

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа базовой инженерной подготовки
Направление подготовки 12.03.02 «Оптотехника»
Отделение материаловедения

БАКАЛВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Исследование спектрально-кинетических характеристик люминофоров переменного состава на основе алюмоиттриевого граната

УДК 661.143.535.62:544.42

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154В40	Фан Чэньлян		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Д.Т. Валиев	к. ф.- м. н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Баннова К.А.	к.э.н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Штейнле А.В.	к.м.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
«Оптотехника»	Е. Ф. Полисадова	к. ф.-м. н., доцент		

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Применять глубокие естественнонаучные, математические, гуманитарные, общепрофессиональные знания в области оплотехники
P2	Воспринимать, обрабатывать, анализировать и систематизировать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в области световой, оптической и лазерной техники, оптического и светотехнического материаловедения и оптических и светотехнических технологий
P3	Применять полученные знания для решения задач, возникающих при эксплуатации новой техники и технологий оплотехники
P4	Владеть методами и компьютерными системами проектирования и исследования световой, оптической и лазерной техники, оптических и светотехнических материалов и технологий
P5	Владеть методами проведения фотометрических и оптических измерений и исследований, включая применение готовых методик, технических средств и обработку полученных результатов
P6	Владеть общими правилами и методами наладки, настройки и эксплуатации оптической, световой и лазерной техники для решения различных задач
<i>Универсальные компетенции</i>	
P7	Проявлять творческий подход при решении конкретных научных, технологических и опытно-конструкторских задач в области оплотехники
P8	Владеть иностранным языком на уровне, позволяющем работать в интернациональной среде с пониманием культурных, языковых и социально – экономических различий, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной деятельности
P9	Уметь эффективно работать индивидуально и в качестве члена команды по междисциплинарной тематике, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации
P10	Следовать кодексу профессиональной этики, ответственности и нормам научной, педагогической и производственной деятельности
P11	Понимать необходимость и уметь самостоятельно учиться и повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа базовой инженерной подготовки
Направление подготовки 12.03.02 Опотехника
Отделение материаловедения

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП
_____ Е.Ф. Полисадова
(Подпись) (Дата)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
154В40	Фан Чэньлян

Тема работы:

Исследование спектрально-кинетических характеристик люминофоров переменного состава на основе алюмоиттриевого граната

Утверждена приказом директора ШБИП

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).

1. Статьи и материалы по теме ВКР.
2. Объект исследования – полидисперсные порошки люминофоров на основе ИАГ:Ce³⁺ с переменной концентрацией спекающей добавкой BaF₂.
3. Спектрофлуориметр на базе двух скрещенных монохроматоров;
4. Оптоволоконный спектрометр Avantes 2048, 3648;
5. Цифровой осциллограф LeCroy-WR 6030A;
6. Оптическое оборудование (линзы, световоды и т.п.).

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Обзор литературы: Физико-химические свойства люминофоров на основе ИАГ:Ce³⁺, люминесцентные преобразователи излучения на основе люминофоров, светодиоды белого свечения на основе УФ кристаллов с люминофором; влияние спекающих добавок на морфологические и люминесцентные свойства люминофоров; 2. Спектрально-кинетические характеристики люминофоров на основе ИАГ:Ce³⁺ переменного состава при импульсном фотовозбуждении; 3. Анализ полученных результатов
--	--

<p>Перечень графического материала</p> <p><i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Микрофотографии исследуемых образцов. 2. Спектры возбуждения и люминесценции люминофоров на основе ИАГ:Ce³⁺ переменного состава; 3. Спектрально-кинетические характеристики исследуемых люминофоров.
--	--

<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p>	
<p>Раздел</p>	<p>Консультант</p>
<p>Финансовый менеджмент</p>	<p>Баннова К.А.</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>Штейнле А.В.</p>
<p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p>	
<p style="text-align: center;"><i>Перевод осуществляться не будет</i></p>	

<p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p>	
--	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Валиев Д.Т.	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154В40	Фан Чэньлян		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
154В40	Фан Чэньлян

Инженерная школа	ШБИП	Отделение	Материаловедения
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	Оптотехника

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>В исследовании задействовано 2 человека: студент – исполнитель, научный руководитель.</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>Данная НИР проводится впервые, поэтому нормы и нормативы расходования ресурсов отсутствуют</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>Отчисления по страховым взносам – 30% от ФОТ</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	<i>Потенциальные потребители результатов Анализ конкурентных технических решений Технология QuaD SWOT-анализ</i>
2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	<i>Определение трудоемкости выполнения работ, разработка графика проведения НИ, расчет материальных затрат НИ</i>
3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	<i>Оценка сравнительной эффективности исследования, определение перспективности, целесообразности научного исследования с точки зрения ресурсоэффективности.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. *Оценка конкурентоспособности технических решений*
2. *Матрица SWOT*
3. *Альтернативы проведения НИ*
4. *График проведения и бюджет НИ*
5. *Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ*

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Баннова К.А.	К.Э.Н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
154В40	Фан Чэньлян		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 75 стр., 17 рис., 11 табл., 24 источника.

Ключевые слова: люминофор, фотолюминесценция, алюмо – иттриевый гранат, спекающая добавка.

Объектом исследования являются полидисперсные люминофоры на основе иттрий - алюминиевого граната, активированные церием с переменной концентрацией спекающей добавки BaF_2 .

Цель работы – изучить влияние спекающей добавки на морфологию частиц исследуемых люминофоров; исследовать кинетические характеристики затухания фотолюминесценции люминофоров; выявить закономерности изменения спектрального состава свечения люминофора от условий допирования; провести сравнительный анализ полученных результатов.

В процессе исследования проводились сбор, обработка и систематизация литературных данных об основных характеристиках, предъявляемых к люминофорам для светодиодов белого свечения, освоена методика измерения спектрально – кинетических характеристик люминофоров, проведен экономический анализ работы, также были определены мероприятия по технике безопасности.

В результате исследования были получены экспериментальные результаты спектрально – кинетических характеристик исследуемых люминофоров переменного состава, сделаны выводы о влиянии концентрации спекающей добавки в составе люминофора.

Области применения: светодиодные источники белого света.

Экономическая значимость работы обусловлена улучшением качества люминофоров, используемых в качестве преобразователя оптического излучения в светодиодных источниках белого света, что относится к стратегическому направлению развития экономики РФ в области энергоэффективности.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Люминесценция – излучение, избыточное над тепловым излучением тела, если это избыточное излучение обладает длительностью, превышающей период световых колебаний.

Фотолюминесценция – возбуждение люминесценции ультрафиолетовым, видимым или инфракрасным светом.

Люминофор – это вещества, люминесцирующие под действием различного рода возбуждений.

Иттрий алюминиевый гранат (ИАГ) – $Y_3Al_5O_{12}$, собой большую группу соединений, обладающих структурой природных гранатов.

Спекающая добавка – активирующая добавка, способствующая ускорению процесса спекания при обжиге огнеупора.

Спектр возбуждения – это совокупность тех длин волн возбуждающего излучения, которые при поглощении в наибольшей степени вызывают люминесценцию.

Спектр фотолюминесценции – зависимость интенсивности люминесцентного излучения от длины волны возбуждающего её света.

Кинетика затухания – изучение законов изменения интенсивности люминесценции во времени после прекращения возбуждения.

СОКРАЩЕНИЯ

СИД – светоизлучающий диод

УФ – ультра – фиолетовый диапазон спектра

ИАГ – иттрий – алюминированный гранат

РЗЭ – редкоземельные элементы

ОЦК – объемно – центрированная кубическая

ЦС – центры свечения

ФЛ – фотолюминесценция

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	14
1. Литературный обзор	14
1.1 Люминофоры на основе иттрий – алюминиевого граната активированного ионами церия.	16
1.2 Фотолюминесцентные свойства ИАГ:Ce ³⁺ люминофоров	19
1.3 Влияние спекающих добавок на морфологические свойства люминофоров	22
1.4 Влияние спекающих добавок на люминесцентные свойства люминофоров	25
2. Объекты и методы экспериментального исследования	29
2.1 Исследуемые люминофоры	29
2.2 Методы экспериментального исследования	31
3. Экспериментальные исследования спектрально - кинетических характеристик исследуемых люминофоров	33
3.1 Характеризация порошков люминофора	33
3.2 Спектры возбуждения и люминесценции исследуемых люминофоров	35
3.3 Кинетические характеристики затухания фотолюминесценции	37
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	39
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	39
4.2 Планирование научно – исследовательских работ	44
4.3 Бюджет научно – технического исследования (НТИ)	48
4.4 Определение ресурсоэффективности исследования	55
5. Социальная ответственность	59

5.1 Производственная безопасность	60
5.2. Экологическая безопасность	67
5.3. Безопасность при чрезвычайных ситуациях	69
5.4 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасност	71
Заключение	72
Список используемых источников	73

ВВЕДЕНИЕ

Производство светодиодов белого света (w-LED) является одним из перспективных направлений в современной светотехнике [1]. В настоящее время наиболее эффективным и экономичным способом является получение белого света с помощью синего светодиодного чипа и алюмоиттриевого граната, легированного ионами Ce^{3+} (ИАГ: Се). Люминофоры обеспечивают высокий квантовый выход преобразования излучения синего чипа, излучающего в спектральной области 450 нм в видимое излучение, открывая тем самым возможность получения необходимого спектрального состава люминесценции.

