

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

Школа Инженерная школа новых производственных технологий
Направление подготовки 12.04.02 «Оптотехника»
Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Люминесцентные и температурные характеристики YAG-керамики переменного состава УДК <u>535.37:666.3.032.6</u>

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ВМ91	Ильчук Анна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОМ	Валиев Дамир Талгатович	к.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Кашук Ирина Вадимовна	к.т.н доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Скачкова Лариса Александровна	-		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОМ	Полисадова Елена Федоровна	д.ф.-м.н.		

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОСВОЕНИЯ ООП

Код	Результат освоения ООП
Универсальные компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий.
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла.
УК(У)-3	Способен организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели.
УК(У)-4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального взаимодействия.
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия.
УК(У)-6	Способен определить и реализовать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки.
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-1	Способен представлять современную картину мира научную картину мира, выявлять естественнонаучную сущность проблемы, формулировать задачи, определять пути их решения и оценивать эффективность выбора и методов правовой защиты результатов интеллектуальной деятельности с учетом специфики исследований для разработки оптической техники, оптических материалов и технологий оптического производства.
ОПК(У)-2	Способен организовать проведение научного исследования и разработку, представлять и аргументированно защищать полученные результаты интеллектуальной деятельности, связанные с научными исследованиями в области оптической техники, оптико-электронных приборов и систем.
ОПК(У)-3	Способен приобретать и использовать новые знания в своей предметной области на основе информационных систем и технологий, предлагать новые идеи и подходы к решению инженерных задач.
Профессиональные компетенции	
ПК(У)-1	Способность к анализу состояния научно-технической проблемы, формированию технического задания и постановке цели и задач в сфере проектирования оптических и оптико-электронных приборов, систем и комплексов, в области исследования оптических материалов и технологий на основе подбора и изучения литературных и патентных источников.
ПК(У)-2	Способность к моделированию работы оптико-электронных приборов и светотехнических устройств на основе физических процессов и явлений, выбору численного метода их моделирования, разработке нового или выбор готового алгоритма решения задачи.
ПК(У)-3	Способность к выбору оптимального метода и разработке программ экспериментальных исследований, проведению оптических, фотометрических и электрических измерений с выбором технических средств и обработкой экспериментальных данных.
ПК(У)-4	Способность к разработке и внедрению фотонных и оптических технологий, к разработке методов контроля качества материалов и изделий, составлению программ испытаний современных светотехнических и оптических приборов и устройств, фотонных материалов.
ПК(У)-5	Способность конструировать и проектировать отдельные узлы и блоки для осветительной, облучательной, оптико-электронной, лазерной техники, оптоволоконных, оптических, оптико-электронных, лазерных систем и комплексов, осветительных и облучательных установок различного назначения.
ПК(У)-6	Способность применять современную элементную базу электротехники, электроники и микропроцессорной техники при разработке и проектировании оптических и светотехнических систем, приборов деталей и узлов оптотехники.
ПК(У)-7	Способность проводить научные исследования и опытно-конструкторские работы в области оптического приборостроения, оптических материалов и технологий.
Профессиональные компетенции университета	
ДПК (У)-1	Способен проектировать и организовывать учебный процесс по образовательным программам с использованием современных образовательных технологий.

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

Школа Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки 12.04.02 «Оптотехника»
 Уровень образования Магистратура
 Отделение школы (НОЦ) Отделение материаловедения

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

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации <i>(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)</i>

Студенту:

Группа	ФИО
4ВМ91	Ильчук Анне

Тема работы:

Люминесцентные и температурные характеристики YAG-керамики переменного состава	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	

Срок сдачи студентом выполненной работы:	07.06.2021
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе <i>(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.)</i></p>	<p>Объект исследования: люминесцентная керамика, активированная РЗИ, а также керамика, изготовленная методом УЗ-компактирования.</p>
<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <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>	<p>Литературный обзор на тему исследования. Изготовление люминесцентной керамики переменного состава: активированной РЗИ и изготовленной методом УЗ-компактирования. Комплексные фундаментальные спектроскопические, оптические и температурные исследования: керамики на основе гранатовых люминофоров, активированной РЗИ (Ce^{3+}, Tb^{3+}, Eu^{3+}, Dy^{3+}), а также керамики, изготовленной методом УЗ-компактирования.</p>

	Изготовление экспериментального макета осветительного устройства на основе исследуемой люминесцентной керамики.
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	СЭМ-изображения образцов; диаграммы распределения зерен и пор керамики по размерам; кинетики затухания; спектры фотолюминесценции и катодолюминесценции исследуемых образцов; графики зависимости излучения от температуры нагрева керамики (температурного тушения); индикатрисы рассеивания зерен и пор YAG-керамики; 3D-модель излучателя белого света.
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент	Кащук Ирина Вадимовна, к.т.н.
Социальная ответственность	Скачкова Лариса Александровна
Раздел на иностранном языке	Стрельникова Анна Борисовна, канд. филол. наук
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
YAG-Ceramics: Literature Review	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	01.10.2020
---	------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОМ	Валиев Дамир Талгатович	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ВМ91	Ильчук Анна		

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

Студенту:

Группа 4ВМ91	ФИО Ильчук Анне
-----------------	--------------------

Школа	ИШНПТ	Отделение Школа	Материаловедения
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	12.04.02 «Оптотехника»

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска. Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование.
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления во внебюджетные фонды 30%.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Анализ конкурентных технических решений (НИ)	Расчет конкурентоспособности. SWOT-анализ.
2. Формирование плана и графика разработки и внедрения (НИ)	Структура работ. Определение трудоемкости. Разработка графика проведения исследования.
3. Составление бюджета инженерного проекта (НИ)	Расчет бюджетной стоимости НИ.
4. Оценка ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности (НИ)	Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности.

Перечень графического материала

1. Оценка конкурентоспособности ИП
2. Матрица SWOT
3. Диаграмма Ганта
4. Бюджет НИ
5. Основные показатели эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	01.02.2021
---	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Кащук Ирина Вадимовна	К.Т.Н доцент		08.02.21

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ВМ91	Ильчук Анна		08.02.21

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4ВМ91	Ильчук Анне

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	Материаловедения
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	12.04.02 «Оптотехника»

Тема ВКР:

Люминесцентные и температурные характеристики YAG-керамики переменного состава	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Характеристика работы: компьютерный анализ данных. Объекты исследования: люминесцентная керамика на основе алюмоиттриевого граната, допированная РЗИ, а также керамика, изготовленная методом УЗ-компактированием с последующим атмосферным спеканием. Области применения: светотехническая инженерия, детектирующие системы, лазерные технологии, в качестве сцинтилляторов и др.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: - специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; - организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	- Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 20.04.2021) - ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения - СанПиН 1.2.3685-21. Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания - СП52.13330.2016. Естественное и искусственное освещение
2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	Вредные и опасные факторы: недостаточная освещенность на рабочей поверхности, превышение уровня шума, отклонение показателей микроклимата, повышенное значение напряжения в электрической цепи, психологическая нагрузка.
3. Экологическая безопасность:	Изготовление и утилизация объектов исследования не влияет на окружающую среду.
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможные ЧС: землетрясения, сильные морозы, диверсия, аварии на коммунально-энергетических сетях. Типичная ЧС: пожар в здании.

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	01.02.2021
--	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Скачкова Л. А.	-		08.02.2021

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ВМ91	Ильчук Анна		08.02.2021

Оглавление

Введение	12
Глава 1. Литературный обзор	14
1.1 Структура алюмоиттриевого граната	14
1.2 Фотолюминесцентные свойства YAG-керамики, активированной РЗИ....	14
1.3 Влияние введения активаторов и технологических режимов изготовления на структурные и излучательные свойства керамики	19
1.4 Тепловые характеристики YAG-керамики	24
1.5 Конструкции излучателей на основе YAG-керамики	27
Выводы по Главе 1	31
Глава 2. Изготовление исследуемых образцов и методика эксперимента ..	32
2.1 Состав и технология получения YAG:Ce керамики переменного состава	32
2.2 Анализ фазового состава и микроструктуры	34
2.3 Анализ морфологии и элементного состава	35
2.4 Энергетическая эффективность излучения YAG:Ce ³⁺ керамики	35
2.5 Методика импульсной катодолюминесцентной спектроскопии с наносекундным временным разрешением	37
2.6 Регистрация спектров ИКЛ на базе оптоволоконного спектрометра AvaSpec Avantes	39
2.7 Методика исследования температурных зависимостей люминофоров	41
Глава 3. Характеризация структуры и морфологии YAG-керамики	42
3.1 Керамика, изготовленная методом УЗ-компактирования: анализ фазового состава и микроструктуры	42
3.2 Керамика, активированная РЗИ: анализ фазового и гранулометрического состава, микроструктуры	43
Глава 4. Излучательные свойства исследуемых образцов YAG-керамики	46
4.1 Спектры фотолюминесценции	46
4.2 Импульсная катодолюминесценция	48
4.3 Кинетики затухания	49
4.4 Температурные исследования	52

4.5 Индикатрисы рассеивания YAG-керамики, активированной РЗИ	53
4.6 Эффективность преобразования излучения.....	54
Выводы по Главе 4.....	56
Глава 5. Макет конструкции излучателя на основе люминесцентной YAG-керамики	57
Выводы по Главе 5.....	62
Глава 6. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	63
6.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	64
6.1.1 Анализ конкурентных технических решений	64
6.1.2 SWOT-анализ	65
6.2 Планирование научно-исследовательских работ	68
6.2.1 Структура работ в рамках научного исследования	68
6.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения.....	69
6.3 Бюджет научно-технического исследования	72
6.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования	72
6.3.2 Расчет амортизации специального оборудования	73
6.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы.....	74
6.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы	75
6.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)	75
6.3.6 Накладные расходы	76
6.3.7 Бюджетная стоимость НИР	76
6.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	77
6.4.1 Интегральный показатель финансовой эффективности.....	77
6.4.2 Интегральный показатель ресурсоэффективности.....	78
6.4.3 Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки	79

Заключение по разделу «Финансовый менеджмент»	80
Глава 7. Социальная ответственность	81
7.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	82
7.2 Производственная безопасность.....	84
7.2.1 Микроклимат	85
7.2.2 Шум	86
7.2.3 Освещенность	86
7.2.4 Электробезопасность.....	88
7.3 Экологическая безопасность.....	90
7.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	91
Заключение по разделу «Социальная ответственность»	95
Заключение	96
Апробация результатов дипломной работы	97
Список использованных источников	98
Приложение А	102

ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ, СОКРАЩЕНИЯ, НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В работе используются следующие определения:

Люминесценция – излучение, избыточное над тепловым излучением тела, если это избыточное излучение обладает длительностью, превышающей период световых колебаний [1].

Люминесцентная керамика – плотный, механически прочный люминесцентный материал поликристаллической структуры.

Светоизлучающий диод – полупроводниковый прибор, преобразующий электрическую энергию в световую [2].

В работе используются следующие обозначения и сокращения:

ФЛ – фотолюминесценция

УФ-излучение – ультрафиолетовое излучение

УЗ – ультразвук

YAG – yttrium aluminium garnet или «алюмоиттриевый гранат»

РЗИ – редкоземельные ионы

ИКЛ – импульсная катодолюминесценция

СЭМ – сканирующий электронный микроскоп

LED – light emitting diode или «светоизлучающий диод»

СИД – светоизлучающий диод

РЕФЕРАТ

Научно-исследовательская работа содержит 120 страниц, 46 рисунков, 20 таблиц и 46 источников.

Ключевые слова: YAG:Ce³⁺, люминесцентная YAG-керамика, редкоземельные ионы (РЗИ), люминесцентные характеристики, УЗ-компактирование, температурное тушение, индикатрисы рассеивания, конструкция излучателя.

Объекты исследования: люминесцентная YAG-керамика, допированная редкоземельными ионами, а также керамика, изготовленная методом УЗ-компактирования с последующим атмосферным спеканием.

Цель исследования: комплексная характеристика структурно-морфологических и спектроскопических характеристик люминесцентной керамики, на основе предварительно синтезированных YAG люминофоров, допированных такими редкоземельными ионами, как Ce³⁺, Tb³⁺, Dy³⁺, Eu³⁺, а также керамики, изготовленной методом УЗ-компактирования с последующим атмосферным спеканием.

Метод проведения работы: поиск и анализ литературы на тему люминесцентной YAG-керамики, допированной РЗИ. Изучение влияния условий изготовления на оптические и излучательные свойства керамики. Анализ структурно-морфологических и спектрально-кинетических характеристик образцов керамики. Построение спектров температурного тушения и индикатрис рассеивания исследуемых образцов. Изготовление экспериментального макета осветительного устройства на основе полученной люминесцентной керамики.

Полученные результаты: проведен анализ структурно-морфологических свойств и спектров люминесценции исследуемых образцов, изучены спектрально-кинетические характеристики, построены диаграммы распределения частиц и индикатрисы рассеивания поликристаллической структуры, проведена оценка эффективности преобразователей на основе YAG-керамики.

Введение

Одним из перспективных направлений светотехнической инженерии является производство белых светодиодов. На освещение расходуется около 20 – 22 % от всей производимой электроэнергии (3500 ТВт·ч в год), в денежном выражении ~ \$350 млрд. По оценкам 2016 года министерства энергетики США благодаря применению LED технологий потребление электричества на освещение сократится на 60 % к 2030 году, а на светодиодные источники света будет приходиться 95 % всего производимого света [2]. Большинство коммерческих светодиодов белого света изготавливаются на основе синих чипов InGaN/GaN (400 – 480 нм) и полимерного композита, содержащего порошок люминофора $Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$ (YAG:Ce³⁺), из-за широкого спектра излучения и высокой эффективности преобразования излучения [3]. Однако из-за больших температур работы светодиодов высокой мощности органическая смола или силикон с низкой теплопроводностью деградирует, а взаимодействие на границе раздела люминофора и геля может вызвать сильную карбонизацию, что приведет к ухудшению эффективности преобразования излучения, изменению спектрального состава и уменьшению срока службы светового прибора [4, 5].

Люминесцентная керамика может быть использована взамен люминофоров, помещенных в компаунд. Исследованиям YAG-керамики уделяется большое внимание, благодаря их высокой механической прочности, термоустойчивости, эффективности преобразования излучения, возможности реализации любой формы и компактности. Проводится множество работ на тему повышения оптических и излучательных свойств керамики за счет допирования её редкоземельными ионами и изменения условий изготовления.

Объектами исследования являются люминесцентная YAG-керамика, допированная редкоземельными ионами, а также керамика, изготовленная методом УЗ-компактирования с последующим атмосферным спеканием.

Цель исследования – комплексная характеристика структурно-морфологических и спектроскопических характеристик люминесцентной керамики, на основе предварительно синтезированных YAG-люминофоров,

допированных такими редкоземельными ионами, как Ce^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} , Eu^{3+} , а также керамики, изготовленной методом УЗ-компактирования с последующим атмосферным спеканием.

