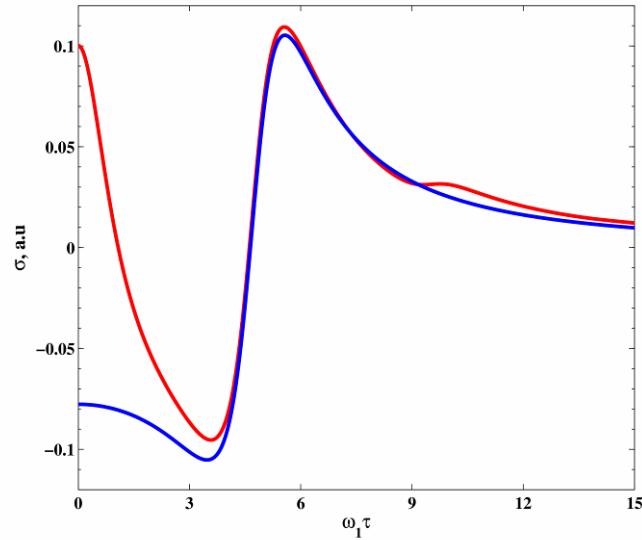


Рис. 2. Проводимость сверхрешетки как функция частоты пробного поля при  $\omega_1\tau = 4,75$ .

На рис. 2 показано, что при выборе рабочей точки как показано на Рис.1, возникает усиление высокочастотного излучения (красная линия). Синяя линия соответствует проводимости в отсутствие магнитного поля. Несмотря на то, что и в этом случае проводимость будет отрицательной, в данном случае усиление будет нестабильным, так как рабочая точка на статической ВАХ попадает в область ОДП (Рис.3).

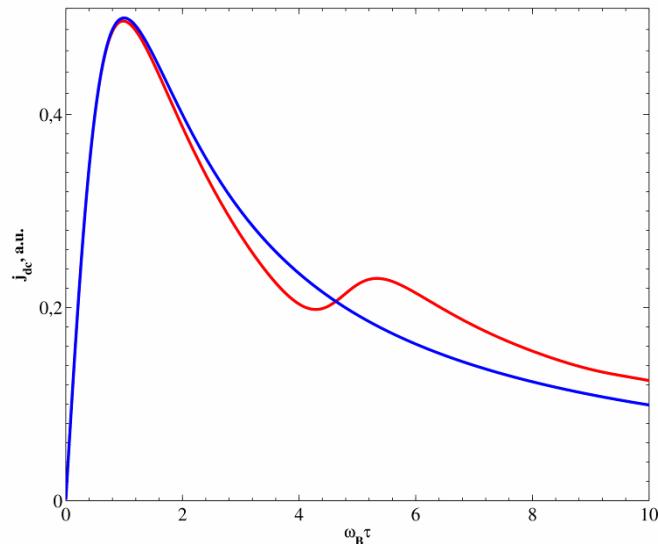


Рис. 3. Статическая ВАХ сверхрешетки при отсутствии магнитного поля (синяя линия) и при наличии магнитного поля (красная линия). Видно, что область ПДП в районе второго пика присутствует только в системе с магнитным полем.

Таким образом, развитый метод анализа статической ВАХ сверхрешетки является простым и наглядным геометрическим методом определения условий достижения усиления высокочастотного, в том числе ТГц, излучения в отсутствие разрушающих усиление нестабильностей.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ктиторов С. А., Симин Г. С., Синдаловский В. Я. Влияние брэгговских отражений на высокочастотную проводимость плазмы твердого тела // Физика твердого тела. – 1971. – Т. 13. – С. 2230.
2. Игнатов А. А., Шашкин В. И. Блоховские осцилляции электронов и неустойчивость волн пространственного заряда в полупроводниковых сверхрешетках // Журнал экспериментальной и теоретической физики. – 1987. – Т. 93. – С. 935.
3. Шорохов А. В., Пятаев М. А., Хвастунов Н. Н. и др. Физические принципы усиления электромагнитного излучения на отрицательных электронных массах на основе полупроводниковой сверхрешетки // Письма в Журнал экспериментальной и теоретической физики. – 2014. – Т. 100. – С. 870.
4. Hyart T., Mattas J., Alekseev K.N. Model of the Influence of an External Magnetic Field on the Gain of Terahertz Radiation from Semiconductor Superlattices // Physical Review Letters. – 2009. – Vol.103. – P. 117401.
5. Басс Ф. Г., Зорченко В. А., Шашора В. И. К теории гальваномагнитных и высокочастотных явлений в полупроводниках со сверхрешеткой // Физика и техника полупроводников. – 1981. – Т. 15. – № 3. – С. 459.