На сегодняшний день, существует несколько методов синтеза кристаллов ИАГ [2]. Монокристаллы ИАГ в макромасштабе уже успешно развиты методом медленного охлаждения. Однако эта технология выращивания монокристаллов не подходит для производства порошка люминофора. Гидротермальный метод, золь-гель-метод, метод совместного осаждения, синтез эмульсии в основном применяются для синтеза наночастиц. Наночастицы слабо кристаллизуются и имеют огромные удельные площади поверхности, что приводит к низкой интенсивности люминесценции и сложной агломерации даже после прокаливания. Частицы сферообразной формы могут быть получены методом аэрозольного пиролиза. Несмотря на это, интенсивность излучения недостаточно хороша, и процесс синтеза слишком сложный. Большинство известных в настоящее время соединений со структурой граната получено методом твердофазного синтеза. Относительная простота технического оформления этого метода, а также его экспрессность, делает его незаменимым при проведении поисковых исследований. Исходные стехиометрические, тщательно перетертые смеси спекаются на воздухе или в вакууме при различных температурах и времени выдержки в зависимости от исходного состава.

Однако при получении люминофоров на основе ИАГ данным методом необходима достаточно продолжительная обработка при высоких

температурах ($>1600^{\circ}\text{C}$) в атмосфере смеси газов (N_2/H_2). Это приводит к частичному спеканию порошка, а, следовательно, необходимо повторно перемалывать и измельчать полученную смесь.

Для преодоления недостатков метода твердофазного синтеза используют различного рода спекающие добавки). В качестве таких добавок применяются (fluxes) BaF_2 , NaF , LiF , H_3BO_3 и др. Данные добавки оказывают положительное влияние на размеры кристаллов и их распределение, интенсивность свечения. Кроме того, они способствуют процессу кристаллизации, повышая степень кристалличности и уменьшая поверхностные дефекты

Несмотря на многочисленные исследования влияния спекающей добавки BaF_2 на морфологию и люминесцентные свойства нам не удалось обнаружить прямых исследований направленных на установление зависимости временных параметров люминесценции, энергетической эффективности преобразования излучения люминофором от спекающей добавки BaF_2 , которая добавляется в процессе синтеза ИАГ:Се люминофора.

Целью выпускной квалификационной работы является исследование спектрально-кинетических характеристик люминофоров на основе алюмоиттриевого граната с переменной концентрацией спекающей добавки.

Для выполнения поставленной цели были определены следующие задачи:

1. Синтез нелегированных и $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$: 0,6 мас.% Се + BaF_2 , x% порошков люминофоров ($x = 0; 0,05; 0,075; 0,1; 0,125; 0,15$), твердофазным методом синтеза
2. определить влияние легирования спекающей добавки BaF_2 переменной концентрации на люминесцентные свойства ИАГ люминофоров.
3. изучить влияние добавки с переменной концентрацией на спектрально-кинетические характеристики.

1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Люминофоры на основе иттрий – алюминиевого граната активированного ионами церия.

Иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ, $Y_3Al_5O_{12}$) представляет собой синтетический кристаллический материал группы гранатов. ИАГ, как гранат и сапфир, не используется в качестве лазерной среды при чистом виде. Однако после легирования соответствующим ионом ИАГ обычно используется в качестве материала-хозяина в различных твердотельных лазерах.

ИАГ – кубическая система с постоянной решетки 1.2002 нм, ее формула может быть записана как: $L_3V_2(AlO_4)_3$, где: L, A и B представляют собой три вида позиций решетки соответственно. В элементарной ячейке имеется 8 молекул $Y_3Al_5O_{12}$, в общей сложности 24 иттриевых иона, 40 ионов алюминия, 96 ионов кислорода (Рис.1).

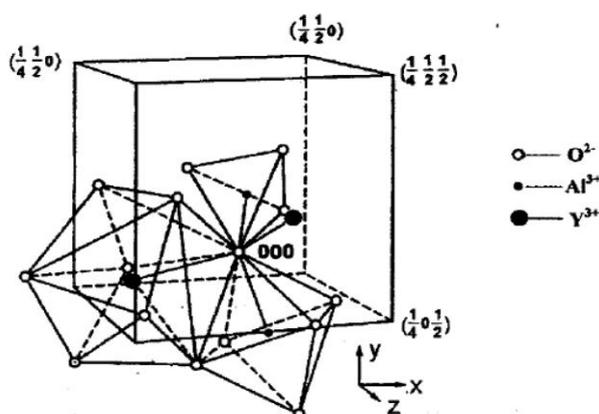


Рисунок-1 Структурная модель 1/8 кристаллических элементов граната [3]

Каждый ион иттрия расположен в L-участке додекаэдра, координируемого восемью ионами кислорода, каждый из шестнадцати ионов алюминия находится в точке В октаэдрического иона кислорода, координированного с шестью ионами кислорода, а остальные 24 иона алюминия находятся в окружении четырех ионов кислорода координируют тетраэдрический сайт А. Октаэдрические ионы алюминия образуют

объемноцентрированную кубическую структуру, тетраэдрические ионы алюминия и додекаэдрические иттриевые ионы находятся в плоском биссектрисе куба, а октаэдр и додекаэдр оба искажены. Структурная модель показана на рисунке 1. Ячейки граната можно рассматривать как додекаэдр, октаэдр и тетраэдрическую сеть.

К редкоземельным элементам относятся 17 элементов, а именно 15 лантаноидов, относящихся к группе 3 периодической таблицы, скандия и иттрия того же семейства. Атомы лантанидов конфигурации электронного слоя: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2 4p^6 4d^{10} 4f^n 5s^2 5p^6 5d^n 6s^2$, $N = 0-14$, $n = 0$ или 1 . Структура электронного слоя лантанидов редкоземельных элементов характеризуется электроном во внешнем третьем слое 4-орбитального заполненного 4-орбитного квантового числа $l = 3$, магнитное квантовое число m может быть $0, \pm 1, \pm 2, \pm 3$ и т. д. Согласно принципу Паули нет четырех электронов с одним и тем же квантовым числом в одном и том же атоме, т. е. один атом может вмещать только два электрона с противоположным спином, тогда как 4f-подслой может вмещать только 14 электронов. Из La в Lu 4f электроны увеличивались с 0 до 14 по очереди. Образование трехвалентных редкоземельных ионов сначала потеряло 6s и 5d электронов.

Они являются бесцветными ионами, являются оптически инертными и хорошо подходят в качестве допантов для люминесцентных материалов.

Таблица 1. Электронная структура слоев и ионная валентность редкоземельных элементов [4]

Элем.	Уров. энергии	M^{2+}	M^{3+}	M^{4+}
Sc	[Ar]3d ¹ 4s ²		[Ar]	
Y	[Kr]4d ¹ 5s ²		[Kr]	
La	[Xe]5d ¹ 5s ²		[Xe]	
Ce	[Xe]4f ¹ 5d ¹ 6s ²	4f ²	4f ¹	[Xe]
Pr	[Xe]4f ³ 6s ²		4f ²	4f ¹
Nd	[Xe]4f ⁴ 6s ²	4f ⁴	4f ³	4f ²

Pm	[Xe]4f ⁵ 6s ²		4f ⁴	
Sm	[Xe]4f ⁶ 6s ²	4f ⁶	4f ⁵	
Eu	[Xe]4f ⁷ 6s ²	4f ⁷	4f ⁶	
Gd	[Xe]4f ⁷ 5d ¹ 6s ²		4f ⁷	
Tb	[Xe]4f ⁹ 6s ²		4f ⁸	
Dy	[Xe]4f ¹⁰ 6s ²	4f ¹⁰	4f ⁹	
Ho	[Xe]4f ¹¹ 6s ²	4f ¹¹	4f ¹⁰	4f ⁷
Er	[Xe]4f ¹² 6s ²		4f ¹¹	4f ⁸
Tm	[Xe]4f ¹³ 6s ²	4f ¹³	4f ¹²	
Yb	[Xe]4f ¹⁴ 6s ²	4f ¹⁴	4f ¹³	
Lu	[Xe]4f ¹⁴ 5d ¹ 6s ²		4f ¹⁴	

Исследование легированного церием иттриевого алюминиевого граната ($Y_3Al_5O_{12}$), которое вначале служило сцинтилляторами, длилось полвека. Поскольку изобретение синих светоизлучающих диодов (LED), ИАГ: Ce^{3+} было изготовлено вместе с чипом GaN для производства осветительных приборов. Благодаря легирующей примеси Ce^{3+} ИАГ: Ce^{3+} поглощает синий свет и испускает желтый свет, который сочетается с оставшимся синим светом чипа GaN для вывода белого света.