Задачи, необходимые для достижения цели:

1. анализ литературы на тему люминесцентной YAG-керамики, допированной РЗИ, влияния условий изготовления на оптические и механические свойства керамики, конструкции излучателей на основе люминесцентной керамики;
2. характеристика структуры и морфологии люминесцентной керамики;
3. анализ спектров фотолюминесценции образцов;
4. анализ спектрально-кинетических характеристик керамики;
5. описание катодолуминесцентных свойств керамики;
6. построение температурных зависимостей YAG-керамики;
7. построение индикатрис рассеивания YAG-керамики переменного состава;
8. изготовление макета конструкции излучателя с керамическим преобразователем.

Актуальность. Данное исследование требуется для конкретных практических применений, таких как: светотехническая инженерия, специализированное освещение тепличных комплексов (источники света с управляемым спектром), авиакосмическая техника, сцинтилляционные материалы для детекторов излучений, кристаллы для лазеров, дисплеи и др.

Глава 1. Литературный обзор

1.1 Структура алюмоиттриевого граната

Алюмоиттриевый гранат (ИАГ) или «yttrium aluminium garnet» (YAG) с химической формулой $Y_3Al_5O_{12}$ и его производные, образуют класс высокоэффективных люминесцентных материалов, химические и физические свойства которых зависят от их структуры.

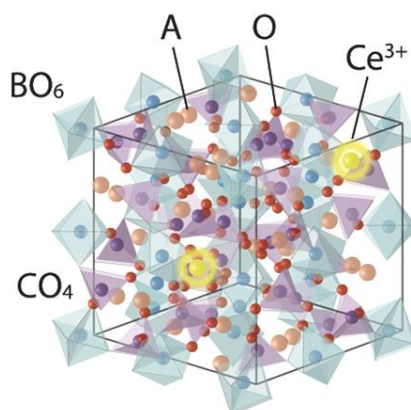


Рисунок 1.1 – Структура алюмоиттриевого граната [6]

Основная формула кристаллической структуры оксида граната $A_3B_2C_3O_{12}$, где В и С могут быть одним и тем же элементом, например, $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG). YAG характеризуется 160-атомным телом – центрированной кубической элементарной ячейкой (80 атомов в элементарной ячейке) (см. рисунок 1.1), которая относится к O_h^{10} ($Ia3d$) пространственной группе. А, В и С это атомы (8 раз) додекаэдрически, (6 раз) октаэдрически и (4 раза) тетраэдрически координированные с атомами кислорода О. Додекаэдр AO_8 , который можно рассматривать как тетрагонально искаженный куб, разделяет координирующие атомы О с двумя соседними тетраэдрами CO_4 и с четырьмя BO_6 октаэдрами [6].

1.2 Фотолюминесцентные свойства YAG-керамики, активированной РЗИ

YAG-керамика широко используется в качестве люминесцентного материала, благодаря своим стабильным физическим и химическим свойствам, а также термической стабильности [7]. Материалы на основе алюмоиттриевого граната активируют редкоземельными ионами для улучшения оптических, механических, магнитных, диэлектрических и сегнетоэлектрических свойств.

Ионы-активаторы имеют собственные характеристики, влияющие на оптические свойства люминофоров и определяющие длины волн возбуждения и излучения, термическую стабильность и эффективность люминесценции [8]. YAG часто используется в качестве основного материала для люминофоров, активированных такими лантаноидами как Ce^{3+} , Tb^{3+} , Eu^{3+} , Dy^{3+} [9]. YAG, допированный РЗИ, является перспективным материалом для электронно-лучевых трубок, полевых эмиссионных дисплеев, сцинтилляторов, вакуумных люминесцентных дисплеев и белых светоизлучающих диодов [7]. Далее рассмотрим люминесцентные свойства YAG-керамики, допированной наиболее часто используемыми различными типами РЗИ.

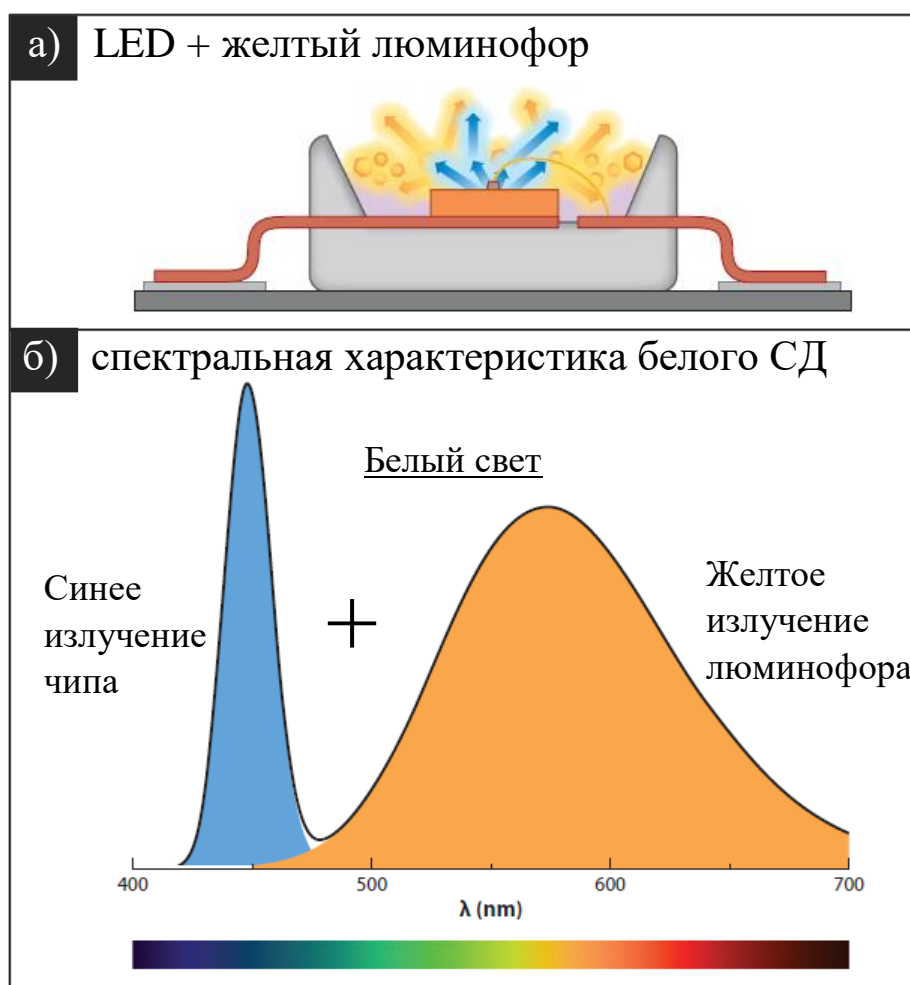


Рисунок 1.2 – а) принципиальная схема белого СД; б) спектральная характеристика белого СД на основе синего излучающего кристалла (450 нм) и YAG:Ce³⁺ люминофора [10]

Свободный ион Ce^{3+} излучает большую энергию, равную разности между основным состоянием $4f$ и возбужденным состоянием $5d$ – 6.12 эВ, но, когда ион Ce^{3+} находится в структуре граната, это значение значительно уменьшается, что обусловлено двумя эффектами: сдвигом центроида и расщеплением кристаллического поля энергетических уровней в $5d$ состоянии [6]. $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$ является самым распространенным люминофором для белых светодиодов (см. рисунок 1.2). $\text{YAG}:\text{Ce}^{3+}$ в pcLED (phosphor converted LED) поглощает часть синего светодиодного излучения (450 нм) через разрешенный переход $4f^1 \rightarrow 5d^1$ и излучает желтый свет (475–725 нм) через обратный переход $5d^1 \rightarrow 4f^1$ [11]. Белый свет образуется в результате сложения синего излучения от чипа и желтого излучения люминофора. Проводится множество исследований для повышения светоотдачи и термоустойчивости светодиодов, улучшения цветопередачи, коррекции коррелированных цветовых температур и др.

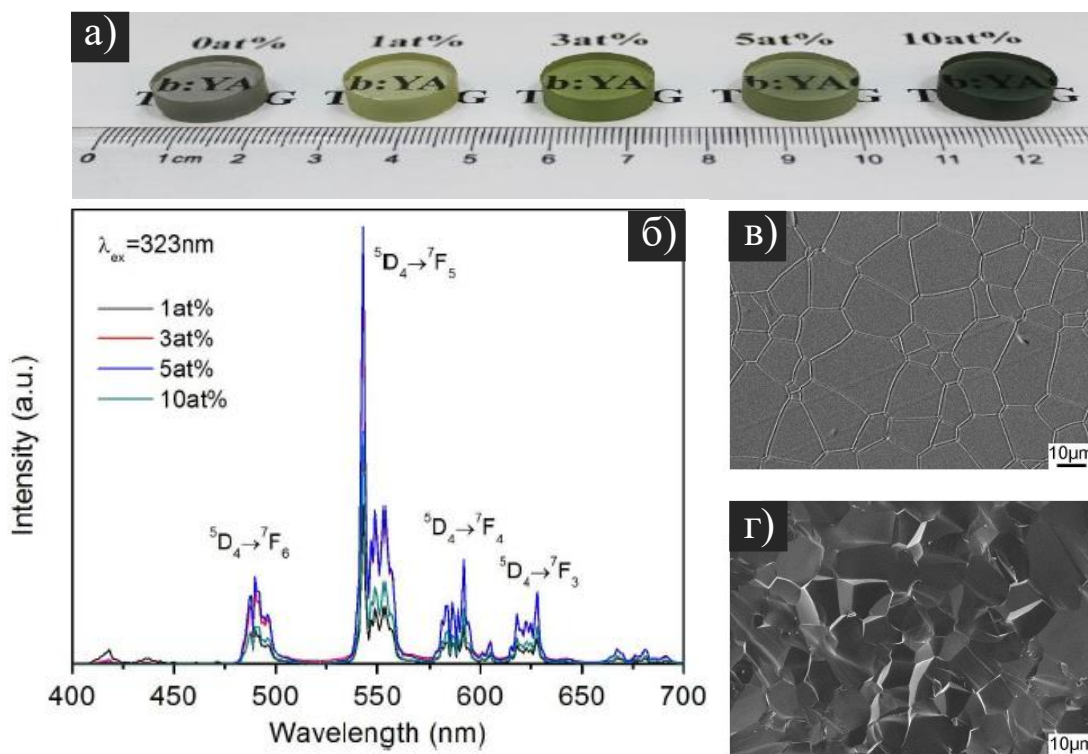


Рисунок 1.3 – а) прозрачная керамика $\text{YAG}:\text{Tb}^{3+}$; б) спектр излучения керамики $\text{YAG}:\text{Tb}^{3+}$ с различным легированием; микрофотографии FESEM (field emission scanning electron microscopy); в) термически протравленной поверхности; г) поверхности излома [7]

Среди редкоземельных ионов Tb^{3+} проявляет сильную зеленую эмиссионную линию, связанную с переходом ${}^5D_4 \rightarrow {}^7F_5$ под воздействием ультрафиолетового света. Поэтому ион Tb^{3+} часто используется в качестве зеленого люминофора для белых светодиодов. Также люминофор $YAG:Tb^{3+}$ нечувствителен к изменению температуры и обладает превосходными люминесцентными свойствами за счет чего получил широкое распространение. В работе [7] изготавливают прозрачную $YAG:Tb^{3+}$ флуоресцентную керамику из коммерческих порошков твердотельным реактивным спеканием при $1750\text{ }^\circ\text{C}$ в течении 20 часов. Возбужденная ультрафиолетовым светом 323 нм, прозрачная керамика $YAG:Tb^{3+}$ демонстрирует доминирующий пик излучения 544 нм, что приводит к чистому зеленому цвету, выгодному для белых светодиодов. Максимальной интенсивности пика эмиссии, достигают при 5% концентрации Tb^{3+} (см. рисунок 1.3), с дальнейшим увеличением концентрации интенсивность идет на спад. Микроструктура 5% $YAG:Tb^{3+}$ прозрачной керамики однородна, границы зерен чистые без каких-либо вторичных фаз. Однако присутствует небольшое количество остаточных микропор в зернах, которые являются основными центрами оптического рассеяния [7].

Во многих работах [12, 13, 14] $YAG:Dy^{3+}$ рассматривается в качестве материала для использования в люминофорной термометрии (диапазон чувствительности 295 – 1973 К [15]), которая в настоящее время является перспективным методом бесконтактного измерения температуры. Исследования, рассматривающие соотношение синего и желтого переходов ионов Dy^{3+} , доказывают, что слегка легированные образцы YAG следует рассматривать в качестве материала для производства белых светодиодов [16]. Как показано на рисунке 1.4 б, спектры излучения YAG -керамики, допированной Dy^{3+} , при возбуждении УФ светом 353 нм состоят из двух преобладающих областей излучения: синей области (470–500 нм) и желтой области (560–600 нм), которые относятся к переходам ${}^4F_{9/2} - {}^6H_{15/2}$ и ${}^4F_{9/2} - {}^6H_{13/2}$. Примечательно, что интенсивность спектров изменяется в зависимости от длин волн возбуждения и концентраций легирования (см. рисунок 1.4).