Обычно эти частицы хорошо кристаллизуются и имеют меньше дефектов в пользу высокой светоотдачи. Поэтому очень важно изучить технологию синтеза полимолекул ИАГ: Ce^{3+} . Почти все однофосфорические LED основаны на легированном Ce^{3+} иттриевом алюминиевом гранате (ИАГ: Ce). Спектр излучения показан на рисунке 2. Этот материал удовлетворяет всем изложенным требованиям и поэтому может считаться архетипическим светодиодным люминофорным материалом. Спектр возбуждения для ИАГ: Ce при 440-460 нм хорошо согласуется с излучением синих светодиодов, а его желтое двойное широкополосное излучение основного состояния в видимой области спектра (500-700 нм) обеспечивает разумный индекс

цветопередачи (CRI). Такой подход с одним люминофором может быть очень простым и эффективным.

В настоящее время люминофоры на основе ИАГ: Ce^{3+} являются наиболее широко используемыми желтыми люминофорами для получения белого света. Для практического применения порошки ИАГ: Ce^{3+} должны обладать хорошей морфологией, что является важным фактором, определяющим интенсивность люминесценции [5].

1.2 Фотолюминесцентные свойства ИАГ: Ce^{3+} люминофоров

Основное состояние для иона Ce^{3+} соответствует $^2\text{F}_J$, разделяя уровень 2F на два спектральных подуровня, $^2\text{F}_{7/2}$ и $^2\text{F}_{5/2}$, благодаря спин-орбитальной связи. 4f -электроны Ce^{3+} могут возбуждать 5d -состояние с более низкой энергией и также могут стимулировать состояние 6s или состояние переноса заряда с очень высокой энергией. Спектральный член возбужденного состояния 5d для Ce^{3+} равен $^2\text{D}_J$ ($^2\text{D}_{5/2}$ и $^2\text{D}_{3/2}$). Поскольку 5d -орбита расположена вне орбиты $5\text{s}5\text{p}$, в отличие от 4f -орбиты, она не экранируется от внутреннего слоя, поэтому возбужденное состояние легко зависит от внешнего поля после возбуждения электрона от уровня 4f до состояния 5d (Рис.2), так что состояние 5d больше не является дискретным. Из уровня энергии и стать полосой, которая с 5 -го уровня до 4f -уровня переходит в полосовой спектр.

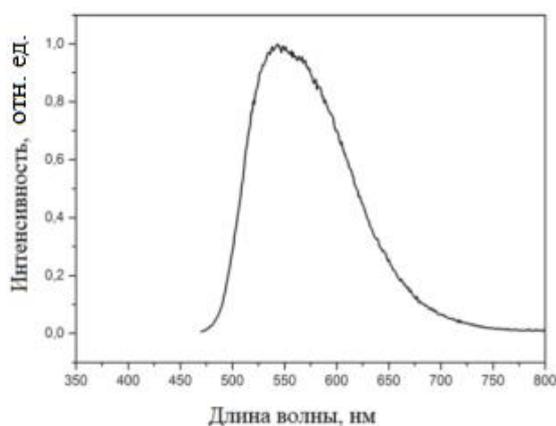


Рисунок-2 Спектр излучения ИАГ: Ce [6]

В общем случае энергия ионов $5d$ ионов Ce^{3+} остается относительно высокой. Поэтому реализуется переход $5d \rightarrow {}^2F_{7/2}$ и ${}^2F_{5/2}$, в результате чего две полосы излучения обычно расположены в области УФ или синего цвета. Однако когда уровень $5d$ зависит от внешнего поля, его положение энергетического уровня будет значительно уменьшено, и даже его полоса излучения распространяется на красную зону. Таким образом, полосы излучения ионов Ce^{3+} широко варьируются от матрицы к матрице. Они варьируются от ультрафиолетового до красного и охватывают диапазон около 400 нм. Такие широкие диапазоны превосходят диапазоны других трехвалентных редкоземельных ионов. В разной матрице кратчайшая длина волны возбуждения ионов Ce^{3+} составляет около 190 нм, а самый длинный пик составляет около 490 нм. Пик возбуждения может варьироваться от коротковолнового УФ до видимого и около 300 нм.

Ионы Ce^{3+} имеют широкую полосу поглощения $4f-5d$, которая может эффективно поглощать энергию и что в итоге приводит к излучению ионами Ce^{3+} . Также возможны процессы сенсibilизированного переноса энергии на другие ионы. Излучения ионов Ce^{3+} с широкой полосой напрямую зависит от матрицы. В то время как изменение согласуется с полосой поглощения активированного иона, чтобы обеспечить высокую эффективность передачи энергии (Рис. 3). Переход $5d - 4f$ ионов Ce^{3+} является разрешенным электрическим дипольным переходом с очень коротким временем жизни электрона при конфигурации $5d$ (обычно $30 \sim 100$ нс), с высокой вероятностью передачи энергии, полоса поглощения ионов Ce^{3+} в большинстве матриц находится в УФ или фиолетовой области, а полоса излучения находится в фиолетовой и синей областях и поэтому более полезна в люминесцентных материалах для ламп В сенсibilизированном ионе.

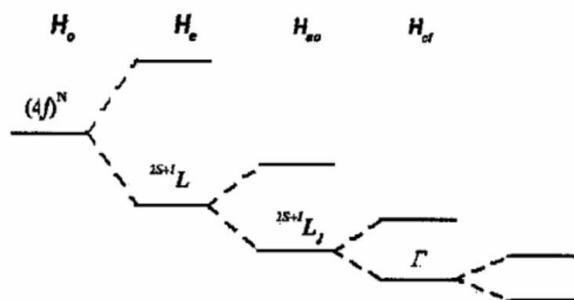


Рисунок-3 Диаграмма энергетических уровней ИАГ:Ce³⁺[4]

Некоторые исследования показали [7], спектры возбуждения, полученные при 530 нм, показывают две полосы с максимумами при 342 и 452 нм (Рис.4). Эти полосы регистрировались как для нелегированных, так и для Ce³⁺-легированных порошков ИАГ. Результаты показывают, что интенсивность этих полос значительно возрастает при введении ионов Ce³⁺ в структуру ИАГ. Спектры показывают две полосы возбуждения, которые относятся к переходам между двумя низкими энергетическими уровнями пяти уровней кристаллического поля, ожидаемых в D₂-симметрии. Предыдущее исследование показало, что «желтая» полоса люминесценции люминофора ИАГ: Ce³⁺, измеренная при 8 К, распадается на два пика с максимумами при 523 и 567 нм. Их группа наблюдала два пика при 510 и 579 нм в спектре люминесценции при 80 К. Они связывают эти пики с 5d-4f радиационными переходами (²F_{5/2, 7/2}) в ионах Ce³⁺.

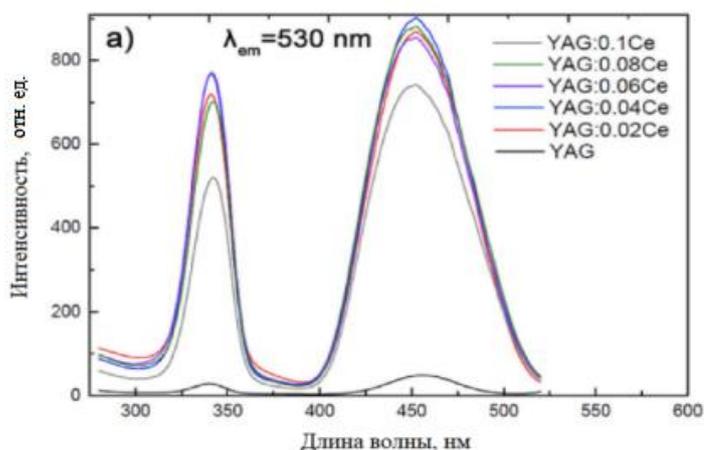


Рисунок-4 Спектры возбуждения ИАГ: xCe люминофоров (x = 0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.1 мас.%) [7].

1.3 Влияние спекающих добавок на морфологические свойства люминофоров

В исследовании [8] были представлены результаты, которые свидетельствуют, что изменение морфологии происходит при фазовом переходе и напрямую зависит от спекающей добавки, которая обеспечивает окружение кристаллов. Синтез частиц ИАГ: Ce^{3+} с хорошей морфологией включает в себя два процесса: образование чистой фазы ИАГ и изменение морфологии. Образование фазы ИАГ является многоступенчатой твердотельной реакцией. ИАГ не синтезируется непосредственно из оксидов иттрия и алюминия. Он состоит из образования и разложения промежуточных продуктов $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ (YAM)(моноклинная структура) и YAlO_3 (YAP) (структура перовскита).

Образование начинается с меньших катионов Al, диффундирующих в частицы оксида иттрия, с образованием фазы YAM, которая имеет самое высокое отношение Y/Al. Затем при температуре около 1000 °C, при увеличении содержания Al, фаза YAM начинает разлагаться для образования фазы YAP. Начиная с 1300 °C, фаза ИАГ возникает из фазы YAP, как показано на рисунке 5. Фаза смешивается с ИАГ и YAP. Также установлено, что исходная фаза ИАГ представляет собой агрегацию мелких частиц менее 1 мкм. Если температура синтеза повышается, конечным продуктом будет чистая фаза ИАГ, но морфология аналогична исходной фазе (рис.5). Поэтому кажется, что образование чистой фазы ИАГ предшествует к изменению морфологии. Более того, чистая ИАГ-фаза может образовываться при гораздо более низких температурах, а именно 1000 °C путем синтеза эмульсии, по сравнению с 1500 °C для реакции твердого состояния. Тем не менее, морфология поликристаллической агломерации наблюдается даже после термообработки при более высоких температурах. Эти результаты показывают, что изменение морфологии не зависит от формирования фазы. Возможно, что модификация морфологии происходит после завершения

фазообразования, и химические потенциалы в процессе формирования фазы не способны модифицировать морфологию ИАГ-частиц.

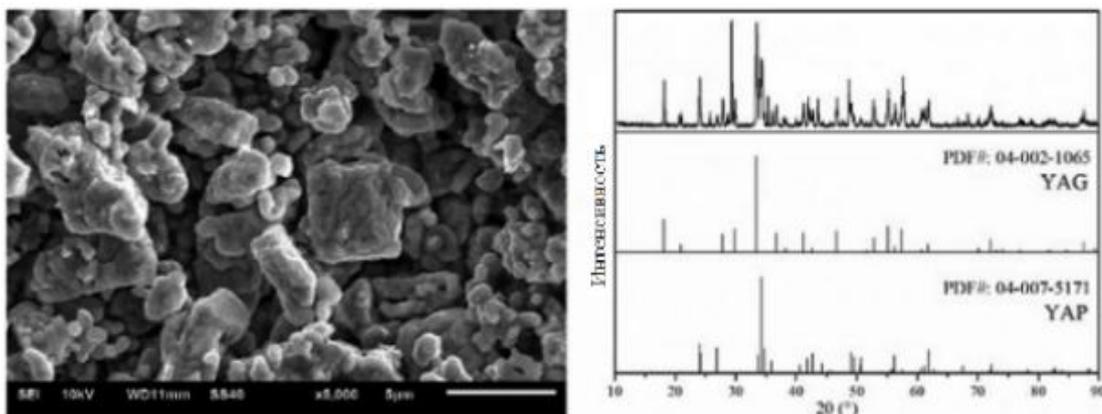
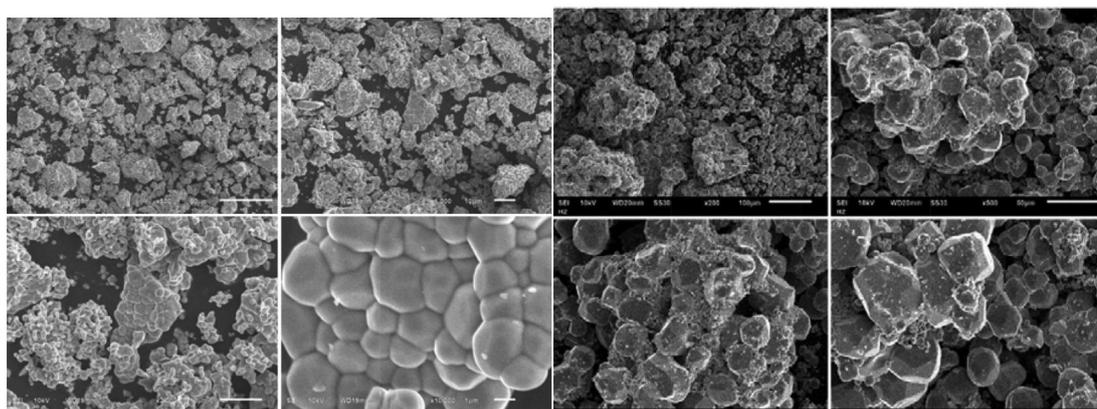


Рисунок-5 СЭМ-изображение и рентгенограммы двух фаз, ИАГ и ИАП, синтезированные при 1300 ° С (без добавок) [8].



(а)

(б)

Рисунок-6 (а).СЭМ-изображения порошков (без синтеза добавок) при разных магнитах.(б).СЭМ-изображения порошков ИАГ с половиной времени синтеза [8].

Изменение морфологии может быть связано с уменьшением удельной площади поверхности, и этот процесс нуждается в помощи добавок. Теперь возникает вопрос, имеет ли добавки тот же эффект, что и при росте объемного монокристалла, в котором плавится добавки, и зарождение и рост кристаллов происходят в жидкой среде. Чтобы найти прямое доказательство, порошки ИАГ, синтезированные флюсом, измельчают грубо и скринируют сито 150 меш. СЭМ-изображения порошков над сеткой дают полезную над информацию (Рис.6). Ясно, что в этом состоянии синтеза большинство

частиц являются крошечными монокристаллами с регулярными формами. Однако они объединяются в крупные кластеры, которые легко разрушаются при распылении. Из результатов следует, что эти крошечные кристаллы не возникают отдельно от среды добавок жидкости, а непосредственно из твердой фазы. Эта морфология агрегированных крошечных кристаллов очень похожа на семена граната, потому что они тесно упакованы и могут быть легко изолированы.

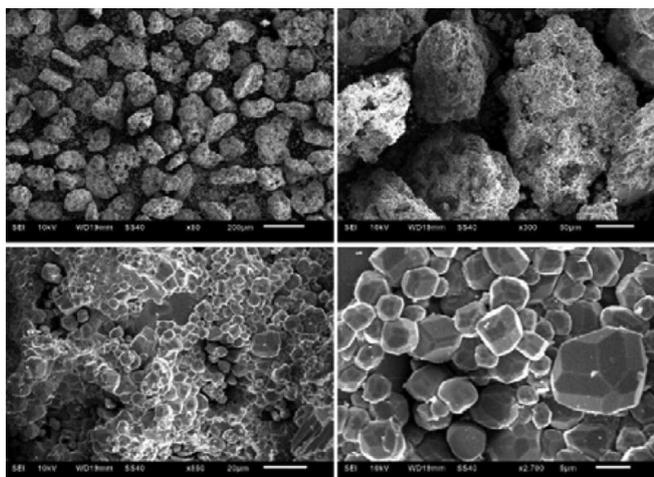


Рисунок-7 СЭМ-изображения порошков ИАГ над ситом 150 меш с различными магнитами [8].

Хотя порошки ИАГ, синтезированные без добавка, также имеют сходную агломерированную морфологию (Рис.7), разница совершенно очевидна. Представленные поликристаллические кластеры состоят из зерен без обычных кристаллических форм, которые похожи на керамику. Без добавок эти мелкие зерна не могут вырасти в монокристаллы.

Чтобы наблюдать промежуточную стадию изменения морфологии, время спекания уменьшается наполовину. Результаты показаны на рисунке 7. Между границами соседних кристаллов находятся оставшиеся крошечные фрагменты. Однако, хотя изменение морфологии не относится к фазовому переходу, оно также включает зарождение и рост. Как указано выше, ИАГ-фаза выращивается из исходной фазы YAP, которая состоит из частиц менее морфологии. Флюс находится вокруг ядра, обеспечивая полужидкую среду и

помогает ядру расти, потребляя зерна без добавок. В то время как эти крошечные кристаллы растут, линия фронта между добавком и зернами движется к области отсутствия добавок. После полного потребления зерен выращенные монокристаллы контактируют друг с другом и образуют гранатоподобный кластер. Весь процесс схематически изображен на рисунке 8.

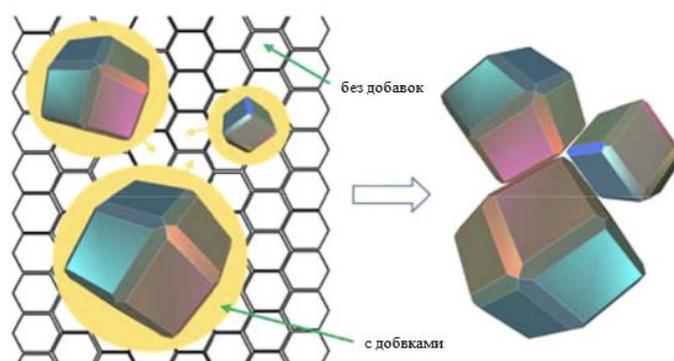


Рисунок-8 Схематическая иллюстрация формирования гранатоподобного кластера [8].