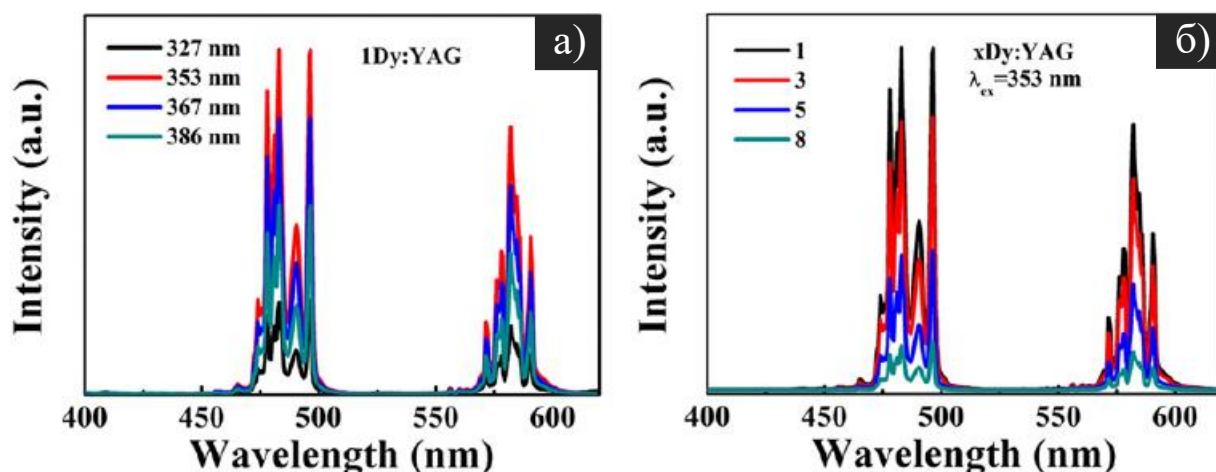


Рисунок 1.4 – а) спектры излучения $(\text{Dy}_x\text{Y}_{1-0.01x})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ($x=1$) при различных длинах волн возбуждения, б) спектры излучения образцов при длине волны возбуждения 353 нм для $x = 1, 3, 5, 8$ [15]

$\text{YAG}:\text{Eu}^{3+}$ имеет большой потенциал применения в полевых эмиссионных устройствах (FED) [17], жаростойких долгоживущих белых светодиодных устройствах [18], электронно-лучевых трубках [19]. Люминесцентные спектры люминофоров $\text{YAG}:\text{Eu}^{3+}$ обладают четырьмя основными полосами излучения в диапазоне 570-700 нм с максимумами, расположенными на 592 нм, 598 нм, 611 нм и 631 нм [20]. На примере работы [21] рассмотрим спектры излучения YAG -керамики с различной концентрацией Eu^{3+} . На рисунке 1.5, в наблюдается широкий спектр, соответствующий переходу $4f^65d^1 \rightarrow 4f^7$, с центром излучения на 575 нм. Видно, что наибольшая интенсивность спектра соответствует концентрации Eu^{3+} 0.3 %, в случае же высоких концентраций (1% и 2%) европия, наблюдается уменьшение интенсивности, что, как предполагают авторы, связано с концентрационным тушением (concentration quenching). Отметим, что образец $\text{YAG}: 0.3 \%$ Eu имеет самый маленький средний размер частиц 2.0 мкм (0.1% - 2.4 мкм, 0.5% - 3.0 мкм, 1% - 2.3 мкм, 2% - 2.2 мкм). Образцы продемонстрировали однородную микроструктуру с высокой относительной плотностью (см. рисунок 1.5 а, б).

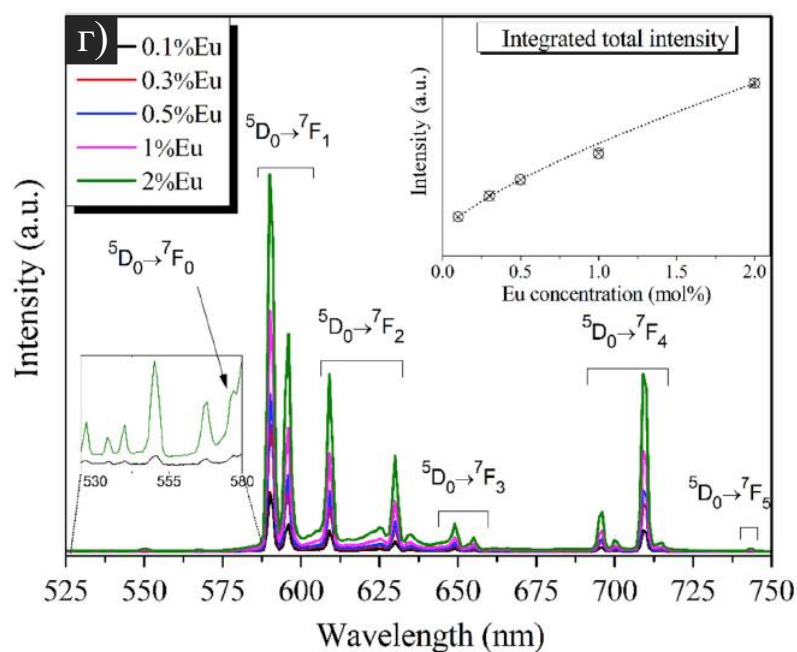
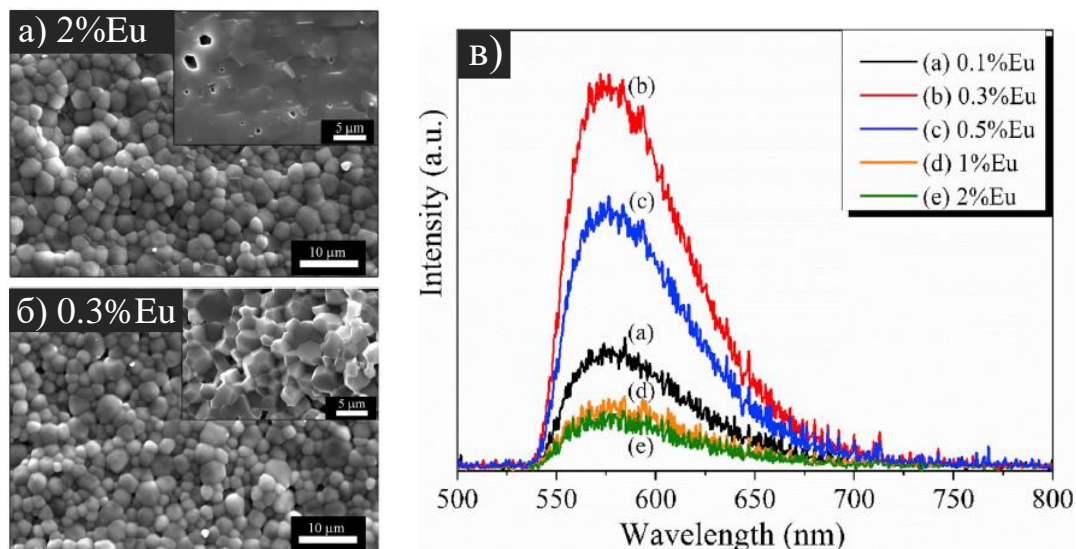


Рисунок 1.5 – SEM-изображения поверхности и поперечного сечения образцов
 а) YAG: 2% Eu и б) YAG: 0.3% Eu; в) спектры излучения
 YAG-керамики с различной концентрацией Eu^{3+} (возбуждение при 460 нм);
 г) спектр излучения YAG-керамики с различной концентрацией Eu^{3+}
 (возбуждение при 395 нм) [21]

1.3 Влияние введения активаторов и технологических режимов изготовления на структурные и излучательные свойства керамики

В работе [18] было продемонстрировано изменение спектров фотолюминесценции YAG-керамики при добавлении Eu^{3+} . Сравнивали образцы YAG: Ce^{3+} , Eu^{3+} (0.03 моль Ce^{3+}) и YAG: Ce^{3+} (0.06 моль Ce^{3+}). Из рисунка 1.6, а видно, что образец YAG: Ce^{3+} , Eu^{3+} имеет более высокую интенсивность

возбуждения и излучения в отличие от образца YAG:Ce^{3+} . Пиковая длина волны возбуждения образца YAG:Ce^{3+} составляет 460 и 530 нм, пиковая длина волны возбуждения образца $\text{YAG:Ce}^{3+}, \text{Eu}^{3+}$ составляет 465 и 535 нм, что объясняется красным смещением спектра при добавлении Eu^{3+} . Так же $\text{YAG:Ce}^{3+}, \text{Eu}^{3+}$ керамику использовали в качестве люминофора для белого светодиода (465 нм), в результате чего LED с исследуемой керамикой продемонстрировал результаты с меньшей цветовой температурой ($T_c = 3983 \text{ K}$) и лучшей цветопередачей, чем образец LED с YAG:Ce^{3+} керамикой ($T_c = 8306 \text{ K}$) (см. рисунок 1.6, б).

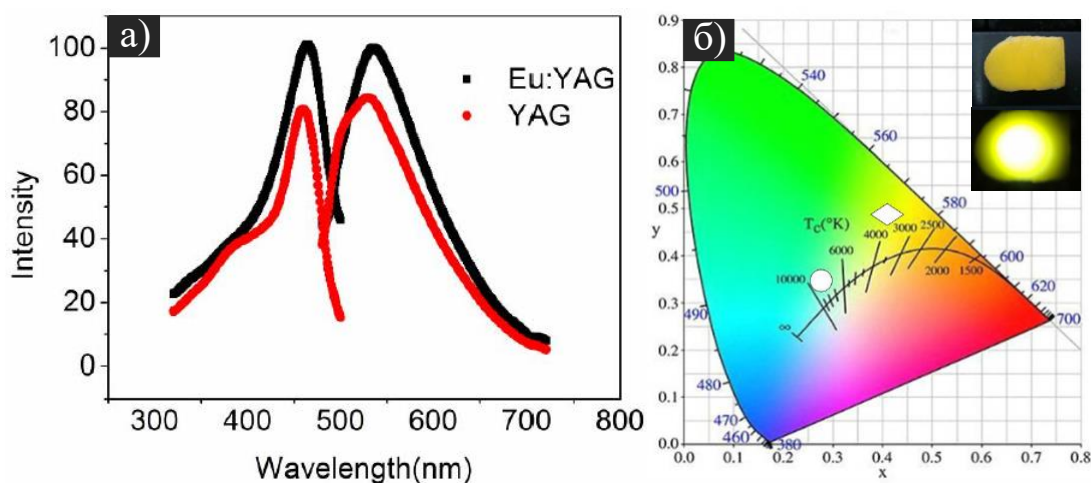


Рисунок 1.6 – а) спектр возбуждения и излучения фотолюминесценции стеклокерамики $\text{YAG:Ce}, \text{Eu}^{3+}$ и YAG:Ce^{3+} ; б) CIE-диаграмма образцов $\text{YAG:Ce}, \text{Eu}^{3+}$ и YAG:Ce^{3+} [18]

Оптические свойства люминесцентной керамики зависят не только от допантов, но и от условий изготовления, таких как температура, время и атмосфера [22]. В работе [4] провели исследование влияния толщины прозрачной керамики (при концентрации допантов 0.1 моль) на характеристики белых светодиодов. При увеличении толщины керамики, увеличивается количество центров люминесценции и уменьшается пропускание. На рисунке 1.7, а видно, что с увеличением толщины керамики, интенсивность синего света (450 нм) уменьшается из-за увеличения поглощения (что связано с увеличением количества ионов Ce^{3+}) и уменьшения пропускания, в то время как интенсивность желтого света изменяется в противоположной тенденции. Образец толщиной 0.6 мм продемонстрировал наименьшее соотношение двух

полос излучения (450 и 550 нм), благодаря чему получен белый свет, имеющий цветовые координаты (0.3393, 0.3512) наиболее близкие к теоретической точке белого света (см. рисунок 1.7, б). Данные результаты означают, что путем регулирования толщины керамики $YAG:Ce^{3+}$, можно получить белый источник света с заданными параметрами.

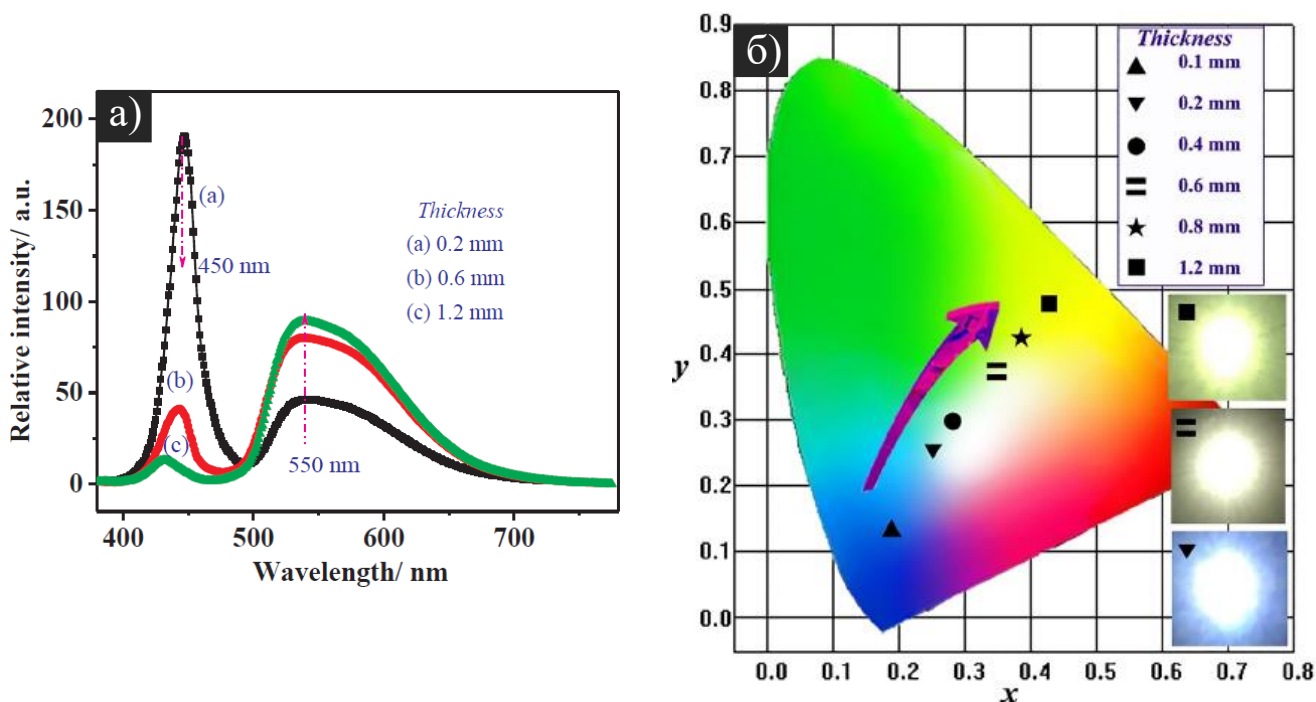


Рисунок 1.7 – а) спектры электролюминесценции (ЭЛ) белых светодиодов с прозрачной керамикой $YAG:Ce^{3+}$ при возбуждении синим СОВ-светодиодом (38 Вт, 450 нм); б) координаты цветности белых светодиодов с прозрачной керамикой $YAG:Ce^{3+}$ различной толщины [4]

Исследование влияния условий синтеза, таких как температура спекания и давление при одноосном прессовании, провели в работе [23]. В качестве исследуемых образцов использовалась люминесцирующая композитная керамика $Al_2O_3-YAG:Ce$, демонстрирующая хорошую кристалличность, высокую квантовую эффективность 76 % (при 460 нм возбуждения) и высокую теплопроводность. Данные образцы исследуются в качестве люминесцирующей керамики для лазерных светодиодов белого света. На рисунке 1.8 продемонстрированы линейные спектры пропускания люминофорной керамики толщиной 0.1 мм, полученные при различных условиях синтеза. Две полосы поглощения 340 и 460 нм, соответствуют полосам в спектрах возбуждения. На

рисунке 1.8, а видно, что самый высокий коэффициент пропускания 55 % демонстрирует образец, спеченный при температуре 1360 °С (80 МПа). При увеличении значения давления коэффициент пропускания увеличивается (см. рисунок 1.8, б).