1.4 Влияние спекающих добавок на люминесцентные свойства люминофоров

Важным моментом являются также процессы влияния BaF_2 на люминесцентные свойства ИАГ люминофоров. Количество BaF_2 варьируется в широких диапазонах от 3 до 15 wt % [9], Авторами показано, что максимальное значение интенсивности люминесценции характерно для образца с 9wt% BaF_2 .

Положение пиков возбуждения не изменяется с увеличением концентрации BaF_2 , что говорит о том, что BaF_2 является химически нейтральным и его влияние сводится к улучшению оптических свойств частиц исходного порошка ИАГ:Ce [10]. Спектр излучения записан для $\lambda_{\text{возб.}} = 450$ нм. При этом с увеличением концентрации BaF_2 интенсивность излучения также увеличивается и достигает максимума при BaF_2 5 вес %.

При этом интенсивность свечения на 118% выше, чем для стандартного люминофора ИАГ:Се.

На рисунке 9 показаны спектры излучения люминофорных порошков с различным количеством добавка BaF_2 и коммерческого продукта. Расположение пика, показывающего максимальную интенсивность коммерческих порошков люминофора ИАГ: Се, было выше, чем у подготовленных фосфорных порошков. Сравнительный анализ показывает, что интенсивность, обусловленная излучательными переходами в ионе церия, увеличивается при добавлении спекающей добавки.

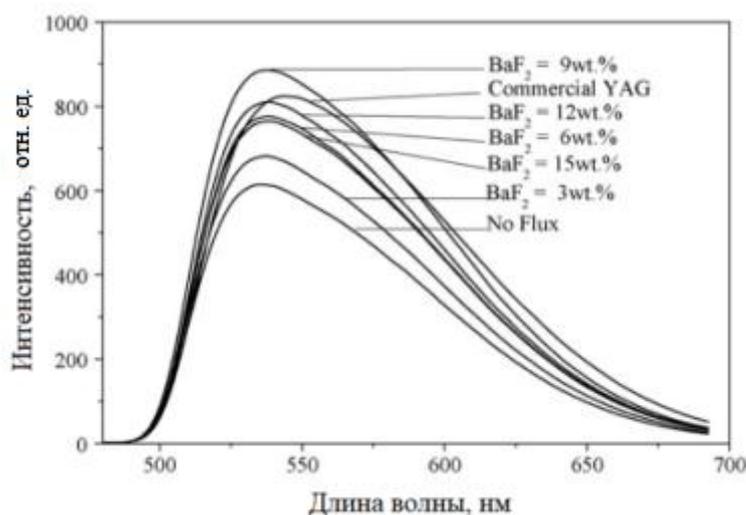


Рисунок-9 Спектры излучения постобработанных порошков фосфата ИАГ: Се при 1500 °С [9].

Порошки люминофора ИАГ: Се, полученные из распыляемого раствора с 9 мас.% BaF_2 -добавки, имели максимальную интенсивность фотолюминесценции. Максимальная интенсивность фотолюминесценции готовых порошков люминофора ИАГ: Се составляла 144% от интенсивности люминофорных порошков, полученных из распыляемого раствора без добавок. Порошки фосфора, полученные из распыляемого раствора с 9 мас.% BaF_2 -добавка, имели более высокую интенсивность фотолюминесценции, чем у промышленных фосфорных порошков. Максимальная пиковая интенсивность готовых порошков люминофора ИАГ: Се составляла 108% от массы промышленных фосфорных порошков.

В другом исследовании [11] также были сделаны аналогичные выводы. Интенсивность излучения ИАГ: Се, полученная без добавок, улучшается с использованием BaF_2 в качестве добавки. При таком улучшении объясняется сферическая форма частиц люминофора, которая может уменьшить потерю света возбуждения, рассеянного с несферической поверхности частиц люминофора (Рис.10а). Интегральная интенсивность излучения ИАГ: Се, полученная без добавок, увеличивается с максимальной концентрацией BaF_2 , увеличиваясь на 29% при концентрации BaF_2 6 мас. %.

Эта тенденция связана с более гладкой поверхностью ИАГ: Се с увеличением концентрации BaF_2 . Соответственно, интенсивность излучения люминесцентного материала определяется на поверхности поглощением падающего излучения и квантовой эффективностью, в результате чего интенсивность излучения выше для более гладкой поверхности, чем для более грубой поверхности.

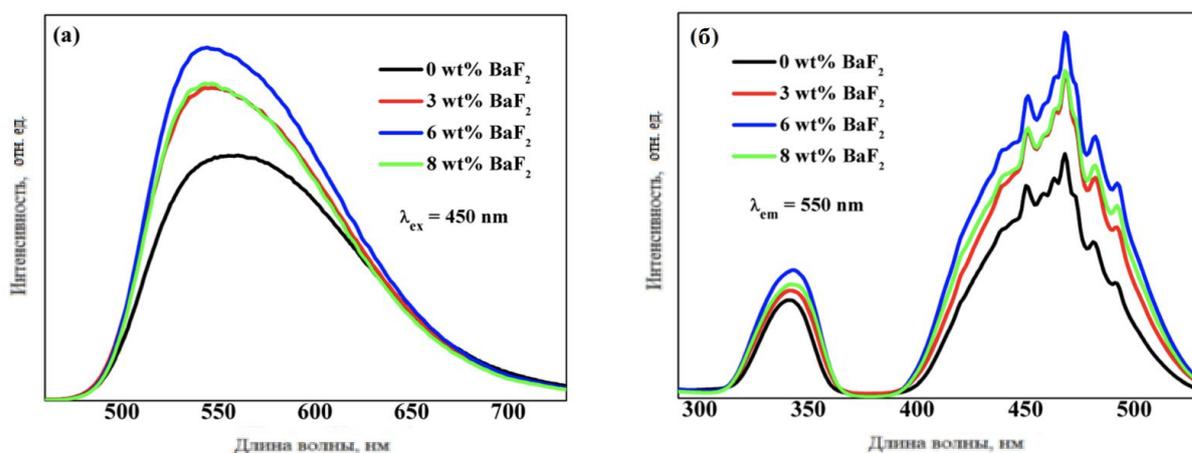


Рисунок-10 (а) Излучение и (б) спектры возбуждения ИАГ:Се, прокаленные при 1500°C без добавок, и с BaF_2 3, 6 и 8 вес. %. [11]

Изменение интенсивности возбуждения ИАГ: Се идентично изменению интенсивности излучения ИАГ: Се с увеличением концентрации BaF_2 (Рис.10б).

Выводы по главе 1

ИАГ: люминофоры Ce^{3+} с хорошей морфологией, особенно из которых частицы являются крошечными монокристаллами, имеют высокую

интенсивность света и являются предпочтительными в применении их в светотехнической инженерии. Новая фаза ИАГ происходит из фазы YAP, которая представляет собой скопления мелких зерен менее 1 мкм. Поэтому частицы ИАГ могут быть меньшими и служить ядром в следующем изменении морфологии. С помощью модификаторов вокруг ядра растут крошечные монокристаллы в полужидкой среде. Механизм роста аналогичен механизму роста объемного монокристалла. Разница заключается в том, что влияние потока локализуется вокруг крошечных кристаллов. Наконец, образуются гранатоподобные кластеры, состоящие из мелких монокристаллов. Это свидетельствует о механизме роста полимолекул ИАГ: Ce^{3+} люминофоров и помогает понять детали изменения морфологии. Также показано, что важным моментом являются также процессы влияния BaF_2 на люминесцентные свойства ИАГ люминофоров. Установлено, что добавление спекающей добавки BaF_2 при определенных значениях концентрации может усиливать сигнал фотолюминесценции.

ГЛАВА 2. Объекты и методы экспериментального исследования

2.1 Исследуемые люминофоры

Объектами исследования являются люминофоры на основе иттрий – алюминиевого граната активированные церием, с переменной концентрацией спекающей добавки флюорита бария. Состав люминофоров приведен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Концентрация активатора в образцах

№	Формула	Концентрация BaF ₂ , % (вес.)
1	Y ₃ Al ₅ O ₁₂ :0.06 wt%Ce	0
2	Y ₃ Al ₅ O ₁₂ : 0.06 wt%Ce	0,05
3	Y ₃ Al ₅ O ₁₂ : 0.06 wt%Ce	0,075
4	Y ₃ Al ₅ O ₁₂ : 0.06 wt%Ce	0,1
5	Y ₃ Al ₅ O ₁₂ : 0.06 wt%Ce	0,125
6	Y ₃ Al ₅ O ₁₂ : 0.06 wt%Ce	0,15

Люминофор на основе ИАГ с добавлением BaF₂ был получен твердофазным методом синтеза. Смесь из порошков помещалась в специальные тигли и заливалась спиртом. После тщательного перемешивания содержимое помещалось в сушилку для выпаривания спирта. Далее порошок прогревался при температуре 800 °С в течении двух часов для обезвоживания. После чего ставился в печь на 12 часов при температуре печи 1600 °С. Причем перед началом нагрева необходимо откачать воздух и наполнить объём печи азотом и осуществить подачу водорода через 8 часов в соотношении: N₂=90 %, H₂=10%.

Основным методом синтеза люминофоров на основе ИАГ допированного Ce³⁺ является твердофазный метод [12] при высоких температурах. Указанные выше причины обусловили пристальный интерес к получению порошков алюмоиттриевого граната, в том числе с нано- и субмикро- размерами частиц[13].

Большинство известных в настоящее время соединений со структурой граната получено методом твердофазного синтеза. Относительная простота

технического оформления этого метода, а также его экспрессность, делает его незаменимым при проведении поисковых исследований. Исходные стехиометрические, тщательно перетертые смеси спекаются на воздухе или в вакууме при различных температурах и времени выдержки в зависимости от исходного состава.

Твердофазный синтез ИАГ требует высоких температур и продолжительного времени. В работе [13] прокаленные порошки Y_2O_3 и Al_2O_3 с удельной поверхностью 34...45,0 м²/г подвергали совместному истиранию в стержневой мельнице в этиловом спирте. Независимо от мольного соотношения твердофазное взаимодействие развивается в три этапа:



Исходные порошки в виде оксидов, таких как Y_2O_3 , Al_2O_3 и SeO_2 , смешивают путем шарового измельчения, а затем прокалывают в течение нескольких часов при температуре 1600 С с получением ИАГ: Se^{3+} .

Известно, что первая стадия синтеза при взаимодействии $Y_2O_3 + Al(OH)_3$ проходит по схеме $Y_2O_3 + 2Al(OH)_3 \rightarrow 2YAlO_3$. На второй стадии синтеза образуется соединение типа $Y_2Al_4O_9$: $Y_2O_3 + 4Al(OH)_3 \rightarrow Y_2Al_4O_9$. Однако даже при высоких температурах, выше 1500 °С, в системе частично остаются эти две фазы. Только при введении в шихту фторидного минерализатора типа BaF_2 (температура плавления 1360 °С) или LiF (900 °С) происходит завершающая реакция $Y_2Al_4O_9 + 2YAlO_3 \rightarrow Y_3Al_5O_{12}$.

Эффективным методом повышения энергосбережения процесса и снижения издержек производства является снижение температуры прокаливания. Так, например, использование специальных добавок, таких как BaF_2 позволяет получать ИАГ: Se^{3+} при 1500 °С, что обусловлено образованием эвтектоидной смеси с более низкой температурой плавления. Количество добавки BaF_2 варьируется в широких пределах от 0.1 до 18 вес %.

При таком способе синтеза важно отметить, что частицы люминофора при добавлении ВаF₂ имеют микронный размер и сферическую форму, вне зависимости от концентрации ВаF₂. А с увеличением концентрации ВаF₂ сферичность частиц увеличивается. В свою очередь в структуре образцов, полученных без добавления ВаF₂, имеются агломераты и высокая неоднородность частиц по размерам.

2.2 Методы экспериментального исследования

Спектры стационарного возбуждения и люминесценции люминофоров регистрировались с использованием спектрофлуориметра Carry Eclipse фирмы Agilent, где источником излучения служит импульсная ксеноновая лампа. Измерения кинетических характеристик затухания проводились с помощью монохроматора (МДР-204), совмещенного с фотоэлектронным умножителем (Hamamatsu 10720-20) с последующим выводом полученной информации на осциллограф (Tektronix DPO3033 (300 MHz)). В качестве источника возбуждения использовался синий фотодиод, работающий в импульсном режиме с $\lambda_{\text{возб}} = 452$ нм, длительность импульса излучения чипа при импульсном питании составляла 70 нс (Рис.11)..

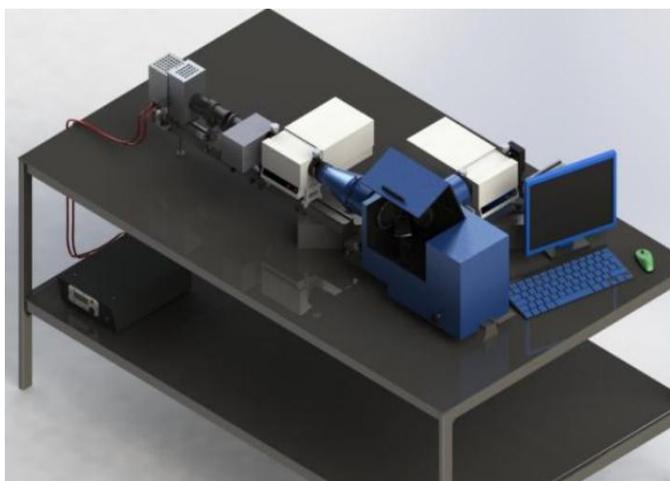


Рисунок-11 Внешний вид экспериментальной установки для измерения спектрально-кинетических характеристик: излучатели (ОЛКс-150, ДДС-30, КГМ-20, импульсные светодиоды (362 нм, 400-460 нм; длительность импульса 70÷100 нс)); МДР-240 – монохроматор (спектральный диапазон 190-5000 нм, обратная линейная дисперсия: 200 - 1200 нм – 2.6 нм/мм, 380 -

2500 нм – 5.2 нм/мм, 760 - 5000 нм – 10,4 нм/мм); турель светофильтров (фильтрация паразитного излучения); приемник излучения (ФЭУ: Hamamatsu R928, H10720-20)

Излучение образца измерялось под углом 45° к направлению возбуждающего потока. Все измерения выполнялись с учетом спектральной чувствительности оптического тракта.

Интегральная эффективность люминофоров оценивалась с помощью интегрирующей сферы и оптоволоконного спектрометра Авантес2048 (Рис.12) как отношение потоков чипа и люминофора. Для этого на первом этапе регистрировали поток от светодиодного чипа, затем поток излучения с люминофором.

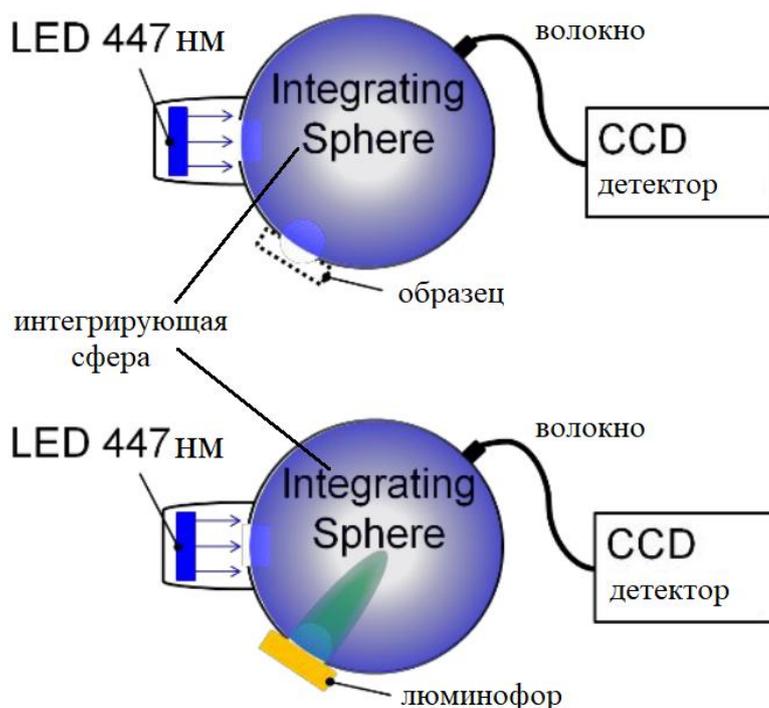


Рисунок-12 Измерения интегральных характеристик свечения

4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

В настоящее время наиболее эффективны светодиодные источники белого света. Одним из способов получения белого света с помощью светодиода является преобразование синего излучения светодиодного чипа в желтое люминофором. Такой источник белого света представляет собой светодиодный чип, на который нанесен люминофор в виде полидисперсного порошка. Преобразование излучения синего или УФ светодиода люминофором во многом определяет световую отдачу источник света. Изучение свойств люминофоров способствует созданию эффективных источников света. Настоящая работа представляет собой научно – техническое исследование спектрально – кинетических характеристик ряда люминофоров одинакового состава на основе иттрий – алюминиевого граната с различной концентрацией ионов активаторов (Ce^{3+}).

Целью данного раздела является оценка коммерческого и инновационного потенциала научно – технического исследования (НТИ), планирование процесса управления НТИ, определение ресурсной, финансовой и экономической эффективности.