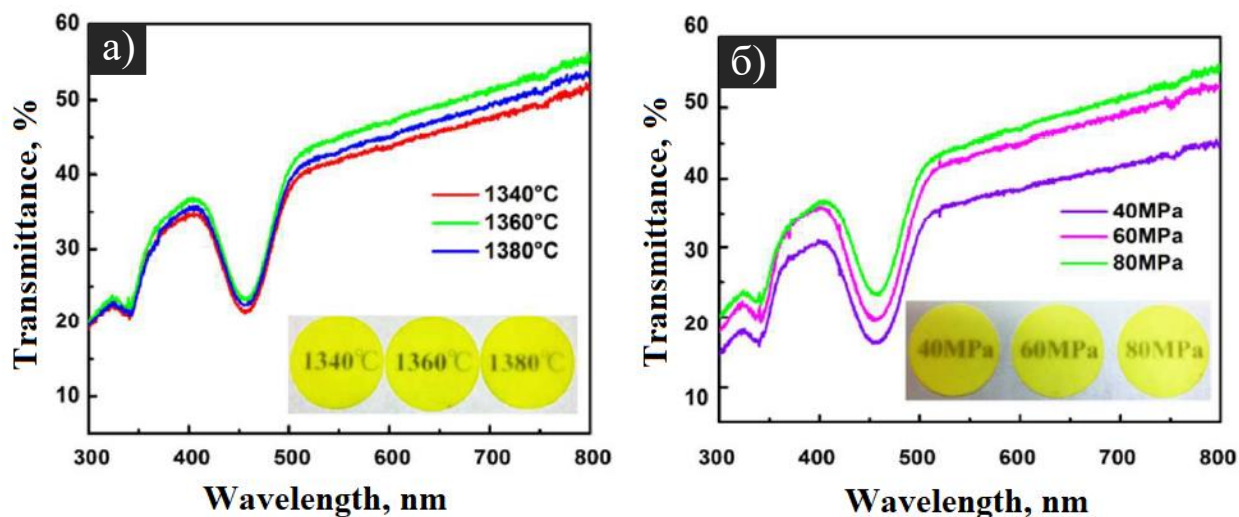


Рисунок 1.8 – Линейное пропускание в зависимости от длины волны для керамики при (а) различных температурах спекания (80 МПа) и (б) различном одноосном прессовании (при температуре 1360 °С) [23]

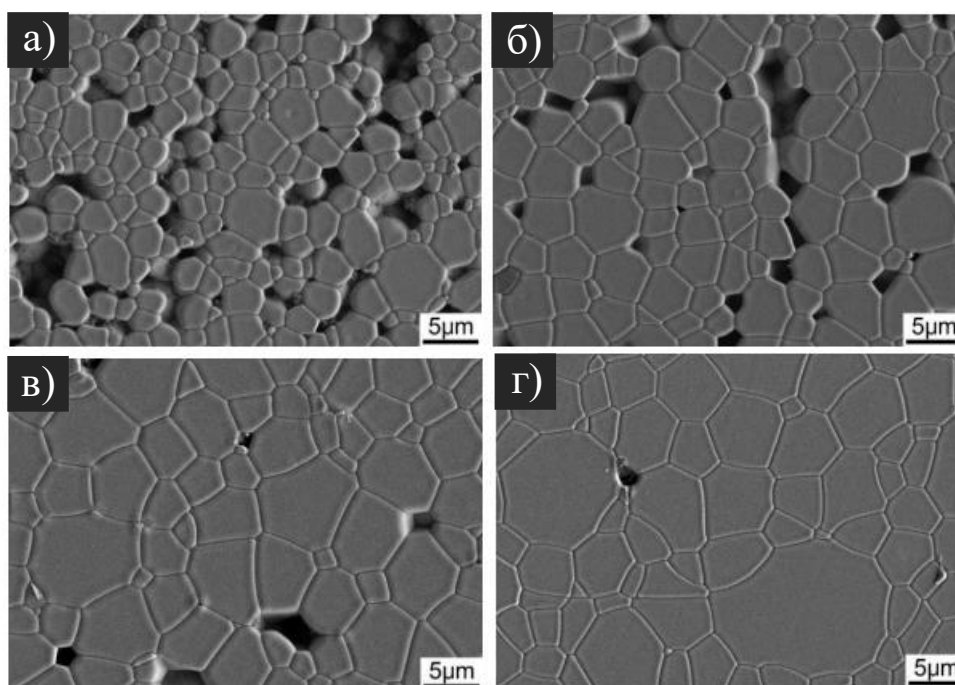


Рисунок 1.9 – FESEM микрофотографии керамики 5% YAG:Tb³⁺, спеченной при а) 1500 °С, б) 1550 °С, в) 1600 °С, г) 1700 °С, в течении 3 ч [7]

Влияние значения температуры спекания на микроструктуру керамики, синтезированную методом твердотельного реактивного спекания, исследовали в

работе [7]. Из рисунка 1.9 видно, что с увеличением температуры спекания средний размер зерен увеличивается от 5.5 до 8.3 мкм (при температурах спекания 1550-1700 °С) и от 9.6 до 10.5 мкм (1700-1775 °С), а количество пор уменьшается. С увеличением температуры спекания, плотность образца увеличивается с 80.5 до 98.8 %. Рост зерен является важным процессом для устранения крупных пор керамики.

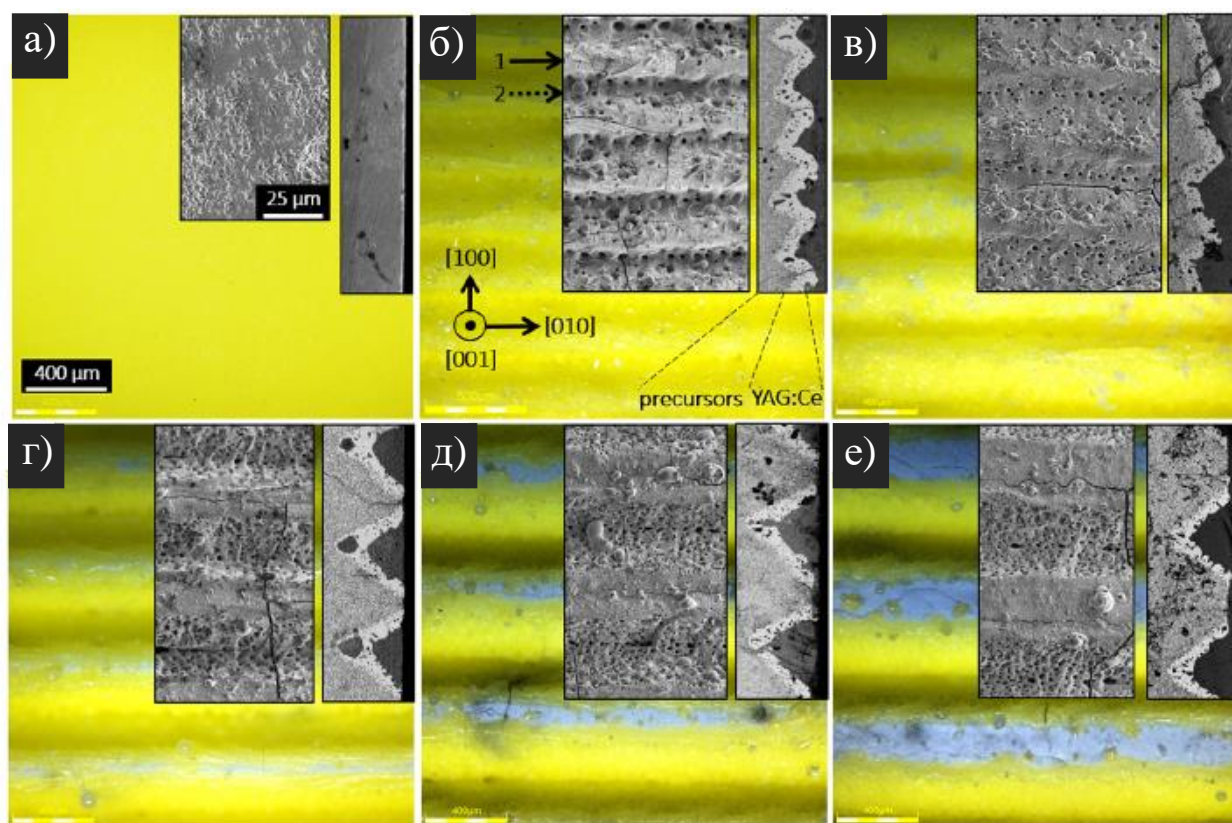


Рисунок 1.10 – Изображения оптического микроскопа образцов, а) изготовленных методом твердотельной реакции и обработанных лазером при различных параметрах штриховки:

б) 0.3 мм, в) 0.4 мм, г) 0.5 мм, д) 0.6 мм, е) 0.7 мм [24]

В работе [24] спекали керамику $YAG:Ce^{3+}$ (концентрация Ce^{3+} 0.05) при помощи CO_2 лазера мощностью 15 Вт. На (см. рисунок 1.10) исследуемых образцах наблюдаются трещины, возникшие в результате быстрой скорости нагрева, и поры, предположительно возникшие в результате испарения жидкости или захваченного воздуха во время охлаждения. Также в результате спекания образовались сферические частицы, размером менее 10 мкм, образование которых можно рассматривать как результат абляции и отвердевания.

Поверхность обработанных лазером образцов $YAG:Ce^{3+}$ демонстрирует сложную волнообразную морфологию дендритов, в то время как образец, синтезированный методом твердотельной реакции, демонстрирует плотную и гладкую поверхность (см. рисунок 1.10, а). Из рисунка 1.10, б – е видно, что с увеличением размера штриховки лазера, большее количество исходного не спечённого порошка остается на образцах. Соответственно, оптимальным размером штриховки является 0.5 мм, соответствующее размеру лазерного пятна, позволяющее избежать остатков исходного порошка на образцах. В результате сравнения ФЛ образцов спеченной лазером керамики и керамики, изготовленной методом твердотельной реакции, наилучшие результаты продемонстрировала керамика (на 40%), спеченная лазером, с размером штриховки лазера 0.3 мм, что, предположительно, должно было быть результатом более шероховатых поверхностей.

1.4 Тепловые характеристики YAG-керамики

Тепловые характеристики являются критическим параметром для люминесцирующей керамики, позволяющие контролировать надежность и эффективность всего устройства. Светоизлучающий диод представляет собой полупроводник, преобразующий электрическую энергию на 20-40 % в видимое излучение и на 80-60% в тепло. Основным источником тепла в светодиоде является безызлучательный процесс рекомбинации и нагревание по закону Джоуля. С ростом температуры эффективность преобразования излучения в светодиодах уменьшается, т. к. при высоких температурах уменьшается излучательная эффективность, что ведет к повышению безызлучательной рекомбинации [25]. Помимо изменения эффективности преобразования излучения у светодиодов изменяется спектральный состав и вольт-амперная характеристика [26].

В работе [27] были получены спектры электролюминесценции, при номинальном токе 400 мА и рабочей температуре 200 °С в течении 100 часов для одного из образцов белого светодиода с YAG-люминофором. При рабочей температуре 200 °С деградация оптической силы образца происходит в течении

первых 20 часов работы. Спектры образцов состоят из синего пика с центром в 456 нм и более широко желтого пика с центром в 560 нм, генерируемого YAG-люминофорами, нанесенными на светодиодный чип (см. рисунок 1.11, а). На рисунке 1.11, а наблюдается уменьшение интенсивности желтого излучения YAG-люминофора и незначительное изменение интенсивности синего излучения, за счет чего спектр излучения белого светодиода смещается в синюю область и его спектральные свойства ухудшаются. Также в работе продемонстрирована деградация YAG-люминофора при высоких температурах работы, что выражается в равномерном потемнении белого эпоксидного материала вне области чипа (см. рисунок 1.11, б). Поэтому авторы работы считают, что ухудшение спектральных свойств светодиодов объясняется потемнением люминофоров.

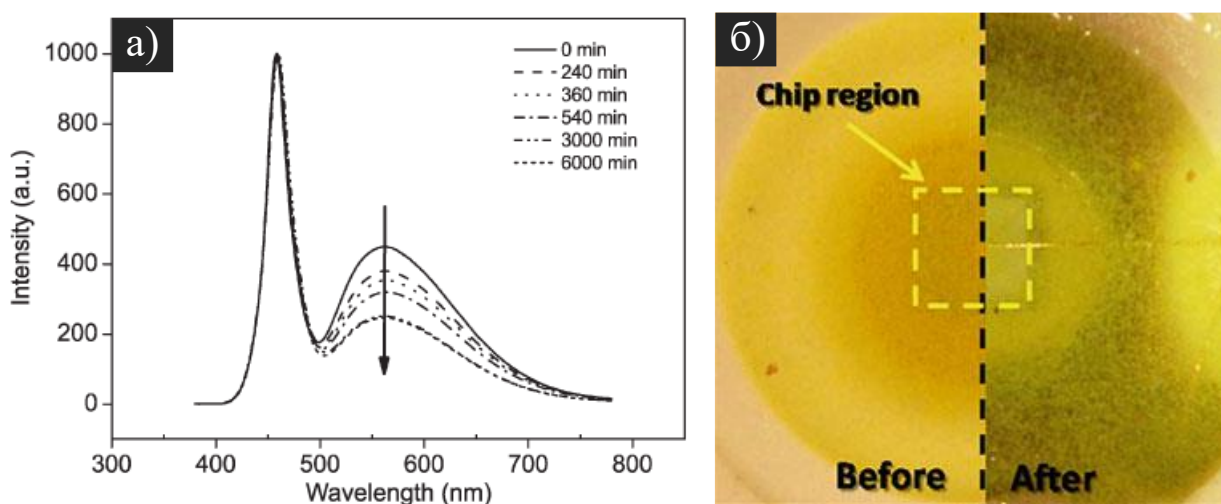


Рисунок 1.11 – а) спектры электролюминесценции белого светодиода при температуре 200 °С, б) оптическая микрофотография эмиссионной области одного из анализируемых образцов до и после работы при высоких температурах [27]

Для устранения данного недостатка было предложено использование керамики и стеклокерамики, благодаря их более высокой термостойкости, теплопроводности и эффективности [28].

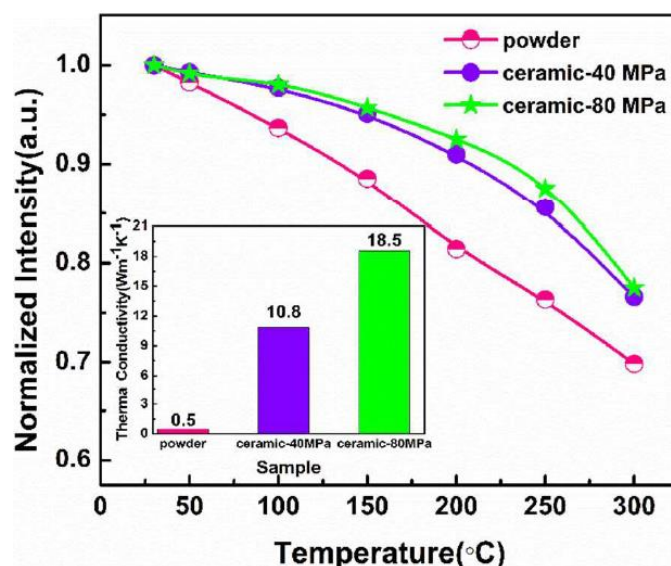


Рисунок 1.12 – Значения теплопроводности и термостойкость порошка люминофора и люминесцирующей керамики при различных значениях давления прессования [23]

Образцы люминесцирующей керамики $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG:Ce}$ из работы [23], характеризуются высокой теплопроводностью $18.5 \text{ Вт}\cdot\text{м}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$, в то время как теплопроводность порошка люминофора составляет $0.5 \text{ Вт}\cdot\text{м}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$. Соответственно, теплопроводность керамики в 37 раз выше, чем у порошка люминофора. Как показано на рисунке 1.12 интенсивность фотолюминесценции (ФЛ) порошка люминофора демонстрирует непрерывный спад при повышении температуры от 30 до 300 °С, что вызвано фотоионизацией (термически активированный процесс переноса электрона в зону проводимости). Термостойкость керамики при 250 °С выше на 12-15%, чем у порошка люминофора (см. рисунок 1.12). Также авторы работы считают, что значение теплопроводности зависит от пористости спеченного тела, поскольку поры эффективно удерживают тепло.

Известны работы, где предлагают обжигать кремний (silica) вместе с YAG:Ce^{3+} порошком для изучения фотолюминесцентного термического тушения. Результаты показали, что в допированной кремнием люминофорной керамике YAG:Ce^{3+} увеличивается квантовая эффективность на 15%, а также увеличивается термическая стойкость на 10% при 150 °С (см. рисунок 1.13). Улучшение термической стойкости объясняется более

плотной микроструктурой и увеличением энергии термической активации за счет замены Al в кристалле на Si [29].

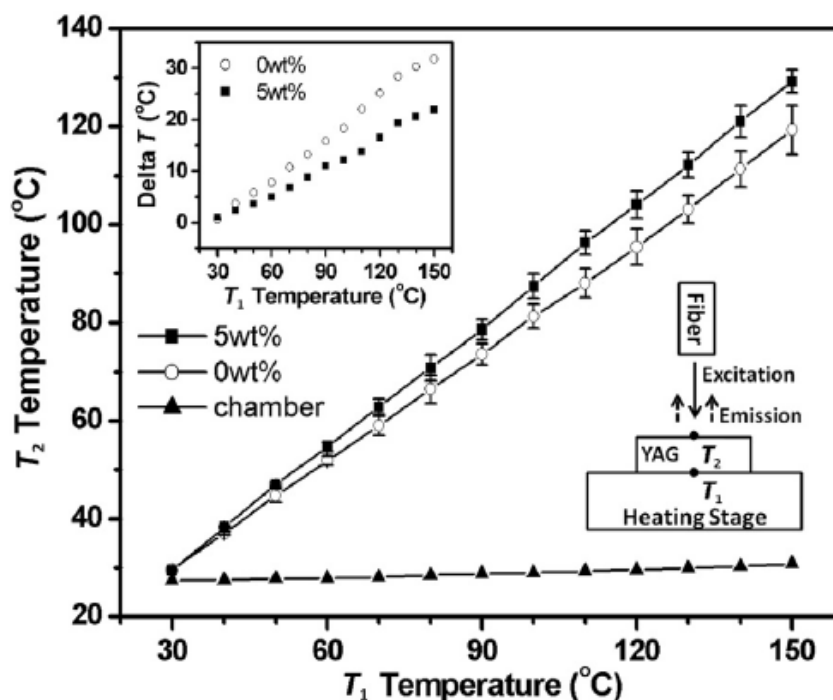


Рисунок 1.13 – Температура поверхности T_2 (YAG:Ce³⁺) без кремния (○) и с 5% (■) кремния на стадии нагрева T_1 . Нижняя правая вставка – конфигурация двух термопар, ступени нагрева образцов и оптического волокна [29]

1.5 Конструкции излучателей на основе YAG-керамики

Неорганические светодиоды обладают высокой энергетической эффективностью, низким энергопотреблением, широким диапазоном контролируемых цветовых и эксплуатационных температур, высокой ударопрочностью и производительностью (например, сверхвысокое время отклика), являются экологически чистыми продуктами (отсутствие ртути, невысокое УФ излучение) с длительным сроком службы, а также предлагают возможность реализации гибких дизайнерских решений [30]. В настоящее время в конструкциях большинства коммерческих световых приборов люминофор смешивается с компаундом и наносится на светоизлучающий диод. Недостатками неорганических люминофоров, помещенных в компаунд, является плохая термическая стабильность, невысокая эффективность преобразования излучения и деградация люминесцентных характеристик компаунда со временем использования. Для предотвращения данных недостатков был изучен новый тип

белого светодиода с использованием в качестве преобразователя излучения люминесцентной керамики. Керамика обладает такими преимуществами, как высокая механическая прочность, длительный срок службы, компактность, высокая термоустойчивость (от космического холода до температур плазмы в соплах ракетных двигателей), возможность реализации любой формы и способность выдерживать высокие потоки ионизирующего излучения [30, 31].

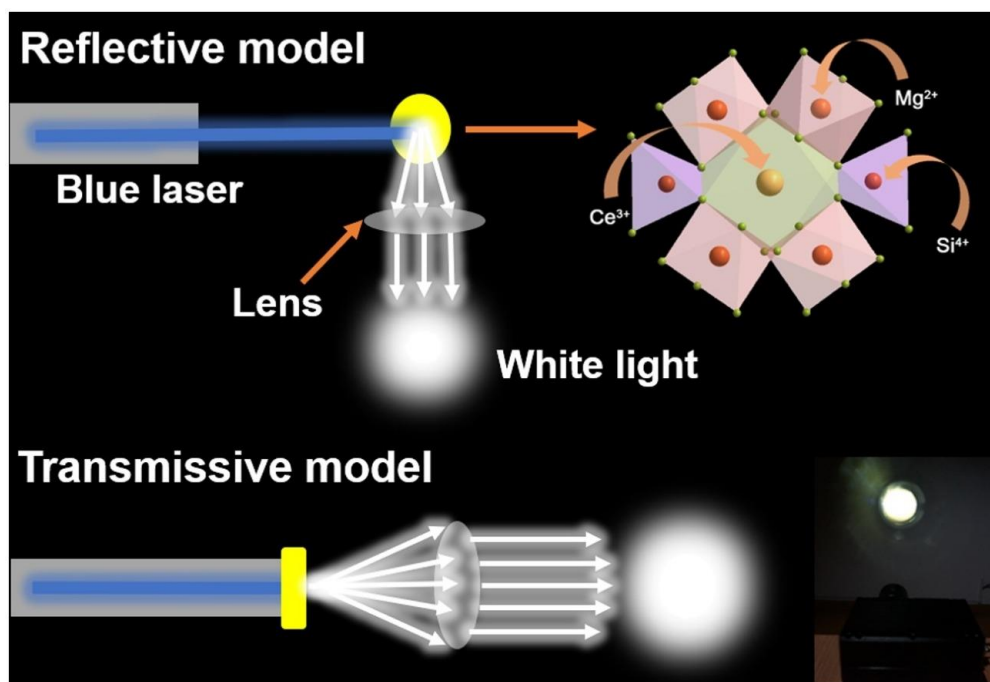


Рисунок 1.14 – Схемы отражающего и пропускающего режимов работы излучателя на основе керамики $YAG:Ce^{3+}$ [33]

В работе [33] представлены прототипы белых светодиодов, работающих на отражении и на пропускании, где в качестве преобразователей излучения используются керамические люминофоры $YAG:Ce^{3+}$ (см. рисунок 1.14). Для повышения светоотдачи, дефекты и структуру керамики контролируют добавлением наноразмерных MgO и SiO_2 (сбалансированные по заряду $Mg^{2+}-Si^{4+}$ заменяют $Al^{3+}-Al^{3+}$). При введении MgO и SiO_2 коэффициент пропускания $YAG:Ce^{3+}$ (толщина 1 мм) увеличился с 13% до 70% за счет контроля пор. Также в исследовании добавляли Al_2O_3 для усиления поглощения синего света, в результате чего была получена световая отдача 185.7 лм/Вт, что намного выше значения (137 лм/Вт), о котором сообщалось ранее.

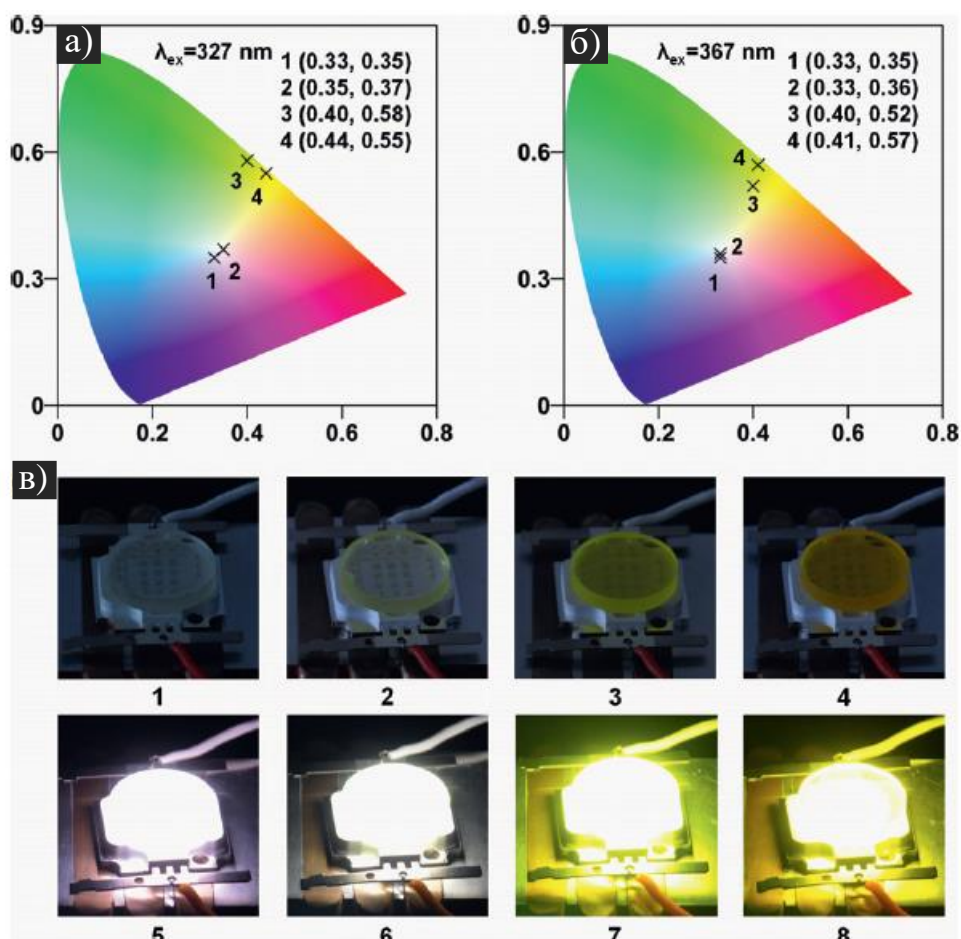


Рисунок 1.15 – CIE-диаграмма образцов $(Dy_{0.03}Ce_xY_{0.97-x})_3Al_5O_{12}$ при различных длинах волн возбуждения: а) $\lambda_{ex} = 327$ нм, б) $\lambda_{ex} = 367$ нм. в) Прозрачная керамика и УФ-светодиод. Метки 1, 2, 3 и 4 соответствуют образцам с $x = 0, 0.0001, 0.001$ и 0.01 . Метки 5, 6, 7 и 8 соответствуют тем же образцам, возбужденным УФ-светодиодом (365 – 370 нм) [32]

Во множестве работ, где исследуется прозрачная керамика в качестве люминофоров для белых светодиодов, используются простые конструкции излучателей на основе COB-светодиодов или светодиодных матриц (см. рисунок 1.15, в), где прозрачная керамика устанавливается сверху [18, 33]. Результаты работы [32] показывают, что цветовые координаты тесно связаны с концентрацией Ce^{3+} и длиной волны возбуждения. По мере увеличения концентрации Ce^{3+} цвет люминесценции менялся с белого на желтый из-за переноса энергии между Dy^{3+} и Ce^{3+} . У образцов с метками 1 и 2 при возбуждении 367 нм, были получены цветовые координаты близкие к теоретической точке белого света.

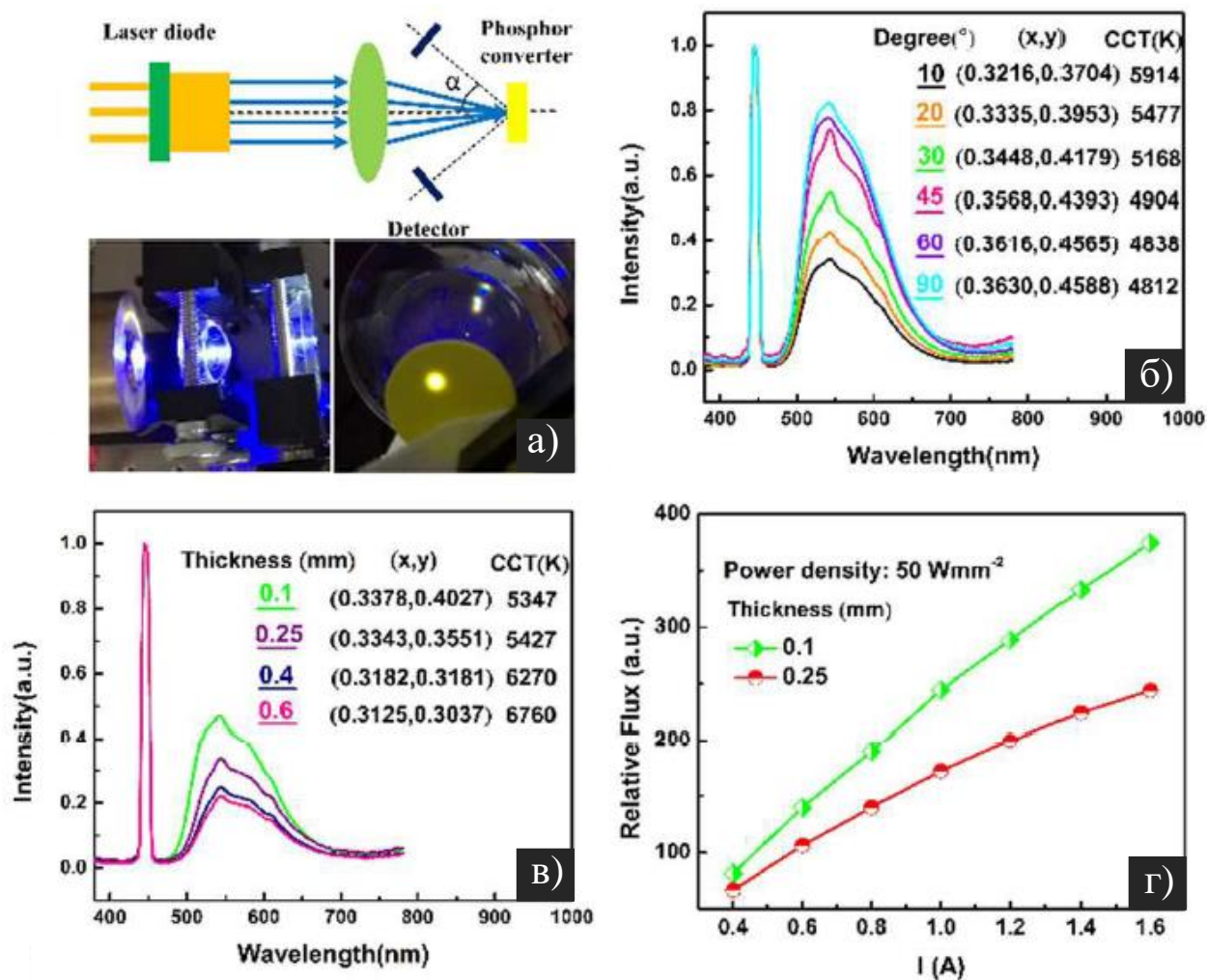


Рисунок 1.16 – а) излучатель; спектры ФЛ, координаты цветности и цветовые температуры под разными углами измерения б) от 10 до 90 ° (при толщине керамики 0.1 м) и в) с различной толщиной от 0.1 до 0.6 мм при фиксированном угле измерения 10 °; г) оценка насыщения люминесценции при высокой плотности мощности 50 Вт·мм⁻² [23]

В работе [23] образец керамики Al₂O₃-YAG:Ce толщиной 0.1 мм облучили мощным синим лазером 45 Вт, в результате чего получен, при коррелированной цветовой температуре 5200 К, световой поток 2000 лм. Излучатель работает на отражении, где угол измерения (α) можно регулировать (см. рис. 1.16, а).