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа потенциальных потребителей НТИ необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

Целевым рынком для рассматриваемого исследования являются коммерческие организации, изготавливающие осветительные установки для внутреннего и наружного освещения. В осветительных установках могут присутствовать различные виды источников света. Проведем сегментирование рынка по следующим критериям: размер компании – заказчика, вид источника света (табл. 4.1).

Таблица 4.1. – Карта сегментирования рынка осветительных установок для наружного освещения по видам источников света.

Размер компании	Вид источника света			
	LED	Газоразрядные	Натриевые лампы	Металло – галогенные лампы
Крупные	Фирма А		Фирма Б	Фирма Б
Средние		Фирма В	Фирма Д	
Мелкие		Фирма Г		Фирма Е

В приведенном примере карты сегментирования показано, какие ниши на рынке источников света не заняты конкурентами или где уровень конкуренции низок. Из этого можно сделать следующие выводы:

- К главным сегментам данного рынка относятся использование осветительных установок со светодиодными источниками света крупными компаниями;
- Наиболее перспективным сегментом является предложение светодиодных источников света средними компаниями;
- Сегментом рынка, привлекательным для предприятия в будущем, является предложение светодиодных источников света мелким, динамично развивающимся, компаниям.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений

Исследуемые люминофоры были получены методом твердофазного синтеза (Б₁). Недостатками данного метода являются высокие энергетические затраты и получение неоднородного гравиметрического состава конечного продукта. Люминесцентные свойства полученного образца напрямую зависят от размера частиц и морфологии, следовательно, для получения порошка нужной фракции требуется задействовать дополнительные методы помола и

сепарации. Привлечение таких методов является дорогостоящим и, кроме того, не решает проблему контроля морфологии поверхности.

На сегодняшний день, используют синтез люминофора методом химического осаждения (k_1). Метод заключается в совместном осаждении компонентов продукта из раствора в виде нерастворимых солей и гидроксидов. Достоинством данного метода является доступность метода (не требуется никакой сложной дорогостоящей аппаратуры). Не требует больших энергетических затрат по сравнению с методом твердофазного синтеза, а также данный метод позволяет получать однородные осадки.

Таблица 4.2 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурент	
		B_{ϕ}	B_{k1}	K_{ϕ}	K_{k1}
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Длительность проведения методики	0,05	5	3	0,25	0,15
2. Отсутствие потерь вещества	0,1	3	4	0,3	0,4
3. Энергоэкономичность	0,1	2	5	0,2	0,5
4. Надежность	0,1	3	4	0,3	0,4
5. Уровень шума	0,05	3	3	0,15	0,15
6. Безопасность	0,1	4	4	0,4	0,4
7. Потребность в ресурсах	0,2	5	4	1	0,8
8. Качество конечного продукта	0,3	4	5	1,2	1,5
Итого	1	28	33	3,8	4,3

Критерии для сравнения и оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения, приведенные в таблице 4.2, подбираются, исходя из выбранных объектов сравнения с учетом их технических и экономических особенностей разработки, создания и эксплуатации.

Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю экспертным путем по пятибалльной шкале, где 1 – наиболее слабая позиция, а 5 – наиболее сильная. Веса показателей, определяемые экспертным путем, в сумме должны составлять 1.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum V_i + B_i$$

где K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента; V_i – вес показателя (в долях единицы); B_i – балл i -го показателя.

4.1.3 SWOT - анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта.

Сильные стороны – это факторы, характеризующие конкурентоспособную сторону научно-исследовательского проекта.

Сильными сторонами разрабатываемой технологии являются следующие свойства и особенности:

- Получение высококачественных дисперсных порошков;
- Оборудование нового поколения и отличного качества;

Слабые стороны – это недостаток, упущение или ограниченность научно-исследовательского проекта, которые препятствуют достижению его целей.

Слабыми сторонами разрабатываемой технологии можно назвать следующие свойства и особенности:

- Отсутствие экономической мотивации у предприятий;
- Дорогостоящий метод синтеза.

Возможности включают в себя любую предпочтительную ситуацию в настоящем или будущем, возникающую в условиях окружающей среды проекта.

К возможностям данной технологии относятся:

- Появление дополнительного спроса на новую технологию;
- Увеличение однородности частиц.

Угроза представляет собой любую нежелательную ситуацию, тенденцию или изменение в условиях окружающей среды проекта, которые имеют разрушительный или угрожающий характер для его конкурентоспособности в настоящем или будущем.

К угрозам по отношению к технологии можно отнести:

- Отсутствие спроса на новые технологии производства
- Несвоевременное финансовое обеспечение

Далее проведем поиск соответствий сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды и построим итоговую матрицу SWOT – анализа. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений.

Таблица 4.3 – Итоговая матрица SWOT - анализа

	Возможности (О)	Угрозы (Т)
	- Внедрение оборудование нового поколения - Привлечение специалистов для внедрения новой методики	- Отсутствие мотивации у предприятий; - Несвоевременное финансовое обеспечение.
Сильные стороны(S)		
-Получение высококачественных дисперсных порошков; -Увеличение однородности частиц;	-За чет нового оборудования нового поколения производство люминофоров будет осуществлять на высоком уровне, что тем	- Анализ показывает, что внедрение метода повлияет на появление

	самым способствует получению высококачественных дисперсных порошков.	дополнительного спроса, который может существенно улучшить сложное финансовое положение и повысить интерес компаний, в отрасли науки и техники.
Слабые стороны (W)		
-Дорогостоящий метод синтеза. - Отсутствие контроля морфологии	-Внедрение необходимого нового оборудования, а также получение наиболее однородной структуры люминофора дает преимущество перед другими методами.	-Поиск финансового партнера. Прекращение проведения исследований из-за отсутствия финансирования.

4.2 Планирование научно – исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Экономическая часть настоящей работы включает в себя планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работы в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- формирование графика проведения научных исследований.

Для выполнения научных исследований сформирована рабочая группа, в состав которой входят научный руководитель и дипломник.

Для оптимизации работ удобно использовать стандартный метод линейного планирования и управления. Результатом такого планирования является составление линейного графика выполнения всех работ. Порядок составления этапов и работ приведен в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Категория	Этап	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель, Бакалавр
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Бакалавр
	3	Анализ исходных данных	Бакалавр
	4	Выбор направления исследований	Бакалавр, Руководитель
	5	Календарное планирование работ по теме	Бакалавр
Теоретические и экспериментальные исследования	6	Моделирование технологического процесса на ПК	Бакалавр
	7	Экспериментальное исследование	Бакалавр, Руководитель
Обобщение и оценка результатов	8	Анализ и обработка полученных результатов	Бакалавр
	9	Оценка эффективности полученных результатов	Бакалавр, Руководитель
	10	Оформление пояснительной записки к ВКР	Бакалавр
	11	Подготовка к защите ВКР	Бакалавр

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения НИР

Трудоемкость выполнения НИР оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения, ожидаемого (среднего) значения трудоемкости работ $t_{ожі}$ используется следующая формула:

$$t_{ожі} = \frac{3t_{мині} + 2t_{махі}}{5}$$

где $t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.; $t_{мин}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.; $t_{махі}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями. Такое вычисление необходимо для обоснованного расчета заработной платы, так как удельный вес зарплаты в общей сметной стоимости научных исследований составляет около 65 %.

$$T_{Pі} = \frac{t_{ожі}}{Чі}$$

где $T_{Pі}$ – продолжительность одной работы, раб. дн.; $t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн. $Чі$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

Показатель технической готовности темы характеризует отношение продолжительности работ, выполненных на момент исчисления этого показателя, к общей запланированной продолжительности работ.

Для удобства, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} + k_{\text{кал}}$$

Где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях; T_{pi} – продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях; $k_{\text{кал}}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году (365); $T_{\text{вых}}$ – количество выходных дней в году (52 дня по 6-дневной рабочей неделе); $T_{\text{пр}}$ – количество праздничных дней в году (14).

Полученные результаты расчет сведены в таблицу 4.5.

Таблица 4.5 – Временные показатели проведения научного исследования

Этап	Трудоёмкость работ			Исполнители	Длительность работ в рабочих днях T_{pi}	Длительность работ в календарных днях T_{ki}
	t_{\min} , чел-дни	t_{\max} , чел-дни	$t_{\text{ожид}}$, чел-дни			
1	3	5	3,8	Р	3,8	5
2	10	15	12	Б	12	14
3	5	7	5,8	Б	5,8	7

4	3	6	4,2	Б, Р	2,1	3
5	2	2,5	2,2	Б	2,2	3
6	10	15	12	Б	12	14
7	4	6	4,8	Б, Р	2,4	3
8	5	7	5,8	Б	5,8	7
9	2	4	2,8	Б, Р	1,4	2
10	6	10	7,6	Б	7,6	9
11	4	7	5,2	Б	5,2	6
Итого:			66,2		60,3 Р/Б 9,7/56,5	73 Р/Б 13/68

4.3 Бюджет научно – технического исследования (НТИ)

Целью планирования бюджета для проведения НТИ является экономически обоснованное определение величины затрат на ее выполнение.