Выводы по Главе 1

В результате проведенного литературного обзора на тему исследования, выявлена принципиальная возможность улучшения оптических и излучательных свойств люминесцентной керамики за счет введения допантов и изменения условий изготовления. Наиболее распространенными допантами для люминесцентной YAG-керамики являются редкоземельные ионы Ce^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} и Eu^{3+} .

Стоит отметить следующие закономерности, влияющие на оптические и структурные свойства керамики:

- при высоких концентрациях допантов, наблюдается уменьшение интенсивности излучения, что связано с концентрационным тушением (например, $> 5\% \text{Tb}^{3+}$ или $> 1\% \text{Eu}^{3+}$);
- при увеличении температуры спекания ($1550 - 1775 \text{ }^\circ\text{C}$), размер зерен (с 5.5 до 10.5 мкм) и плотность керамики (с 80.5 до 98.8 %) увеличивается, что важно для устранения пор;
- при увеличении толщины керамики интенсивность возбуждающего излучения уменьшается, а интенсивность излучения увеличивается, за счет чего можно варьировать параметры излучателей на основе люминесцентной керамики;
- при увеличении давления прессования коэффициент пропускания керамики увеличивается (при 80 Мпа до 55%);
- требуется устранять поры из керамики, т. к. они удерживают тепло, а также являются основными центрами оптического рассеяния.

Выявлена научная проблема, выражающаяся в деградации коммерческих люминофоров, помещенных в компаунд, в конструкциях современных светодиодных приборов при высоких температурах работы ($\sim 200^\circ\text{C}$). Люминесцентная керамика обладает теплопроводностью в 37 раз больше и термостойкостью на 12-15% выше, чем у люминофоров.

Рассмотрены конструкции излучателей белого света на основе люминесцентной YAG-керамики.

Глава 2. Изготовление исследуемых образцов и методика эксперимента

2.1 Состав и технология получения YAG:Ce керамики переменного состава

Существует множество методов синтеза порошков люминофоров на основе YAG, из которых в дальнейшем изготавливается керамика: твердотельный метод синтеза, лазерная абляция, золь-гель метод, гидротермальный синтез, метод соосаждения и др. Наибольшее распространение, благодаря своей простоте, получил метод твердофазного синтеза. Актуальным также является использование метода ультразвукового прессования (УЗ-компактирования), не требующего больших затрат, не использующего потенциально загрязняющих пластификаторов и позволяющее получать керамику с равномерной плотностью и минимальной остаточной пористостью. В работе [34] сообщается о том, что при изготовлении керамики методом УЗ-компактирования увеличивается относительная плотность образцов, уменьшается размер пор и увеличивается размер зерен.



Рисунок 2.1 – Схема изготовления керамики методом твердофазного синтеза:

1 – порошок люминофоров; 2 – автоматический пресс; 3 – печь; 4 – керамика

В качестве исходного порошка для образцов YAG-керамики, изготовленных методом УЗ-компактирования, использовали однородную механическую смесь химически чистых реагентов Al_2O_3 , Y_2O_3 , CeO_2 (Чунцин, Китай). Порошок люминофора формовали методом холодного статического одноосного прессования на автоматическом прессе ИП-500 «АВТО» (ЗИПО, Россия) под одновременным воздействием УЗ при давлении 50-800 Мпа. Мощность УЗ главного генератора составляла 800 Вт. Спекание YAG-керамики проводилось в высокотемпературной печи ЛНТ 02/18 (Германия) в воздушной атмосфере при температуре 1550-1700 °С с регулируемой скоростью нагрева и

охлаждения 200 °С/мин. Время выдержки при заданной температуре спекания составило 8 часов. В результате чего была получена YAG-керамика высотой 1.9 мм и диаметром 8.5 мм. Плотность оценивали, используя закон Архимеда, измеряя массу и линейные размеры керамических образцов. Дальнейшие исследования керамики проводились после механической полировки торцевых поверхностей на шлифовально-полировальной системе EcoMet 300 Pro (Германия) с использованием алмазных суспензий Kemix (Россия).

Применение запатентованного в Томском политехническом университете способа УЗ-компактирования ранее не изучалось для получения компактов на основе гранатовых люминофоров (см. рисунок 2.2). Научный интерес представляет изучение влияния параметров УЗ-компактирования на равномерность распределения плотности и пор по объему компакта, так как на данном этапе закладываются основные свойства керамики.

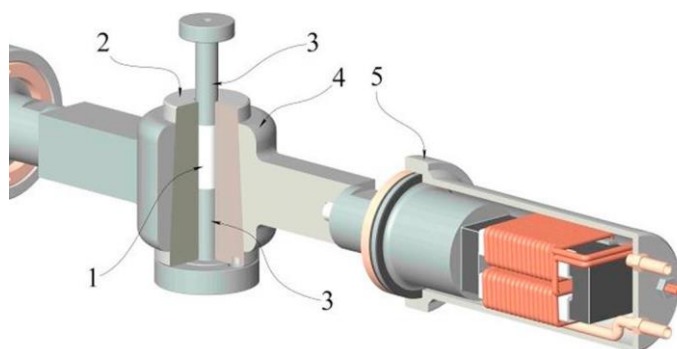


Рисунок 2.2 – Устройство для ультразвукового прессования:

- 1 – образец порошка; 2 – матрица; 3 – пуансоны; 4 – волновод;
5 – магнитострикционный преобразователь [34]

Для изготовления YAG-керамики переменного состава использовался тот же исходный порошок. В качестве порошков допантов были использованы химически чистые оксиды редкоземельных элементов: CeO_2 , Eu_2O_3 , Tb_4O_7 , Dy_2O_3 (ЧУИН, Китай). Смешивание порошковых компонентов осуществляли в два этапа. Сначала сухое смешивание проводили в агатовой ступке в течение 1 часа, затем мокрое ультразвуковое смешивание в этаноле с использованием ультразвуковой ванны ГРАД 28-35 (ГРАД-Технолоджи, Россия), так же, в течение 1 часа. Полученные смеси состава YAG + 1 wt.% ReO ($\text{ReO} = \text{CeO}_2$,

Eu₂O₃, Tb₄O₇, Dy₂O₃) сушили на воздухе при температуре 120 °С до полного испарения влаги. Формование порошковых компактов осуществлялось при давлении 400 МПа, спекание при температуре 1650 °С с аналогичной изготовлению образцов с УЗ-компактированием скоростью нагрева и остывания, а также выдержкой спекания.

2.2 Анализ фазового состава и микроструктуры

Определение фазового состава и структуры исследуемых материалов проводили методами рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа при помощи рентгеновского дифрактометра XRD-7000S (Shimadzu, Япония), в диапазоне углов 2θ от 10° до 90 ° с шагом 0.02° и экспозицией на каждую точку – 2 секунды. Принципиальная схема дифрактометра приведена на рисунке 2.3

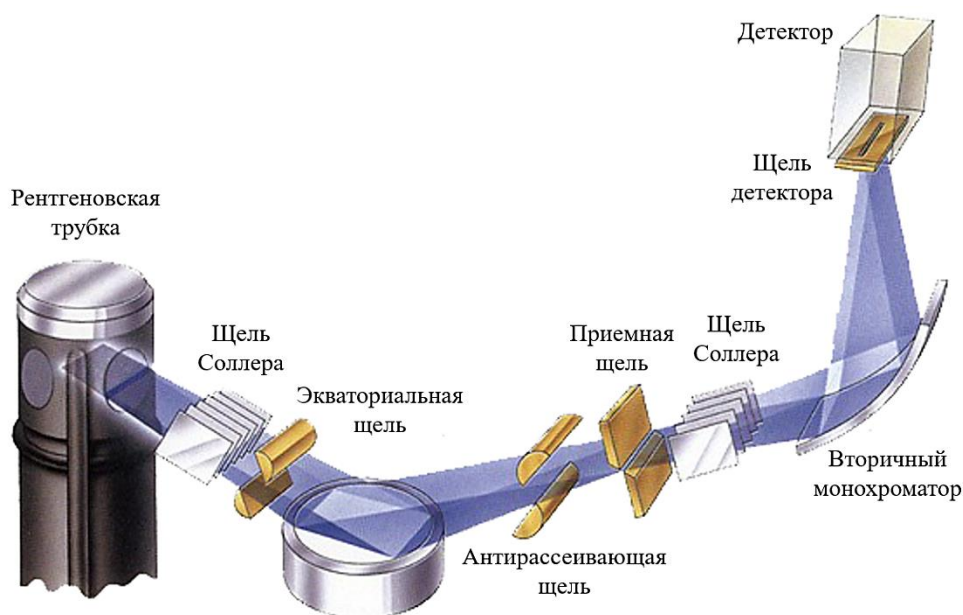


Рисунок 2.3 – Принципиальная схема рентгеновского дифрактометра

Представленная схема располагается на гониометре, системе точной установки и отслеживания угла рентгеновского излучения по отношению к поверхности образца. Одно плечо гониометра задает угол облучения образца рентгеновской трубкой, другое определяет угол Брэгговского отражения излучения от образца. Детектор непрерывно во времени регистрирует интенсивность отражённого излучения.

Качественный анализ фазового состава выполнен с использованием международной кристаллографической базы данных «PDF-4».

2.3 Анализ морфологии и элементного состава

Исследование морфологии зерен YAG:Ce³⁺ керамики и элементный состав определяли методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на установке JSM-7500F (Shimadzu, Япония). Исследуемые образцы помещались в вакуумную рабочую камеру микроскопа, на них направлялся поток электронов, отраженные от образца электроны различной энергии улавливались специальными детекторами, полученная информация обрабатывалась специальным программным обеспечением.

Данные, полученные в результате проведения микроскопии, использовались для первичной оценки структурных элементов исследуемых образцов YAG:Ce³⁺ керамики, а также изучения морфологических и опиколюминесцентных характеристик.

2.4 Энергетическая эффективность излучения YAG:Ce³⁺ керамики

Измерения интегральной эффективности осуществлялось с использованием интегрирующего фотометрического шара с отверстиями для установки образца и источника возбуждения (чип с плотностью потока 16700 мкВт/см² в полосе на $\lambda_{\max} = 447$ нм в плоскости размещения керамики).

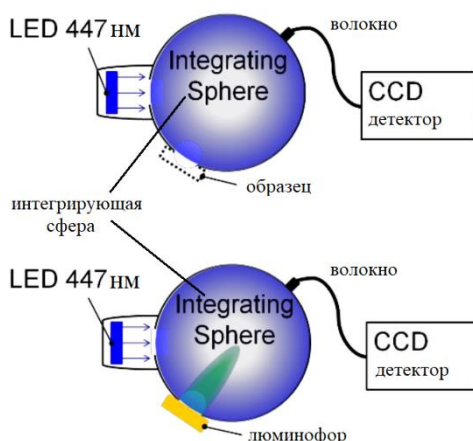


Рисунок 2.4 – Измерение интегральных характеристик свечения

Измерение интенсивности излучения в плоскости выходного отверстия шара, равной интегральной энергетической освещенности $E_{\text{ш}}$, осуществлялось с

использованием калиброванного спектрофотометра AvaSpec-ULS3648. Спектрофотометр отражает на дисплее, связанного с ним ноутбука, спектр излучения в виде зависимости спектральной плотности излучения от длины волны в мкВт/нм и интегральное значение потока во всей измеряемой области спектра. Выполнялись два измерения: измерялся полный спектр энергетической освещенности в плоскости поверхности шара и ее интегральное по спектру значение $E_{\text{шп}}$, затем то же, но через светофильтр ЖС 18. В первом случае измерялась энергетическая освещенность поверхности шара излучением чипа и керамики, во втором только люминесцентной керамикой – $E_{\text{л}}$.

Энергетическая освещенность поверхности шара связана с потоком источника излучения соотношением (2.1):

$$E_{\text{шп}} = \frac{1}{4\pi r^2} \Phi_{\text{п}} \frac{\rho}{1-\rho} \quad (2.1)$$

$$E_{\text{л}} = \frac{1}{4\pi r^2} \Phi_{\text{л}} \frac{\rho}{1-\rho} \quad (2.2)$$

Коэффициент отражения ρ внутренней поверхности шара есть величина постоянная в области спектра 420-600 нм. В этой области измеряются потоки излучения чипа и керамики. Из (2.1), (2.2) следует, что

$$\eta_{\text{э}} = \frac{\Phi_{\text{л}}}{\Phi_{\text{в}}} = \frac{\Phi_{\text{л}}}{\Phi - \Phi_{\text{л}}} = \frac{E_{\text{л}} 4\pi r^2 \frac{1-\rho}{\rho}}{E_{\text{шп}} 4\pi r^2 \frac{1-\rho}{\rho} - E_{\text{л}} 4\pi r^2 \frac{1-\rho}{\rho}} = \frac{E_{\text{л}}}{E_{\text{шп}} - E_{\text{л}}} \quad (2.3)$$

Образцы подготавливались таким образом, чтобы площадь поверхности была $\sim 1 \text{ см}^2$. Керамика с постоянно одинаковыми размерами площади помещалась в фотометрический шар и накрывалась стеклом марки КУ-10.

Предварительно были промерены спектры отражения и пропускания данных стекол. Стекла ручной обработкой были приведены к одинаковым спектральным коэффициентам пропускания и отражения. При измерениях обычно использовались следующие режимы питания: ток 300 мА, напряжение – 3В.

2.5 Методика импульсной катодOLUMИНЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С НАНОСЕКУНДНЫМ ВРЕМЕННЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ

Исследования характеристик свечения исследуемых образцов керамики проводилось на импульсном оптическом спектрометре, на базе ускорителя электронов ГИН-600. Импульсный спектрометр позволяет проводить измерения спектрально-кинетических параметров люминесценции оптических материалов после возбуждения СЭП или импульсами лазерного излучения, а также при последовательном электронном и лазерном возбуждении.

Возбуждение материалов осуществляется в вакууме при давлении остаточных газов 10^{-4} Па. Технические возможности спектрометра: спектральная область измерений – 200...1200 нм; временное разрешение – ~7 нс; температурный диапазон измерений – 12,5...700 К; длительность импульса тока электронов – 2-10 нс; плотность тока пучка электронов – 0,1...1000 А/см²; максимальная энергия электронов – 400 кэВ, средняя – 0,25 МэВ.

В качестве источника возбуждения был использован импульсный ускоритель электронов прямого действия. Ускоритель состоит из ГИНа, собранного по схеме Аркадьева-Маркса, вакуумного диода, блока питания и выносного пульта управления. Ускоренные в промежутке катод-анод электроны через металлическую сетку анода выводятся в криостат и облучают образец. Рассеяние электронов, необходимое для равномерного облучения образцов, достигается размещением на пути пучка алюминиевой фольги толщиной ~30 мкм. Изменение флюенса электронов в широком диапазоне осуществляется применением набора располагающихся на пути пучка калиброванных диафрагм.

Общий вид спектрометра показан на рисунке 2.5. Исследуемый образец (4) помещается в пазы медного кристаллодержателя и прижимается к полированной поверхности. Образец облучается электронным пучком ускорителя (1) через прикрепленные к экранам и держателю тонкие алюминиевые фольги.

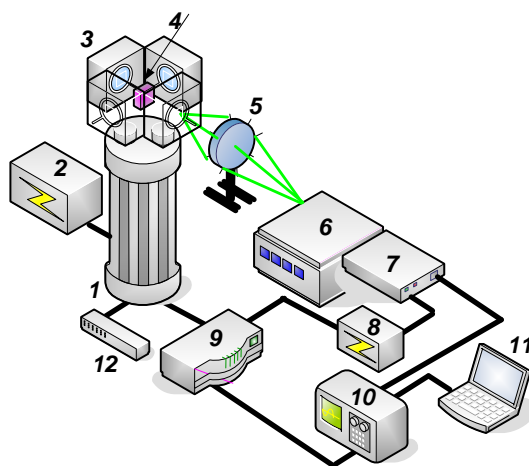


Рисунок 2.5 – Блок схема импульсного оптического спектрометра

1– импульсный наносекундный сильноточный ускоритель электронов; 2 – блок питания ускорителя; 3- измерительная камера; 4 - исследуемый образец; 5 – линзовая система; 6 – монохроматор; 7 – фотоэлектронный умножитель; 8- блок питания фотоэлектронного умножителя; 9 – генератор импульсов ГИ-1 10 – осциллограф; 11 – ПК; 12 – пульт управления

Свет от образца (4) с помощью системы кварцевых линз (5) фокусируется на входную щель монохроматора (6). Излучение, прошедшее через монохроматор (6), регистрируется ФЭУ (7). Электрический сигнал с ФЭУ подается на цифровой осциллограф (10). Срабатывание блоков спектрометра происходит в следующей последовательности: с пульта управления (12) производится включение блока питания ускорителя (2); при достижении заданного зарядного напряжения на ступенях ГИНа с блока питания выдаётся импульс на запуск многоканального генератора импульсов ГИ-1 (9); генератор запускает ускоритель электронов (1). Регулировка задержек управляющих импульсов с ГИ-1 позволяет включать все элементы спектрометра в любой последовательности.

Спектры люминесценции восстанавливались из осциллограмм изменения интенсивности свечения $I(t)$ образцов со временем при различных длинах волн после облучения единичным импульсом электронов. Измеренная кинетика затухания оцифровывалась и анализировалась.

При измерении сигналов с наносекундными фронтами сопротивление входа регистрирующего устройства (осциллографа) должно быть согласовано с волновым сопротивлением соединительных кабелей и разъемов, т.е. необходимо применение низкоомных согласующих сопротивлений (≈ 50 Ом). Напряжение, подаваемое в импульсе на ФЭУ, регулируется в пределах 1-2 кВ. Линейность ФЭУ контролировалась по изменению анодного тока в зависимости от освещенности катода. Регистрация кинетики затухания люминесценции в диапазоне времен 10^{-5} – 10^{-1} с, проводилась с помощью ФЭУ, запитываемых постоянным напряжением.

Погрешность измерения люминесценции в значительной мере зависит от нестабильности параметров электронного пучка, разброс которых составляет 5-10%. Определенное влияние оказывают высокочастотные шумы измерительной аппаратуры и ускорителя.

Параметры кинетики затухания определялись из анализа зависимости $I(t)$. Проводился анализ кинетики на порядок (кинетика первого порядка – экспоненциальная, второго порядка, как правило, гиперболическая). Многокомпонентные кинетики разлагались на элементарные составляющие и определялись параметры затухания каждой. Погрешность составляет около 10%.

2.6 Регистрация спектров ИКЛ

на базе оптоволоконного спектрометра AvaSpec Avantes

Регистрация интегральных спектров свечения ИКЛ осуществлялась оптоволоконным спектрометром AvaSpec-2048. Измерительный модуль AvaSpec-2048 высокочувствительного спектрофотометра построен на базе AvaBench-75 платформы с симметричной оптической скамьей Черни-Тёрнера и 2048 элементной CCD детекторной матрицы, работающей в спектральном диапазоне 200 – 1100 нм с обратной линейной дисперсией 1.2 нм/мм.

Измерение интегральных спектров свечения при импульсном электронном возбуждении осуществлялось в следующей последовательности (рисунок 2.6):

1. После закрепления образца (4) в держателе, откачки воздуха из измерительной камеры (3) производится запуск ускорителя (1).

2. Непосредственно перед выходным окошком измерительной камеры на оптической оси, располагается кварцевое оптоволокно (5) которое с помощью SMA стандартного коннектора соединено с входным разъемом спектрометра AvaSpec 2048.

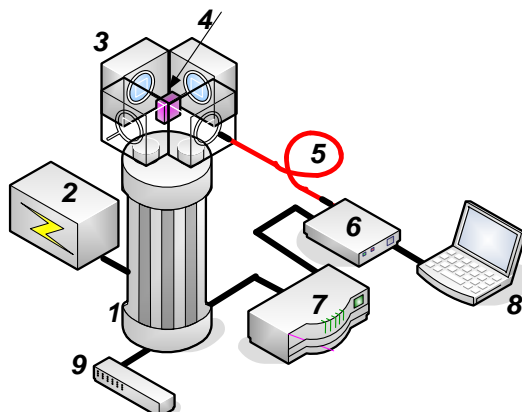


Рисунок 2.6 – Блок схема установки для измерений интегральных спектров «за один импульс»: 1– импульсный наносекундный сильноточный ускоритель электронов; 2 – блок питания ускорителя; 3 – измерительная камера; 4 – исследуемый образец; 5 – кварцевое оптоволокно; 6 – спектрометр AVANTES AvaSpec 2048; 7 – генератор импульсов ГИ – 1; 8 – ПК; 9 – пульт управления

3. Запуск спектрофотометра осуществлялся после запуска ускорителя. Синхронизация осуществляется с помощью внешнего генератора импульсов ГИ-1 (7), спектрометр ожидает внешнего триггерного импульса и начинает измерение после получения внешнего триггерного сигнала с временной задержкой перед началом сканирований, величина которой определяется пользователем. В этом случае, спектрометр будет ожидать нового внешнего триггерного импульса для каждого последующего измерения.

4. Образец облучается импульсом ускоренных электронов и в нем накапливается определенное количество поглощающих излучение дефектов (центров окраски), реализуются процессы люминесценции.

5. Свечение регистрируется в предварительно заданном с помощью программного обеспечения «временном окне» (от 1 мс до 60 сек.). В спектрометрах AvaSpec, построенных на базе платформы USB2, реализована

возможность задания времени запаздывания начала измерения, относительно момента вспышки источника излучения или импульса лазера. Таким образом, можно установить время запаздывания старта измерения относительно внешнего сигнала.

6. 2048-ми элементный профиль спектрального распределения с CCD детекторной матрицы снимается микропроцессором, управляемой электронной платой спектрофотометра и по интерфейсу USB передаётся в ПК, где с помощью специального программного обеспечения, полученные спектральные данные отображаются в режиме реального времени.

2.7 Методика исследования температурных зависимостей люминофоров

Для исследования влияния температуры на фотолюминесцентные свойства керамики использовался стенд, приведенный на рисунке 2.7.

Порядок проведения эксперимента заключался в следующем: образец керамики помещался между двумя кварцевыми пластинками размером 3 x 6 мм. Исследуемый образец керамики помещался в печь, где проводился отжиг. Отжиг керамики проводился при последовательном изменении температуры от 50°C до 125°C в течение 200 минут с шагом 25°C. Через каждые 30 минут керамика облучалась излучением светодиода ($\lambda=447$ нм). Излучение светодиода попадало на исследуемую керамику, люминесценция регистрировалась спектрометром Avantes – 3648 с последующей обработкой полученных спектров.

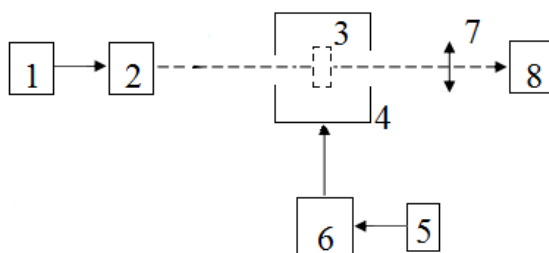


Рисунок 2.7 – Блок-схема стенда для исследования температурных характеристик: 1 – блок управления СИД 2 – СИД; 3 – исследуемый объект; 4 – печь; 5 – мультиметр; 6 – блок управления печью; 7 – линза; 8 – спектрометр

Глава 6. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Введение

Основная цель данного раздела – оценить перспективность развития и планировать финансовую и коммерческую ценность конечного продукта, представленного в рамках исследовательской работы. Коммерческая ценность определяется не только наличием более высоких технических характеристик над конкурентными разработками, но и тем, насколько быстро разработчик сможет ответить на следующие вопросы – будет ли продукт востребован на рынке, какова будет его цена, каков бюджет научного исследования, какое время будет необходимо для продвижения разработанного продукта на рынок.

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- оценка коммерческого потенциала разработки;
- планирование научно-исследовательской работы;
- расчет бюджета научно-исследовательской работы;
- определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

В данной работе проведено комплексное спектроскопическое исследование характеристик люминесцентной керамики на основе предварительно синтезированных гранатовых люминофоров, активированных редкоземельными ионами (Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} , Ce^{3+}) и образцов YAG-керамики, изготовленных методом УЗ-прессования с последующим атмосферным спеканием. На практике исследуемая YAG-керамика может применяться в светотехнической инженерии в качестве преобразователя энергии излучения (наружное и внутреннее освещение, источники света с управляемым спектром, автомобильная светотехника), детектирующих системах (охрана, медицина, радиационный контроль), лазерных технологиях (в качестве активных сред), в качестве сцинтилляторов и др.

6.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

6.1.1 Анализ конкурентных технических решений

В ходе исследования были рассмотрены две конкурирующие разработки о преобразователях энергии излучения в источниках белого света:

- 1) люминесцентная YAG-керамика, допированная редкоземельными ионами;
- 2) неорганические люминофоры, помещенные в компаунд.

Детальный анализ необходим, т.к. каждый тип преобразователя имеет свои достоинства и недостатки. В таблице 6.1 показано сравнение разработок конкурентов и разработки данного НИ с точки зрения технических и экономических критериев оценки эффективности.

Таблица 6.1 – Сравнение конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б _ф	Б _{к1}	К _ф	К _{к1}
1	2	3	4	6	7
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Актуальность исследования	0.12	5	4	0.60	0.48
2. Ударопрочность	0.15	5	3	0.75	0.45
3. Стабильность соединения с подложкой	0.11	4	5	0.44	0.55
4. Простота изготовления	0.05	3	5	0.15	0.25
5. Эффективность работы	0.13	5	3	0.65	0.39
6. Безопасность	0.08	5	5	0.40	0.40
Экономические критерии оценки эффективности					
7. Цена сырья	0.09	3	5	0.27	0.45
8. Предполагаемый срок эксплуатации	0.18	5	3	0.90	0.54
9. Финансирование научной разработки конкурентных товаров и разработок	0.09	4	3	0.36	0.27
Итого	1.00	39	36	4.52	3.78

Расчет конкурентоспособности, на примере стабильности срабатывания, определяется по формуле, представленной ниже.

$$K_{\Phi} = \sum B_i \cdot \text{Б}_i = 0.12 \cdot 5 + 0.15 \cdot 5 + \dots + 0.09 \cdot 4 = 4.52$$

$$K_{K1} = \sum B_i \cdot \text{Б}_i = 0.12 \cdot 4 + 0.15 \cdot 3 + \dots + 0.09 \cdot 3 = 3.78$$

В формуле расчета конкурентоспособности: K – конкурентоспособность проекта; B_i – вес показателя (в долях единицы); Б_i – балл показателя.

Проведенный анализ конкурентных технических решений показал, что исследование является наиболее актуальным и перспективным, имеет конкурентоспособность.

6.1.2 SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды проекта, в этой работе проведен SWOT-анализ с детальной оценкой сильных и слабых сторон исследовательского проекта, а также его возможностей и угроз.

Первый этап, составляется матрица SWOT, в которую описаны слабые и сильные стороны проекта и выявленные возможности и угрозы для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде, приведены в таблице 6.2.