В формирование НТИ включаются все затраты, связанные с ее выполнением независимо от источника финансирования. В процессе формирования бюджета НТИ используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты НТИ;
- затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- затраты научные и производственные командировки;
- контрагентные расходы;
- накладные расходы.

4.3.1 Расчет затрат на специальное оборудование для экспериментальных работ

В подраздел включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене. В данной работе был задействован осциллограф Tektronix, стоимость которого составляет 214706 руб., а срок службы осциллографа равен 10 лет; Использовался импульсный азотный лазер, стоимость которого примерно равна 400 тыс. рублей, а срок эксплуатации равен 8 лет; Также работе был задействован монохроматор МДР – 24, стоимость которого равна 61182, а срок службы составляет 7 лет.

Расчет амортизации осциллографа Tektronix:

$$A_{\text{год}} = \frac{P}{N} = \frac{214706}{10} = 21470,6 \text{ руб.}$$

$$A_{\text{день}} = \frac{21470}{365} = 58,8 \text{ руб.}$$

$$A_{\text{осцилл}} = 58,82 * 14 = 823,5 \text{ руб.}$$

Расчет амортизации импульсного азотного лазера:

$$A_{\text{год}} = \frac{P}{N} = \frac{400000}{8} = 50000 \text{ руб.}$$

$$A_{\text{день}} = \frac{50000}{365} = 136,9 \text{ руб.}$$

$$A_{\text{лазер}} = 136,98 * 14 = 1917,8 \text{ руб.}$$

Расчет амортизации монохроматора МДР - 24:

$$A_{\text{год}} = \frac{P}{N} = \frac{61182}{7} = 8740,2 \text{ руб.}$$

$$A_{\text{день}} = \frac{8740,2}{365} = 23,9 \text{ руб.}$$

$$A_{\text{мнохром}} = 23,94 * 14 = 335,2 \text{ руб.}$$

4.3.2 Основная заработная плата исполнителей темы

В данный подраздел включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы окладов и тарифных ставок. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 – 30 % от тарифа или оклада.

В данном разделе рассчитывается основная заработная плата работников, непосредственно занятых выполнением НИИ, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату:

$$З_{\text{зп}} = З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}$$

где $З_{\text{осн}}$ – основная заработная плата; $З_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата (12-20 % от $З_{\text{осн}}$).

Основная заработная плата () руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$З_{\text{осн}} = З_{\text{дн}} + Т_{\text{р}}$$

Где $З_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника; $Т_{\text{р}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, руб. дн.; $З_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} * M}{F_{\text{д}}}$$

где – $Z_{\text{м}}$ месячный должностной оклад работника, руб. (в качестве месячного оклада дипломника выступает стипендия, которая составляет 9892 руб. и 36800 руб. для профессора, доктора физико-математических наук); $F_{\text{д}}$ – количество рабочих дней в месяце (среднее количество рабочих дней – 25); M – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 48 раб. дней $M=10,4$ месяца, 6-ти дневная неделя.

Баланс рабочего времени представлен в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководител ь	Бакалавр
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
-выходные дни	52	52
-праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени		
-отпуск	56	56
-невыходы по болезни	–	–
Действительный годовой фонд рабочего времени	243	243

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{ТС}} * (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) * k_{\text{р}}$$

$$Z_{\text{м}} = 20800 * (1 + 0,3 + 0,2) * 1,3 = 40560 \text{ рублей}$$

Где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб. (для преподавателя $Z_{тс}$ составляет 28000 руб.); $k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от); $k_{д}$ – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5 (в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: 15- 20 % от); $k_{р}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{тс}$, руб.				, руб	, руб.	, раб. дн.	, руб.
Руководитель	20800	0,3	0,2	1,3	40560	1735,9	9,7	16838,2
Бакалавр	9893	0,3	0,2	1,3	19291	799,3	56,5	45160,9

4.3.3 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды являются обязательными по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

Таким образом выплаты в страховые фонды составят:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп})$$

$$Z_{внеб} = 0,271 \cdot 16838,2 = 4563,1 \text{ руб.}$$

$$Z_{внеб} = 0,271 \cdot 45160,9 = 12238,6 \text{ руб.}$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

4.3.4 Расчет затрат на научные и производственные командировки

Затраты на научные и производственные командировки исполнителей определяются в соответствии с планом выполнения темы и с учетом действующих норм командировочных расходов различного вида и транспортных тарифов.

Так как при проведении НТИ не было научных и производственных командировок, то в данном случае можно говорить, что затраты на научные и производственные командировки отсутствуют.

4.3.5 – Контрагентные расходы

Контрагентные расходы включают затраты, связанные с выполнением каких-либо работ по теме сторонними организациями.

Расчет величины этой группы расходов зависит от планируемого объема работ и определяется из условий договоров с контрагентами или субподрядчиками.

В работе использовался сканирующий электронный микроскоп (SEM). Стоимость одного анализа 2000 руб. Количество анализов – 6. Общие затраты – 12000 руб.

4.3.6 Накладные расходы

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д.

Эксперименты проводились 20 дня по 2 часов, мощность установки 5 КВт/час.

Затраты на электроэнергию на каждый вид оборудования рассчитываются по формуле:

$$C_{\text{н}} = C_{\text{эл}}$$

$$C_{\text{осцилл}} = C_{\text{эл}} \cdot P_{\text{уст}} \cdot F_{\text{об}} = 5,8 \cdot 0,125 \cdot 10 = 7,25 \text{ руб}$$

$$C_{\text{лазера}} = C_{\text{эл}} \cdot P_{\text{уст}} \cdot F_{\text{об}} = 5,8 \cdot 5 \cdot 8 = 232 \text{ руб}$$

$$C_{\text{комп}} = C_{\text{эл}} \cdot P_{\text{уст}} \cdot F_{\text{об}} = 5,8 \cdot 0,036 \cdot 300 = 62,64 \text{ руб}$$

где $C_{эл}$ – тариф на промышленную электроэнергию (5,8 руб за 1 кВт·ч); P – мощность оборудования, кВт; $F_{об}$ – время использования оборудования, ч.

4.3.7 Формирование бюджета затрат научно – исследовательского проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы является основой для формирования бюджета затрат проекта. Из данного анализа можно оценить бюджет проекта в целом, будет ли он эффективным или убыточным.

На основании выше сказанного составим бюджет затрат на научно-исследовательский проект по каждому варианту исполнения, приведен в таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Расчет бюджета затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.	Примечание
1. Материальные затраты НИИ	0	Пункт 4.3.1
2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	3075	Пункт 4.3.2
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	61998	Пункт 4.3.3
4. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	0	Пункт 4.3.4
5. Отчисления во внебюджетные фонды	16801	Пункт 4.3.5
6. Затраты на научные и	0	Пункт 4.3.6

производственные командировки		
7. Контрагентские расходы	32000	Пункт 4.3.7
8. Накладные расходы	301,25	Пункт 4.3.8
9. Бюджет затрат НИИ	49110,25	Сумма ст. 1- 8

4.4 Определение ресурсоэффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{фир}}^{\text{исп}} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}$$

$$I_{\text{фир}}^{\text{исп}} = \frac{115773,9}{115773,9} = 1$$

где $I_{\text{фир}}^{\text{исп}}$ - интегральный финансовый показатель разработки; Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее

численное удешевление стоимости разработки в разгах (значение меньше единицы, но больше нуля).

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_{pi} = \sum a_i + b_i$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки; a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки; b_i – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания; n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности рекомендуется проводить в форме таблицы таблицу 4.9.

Таблица 4.9 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Исп.1
1. Производительность	0,3	5
2. Энергосбережение	0,4	5
3. Надежность	0,2	4
4. Материалоемкость	0,1	4
ИТОГО	1	

$$I_{p-uch1} = 50,3 + 50,4 + 40,2 + 40,1 = 4,7$$

Исходя из полученных результатов, можно сделать вывод, что научно-техническое исследование будет ресурсоэффективно при первом варианте

исполнения проекта, т.е. при высокой производительности и энергоэффективности проекта.

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки ($I_{ипс.1}$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{ипс.1} = \frac{I_{р-исп.1}}{I_{фин.р}} \quad I_{ипс.2} = \frac{I_{р-исп.2}}{I_{фин.р}} \text{ И Т. Д.}$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных. Сравнительная эффективность проекта ($\mathcal{E}_{ср}$):

$$\mathcal{E}_{ср} = \frac{I_{ипс.1}}{I_{ипс.2}}$$

Таблица 4.10 – Сравнительная эффективность разработки

Показатели	Оценка
Интегральный финансовый показатель разработки	1
Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4.7
Интегральный показатель эффективности	0,21

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет понять и выбрать более эффективный вариант решения поставленной в бакалаврской работе технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.