Таблица 6.2 – Матрица SWOT-анализа

Сильные стороны	Слабые стороны
С1. Высокая термоустойчивость и эффективность преобразования излучения.	Сл1. Сложный процесс изготовления
С2. Высокая ударопрочность продукции.	
С3. Более свежая информация, которая была использована для разработки проекта.	Сл2. Эксперименты имеют большие погрешности и неопределенности.
С4. Экологичность технологии.	Сл3. Вероятность получения брака.
С5. Квалифицированный персонал.	
Возможности	Угрозы
В1. Использование оборудования ИШНПТ ТПУ.	У1. Снижение стоимости разработок конкурентов.
В2. Появление потенциального спроса на новые разработки.	
В3. Внедрение технологии в аэрокосмической области.	У2. Появление зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок.
В4. Внедрение на мировой рынок, экспорт за рубеж.	

На втором этапе на основании матрицы SWOT строятся интерактивные матрицы возможностей и угроз, позволяющие оценить эффективность проекта, а также надежность его реализации. Соотношения параметров представлены в таблицах 6.3 – 6.6.

Таблица 6.3 – Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и сильные стороны»

		Сильные стороны проекта				
Возможности проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	B1	+	+	-	-	-
	B2	+	+	-	0	-
	B3	+	+	-	-	-
	B4	+	+	-	+	-

Таблица 6.4 – Интерактивная матрица проекта «Возможности проекта и слабые стороны»

		Слабые стороны проекта		
Возможности проекта		Сл1	Сл2	Сл3
	B1	+	-	-
	B2	-	-	-
	B3	-	0	+
	B4	-	-	-

Таблица 6.5 – Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и сильные стороны»

		Сильные стороны проекта				
Угрозы проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	У1	-	-	-	-	-
	У2	-	-	+	-	-

Таблица 6.6 – Интерактивная матрица проекта «Угрозы проекта и слабые стороны»

		Слабые стороны проекта		
Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3
	У1	+	-	-
	У2	+	-	+

Результаты анализа представлены в итоговую таблицу 6.7.

В результате SWOT-анализа показано, что на преимущества разрабатываемой технологии преобладают над ее недостатками. Данные недостатки, которые на данный момент на практике не устранены, но в теории уже есть возможности для их устранения. Результаты анализа учтены в дальнейшей научно-исследовательской разработке.

Таблица 6.7 – Итоговая таблица SWOT-анализа

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта С1. Высокая термоустойчивость и эффективность преобразования излучения. С2. Высокая ударопрочность продукции. С3. Более свежая информация, которая была использована для разработки проекта. С4. Экологичность технологии С5. Квалифицированный персонал.</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта Сл1. Сложный процесс изготовления. Сл2. Эксперименты имеют большие погрешности и неопределенности. Сл3. Вероятность получения брака.</p>
<p>Возможности В1. Использование оборудования ИШНПТ ТПУ. В2. Появление потенциального спроса на новые разработки. В3. Внедрение технологии в аэрокосмической области В4. Внедрение на мировой рынок, экспорт за рубеж.</p>	<p>Направления развития В1С1С2. При использовании оборудования ИШНПТ ТПУ, изготовленные образцы демонстрируют высокое тепловое сопротивление, эффективность преобразования излучения и хорошую ударопрочность. В2С1С2. Благодаря хорошим характеристикам возможно увеличение спроса на исследуемые объекты. В3С1С2. Керамика, благодаря хорошим характеристикам, может использоваться в аэрокосмической области. В4С1С2С4. Керамика, изготовленная по экологичной технологии может быть внедрена на мировой рынок.</p>	<p>Сдерживающие факторы В1Сл1. В связи с использованием УЗ-прессования при изготовлении керамики, усложняется процесс изготовления. В3Сл3. Требуется проработать возможность получения брака для внедрения образцов керамики в аэрокосмическую область.</p>
<p>Угрозы У1. Снижение стоимости разработок конкурентов. У2. Появление зарубежных аналогов и более ранний их выход на рынок.</p>	<p>Угрозы развития У2С3. Возможно появление и выход на рынок зарубежных аналогов, изготовленных по более новым технологиям.</p>	<p>Уязвимости: У1Сл1. В связи со сложностью изготовления керамики, возможна более низкая стоимость разработок конкурентов. У2Сл1Сл3. В связи со сложностью изготовления и возможностью получения брака, возможен более ранний выход на рынок зарубежных аналогов.</p>

6.2 Планирование научно-исследовательских работ

6.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса научно-исследовательских работ осуществляется в порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение количества исполнителей для каждой из работ;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для оптимизации работ удобно использовать классический метод линейного планирования и управления.

Результатом такого планирования является составление линейного графика выполнения всех работ. Порядок этапов работ и распределение исполнителей для данной научно-исследовательской работы, приведен в таблице 6.8.

Таблица 6.8 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	Научный руководитель
	2	Календарное планирование выполнения НИР	Инженер, научный руководитель
Выбор способа решения поставленной задачи	3	Обзор научной литературы	Инженер
	4	Выбор методов исследования	Инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Планирование эксперимента	Инженер, научный руководитель
	6	Подготовка образцов для эксперимента	Инженер
	7	Проведение эксперимента	Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Обработка полученных данных	Инженер
	9	Оценка правильности полученных результатов	Инженер, Научный руководитель
Оформление отчета по НИР	10	Составление пояснительной записки	Инженер

6.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения

При проведении научных исследований основную часть стоимости разработки составляют трудовые затраты, поэтому определение трудоемкости проводимых работ является важным этапом составления бюджета.

Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости использована следующая формула:

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3t_{\text{min}i} + 2t_{\text{max}i}}{5}, \quad (6.1)$$

где $t_{\text{ож}i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, человеко-дни;

$t_{\text{min}i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, человеко-дни;

$t_{\text{max}i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, человеко-дни.

Зная величину ожидаемой трудоемкости, можно определить продолжительность каждой i -ой работы в рабочих днях T_{pi} , при этом учитывается параллельность выполнения работ разными исполнителями. Данный расчёт позволяет определить величину заработной платы.

$$T_{pi} = \frac{t_{\text{ож}i}}{Ч_i}, \quad (6.2)$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, рабочие дни;

$t_{\text{ож}i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, человеко-дни;

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

Для перевода длительности каждого этапа из рабочих в календарные дни, необходимо воспользоваться формулой (4.3):

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}, \quad (6.3)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях;

T_{pi} – продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях;

$k_{кал}$ – календарный коэффициент.

Календарный коэффициент определяется по формуле:

$$k_{кал.инж} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вых} - T_{пр}} = \frac{365}{365 - 104 - 14} = 1,48 \quad (6.4)$$

где $T_{кал}$ – общее количество календарных дней в году; $T_{вых}$ – общее количество выходных дней в году; $T_{пр}$ – общее количество праздничных дней в году.

Расчеты временных показателей проведения научного исследования обобщены в таблице 6.9.

Таблица 6.9 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоёмкость работ						Длительность работ в рабочих днях T_{pi}	Длительность работ в календарных днях T_{ki}
	t_{min} , чел-дни		t_{max} , чел-дни		$t_{ож}$, чел-дни			
	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2		
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1. Составление и утверждение технического задания	3	-	8	-	5	-	5	7
2. Календарное планирование выполнения диссертации	2	4	4	6	2.8	4.8	4.8	7
3. Обзор научной литературы	-	40	-	55	-	46	46	65
4. Выбор методов исследования	-	7	-	9	-	7.8	7.8	12
5. Планирование эксперимента	4	8	6	10	4.8	8.8	8.8	13
6. Подготовка образцов для эксперимента	-	7	-	9	-	7.8	7.8	12
7. Проведение эксперимента	-	20	-	40	-	28	28	40

Исходя из составленной диаграммы Ганта, можно сделать вывод, что продолжительность работ занимает 24 декады, начиная с первой декады октября, заканчивая последней декадой мая. Продолжительность выполнения технического проекта составит 213 дней. Из них:

142 дня – продолжительность выполнения работ инженером;

22 дня – продолжительность выполнения работ руководителем.

6.3 Бюджет научно-технического исследования

При планировании бюджета научно-технического исследования учитывались все виды расходов, связанных с его выполнением. В этой работе использовать следующую группировку затрат по следующим статьям:

- материальные затраты научно-исследовательской работы (НИР);
- затраты на специальное оборудование для экспериментальных работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы НИР.

6.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования

Материальные затраты — это затраты организации на приобретение сырья и материалов для создания готовой продукции.

Таблица 6.11 – Материальные затраты

Наименование материалов	Цена за ед., руб.	Кол-во, ед.	Сумма, руб.
Комплекс канцелярских принадлежностей	340	4	1 200
Картридж для лазерного принтера	3 490	1	3 490
ABS пластик для 3D-принтера	1 990	1	1 990
Светодиоды высокой мощности	1163 [39]	6	6 980
Итого:			13 660

Данная часть включает затраты на проведение компьютерного анализа данных о люминесцентной керамике, допированной редкоземельными ионами,

а также затраты на изготовление макета конструкции излучателя. Результаты расчета затрат представлены в таблице 6.11.

6.3.2 Расчет амортизации специального оборудования

Расчет сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее, поэтому при расчете затрат на оборудовании учитываем только рабочие дни по данной теме.

Расчет амортизации проводится следующим образом:

Норма амортизации: рассчитывается по формуле:

$$H_A = \frac{1}{n} \quad (6.5)$$

где n – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация оборудования рассчитывается по формуле:

$$A = \frac{H_{AI}}{12} \cdot m \quad (6.6)$$

где I – итоговая сумма, тыс. руб.; m – время использования, мес.

Таблица 6.12 – Затраты на оборудование

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во ед.	Срок полезного использования, лет	Время использования, мес.	H_A , %	Цена оборудования, руб.	Амортизация
1	2	3	4	5	6	7	8
1	ПЭВМ	1	3	0.65	33	80 000	1430
2	3D-принтер Flyingbear-Ghost 5	1	7	0.16	14	25 500	47.6
Итого:							1477.6 руб

6.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада.

Основная заработная плата $Z_{осн}$ одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (6.7)$$

где $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата, руб.; T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн. (таблица 6.9).

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

Для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_0} = \frac{51285 \cdot 10,3}{246} = 2147,3 \text{ руб.}, \quad (6.8)$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника, руб.; F_0 – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дней; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

– при отпуске в 28 раб. дня – $M = 11,2$ месяца, 5-дневная рабочая неделя;

– при отпуске в 56 раб. дней – $M = 10,3$ месяца, 6-дневная рабочая неделя.

Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_0} = \frac{33150 \cdot 11,2}{213} = 1743,1 \text{ руб.}. \quad (6.9)$$

Должностной оклад работника за месяц:

– для руководителя:

$$Z_m = Z_{мс} \cdot (1 + k_{np} + k_0) k_p = 26300 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 51285 \text{ руб.} \quad (6.10)$$

– для инженера:

$$Z_m = Z_{мс} \cdot (1 + k_{np} + k_0) k_p = 17000 \cdot (1 + 0,3 + 0,2) \cdot 1,3 = 33150 \text{ руб.}, \quad (6.11)$$

где Z_{mc} – заработная плата, согласно тарифной ставке, руб.;

k_{np} – премиальный коэффициент, равен 0,3; k_{∂} – коэффициент доплат и надбавок, равен 0,2; k_p – районный коэффициент, равен 1,3 (для г. Томска).

Таблица 6.13 – Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней	52/14	104/14
- выходные дни		
- праздничные дни		
Потери рабочего времени	48/5	24/10
- отпуск		
- невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	246	213

Таблица 6.14 – Расчет основной заработной платы исполнителей

Исполнители НИ	Z_{mc} , руб	k_{np}	k_{∂}	k_p	Z_m , руб	$Z_{осн}$, руб	T_p , раб.дн.	$Z_{осн}$, руб
Руководитель	26300	0,3	0,2	1,3	51285	2147,3	22	47 240
Инженер	17000	0,3	0,2	1,3	33150	1743,1	142	247 520.2
Итого: 294 760.2								

6.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

– для руководителя:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 47240 = 7086 \text{ руб.} \quad (6.12)$$

– для инженера:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 0,15 \cdot 247520,2 = 37128 \text{ руб.} \quad (6.13)$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,15).

6.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

– для руководителя:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} (Z_{осн} + Z_{доп}) = 0,3(47240 + 7086) = 16297,8 \text{ руб.} \quad (6.14)$$

– для инженера:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}}(Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0.3(247520.2 + 37128) = 85394.469 \text{ руб.} \quad (6.15)$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в 2020 году – 30% (ст. 425, 426 НК РФ).

6.3.6 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.

Величина накладных расходов определяется по формуле

$$Z_{\text{накл}} = (\text{сумма статей } 1 \div 5) \cdot k_{\text{пр}}, \quad (6.16)$$

где $k_{\text{пр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величина коэффициента принимается равной 0.16.

6.3.7 Бюджетная стоимость НИР

Таблица 6.15 – Группировка затрат по статьям

Статьи							
1	2	3	4	5	6	7	8
Амортизация	Сырье, материалы	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Итого без накладных расходов	Накладные расходы	Стоимость бюджета
1477.6	13660	294760.2	44214	101692.3	455804.1	72928.7	528732.8

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составляется бюджет НИ «люминесцентные и температурные характеристики YAG-керамики переменного состава» по форме, приведенной в таблице 6.16. В таблице также представлено определение бюджета одного научно-исследовательского проекта.

Таблица 6.16 – Группировка затрат по статьям

№	Наименование статьи	Сумма, руб.		Примечание
		Текущий Проект	Исп.2	
1	Материальные затраты НИР	13660	15845	Пункт 4.2.3.1
2	Затраты на специальное оборудование	1477.6	2453	Пункт 4.2.3.2
3	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	294760.2	452228	Пункт 4.2.3.3
4	Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	44214	65300	Пункт 4.2.3.3
5	Отчисления во внебюджетные фонды	101692.3	154320	Пункт 4.2.3.4
6	Накладные расходы	72928.7	128497.2	Пункт 4.2.3.5
Бюджет затрат НИР		528732.8	818643.2	Сумма ст. 1- 6

Где: *Исп.2 – Аналог 1*

6.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Для определения эффективности исследования рассчитан интегральный показатель эффективности научного исследования путем определения интегральных показателей финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

6.4.1 Интегральный показатель финансовой эффективности

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

В качестве аналогов данной НИР рассмотрены:

1) неорганические люминофоры, помещенные в компаунд.

Интегральный финансовый показатель разработки рассчитывается как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{ri}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (6.17)$$

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{ri} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения.

$\Phi_{\text{текущ.проект}} = 528732.8$ руб, $\Phi_{\text{исп.2}} = 818643.2$ руб

$$I_{\text{финр}}^{\text{тек.пр.}} = \frac{\Phi_{\text{тек.пр.}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{528732.8}{818643.2} = 0.65$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.1}} = \frac{\Phi_{\text{исп.2}}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{818643.2}{818643.2} = 1.00$$

В результате расчета консолидированных финансовых показателей по двум вариантам разработки вариант 1 (текущий проект) с меньшим перевесом считается более приемлемым с точки зрения финансовой эффективности.

6.4.2 Интегральный показатель ресурсоэффективности

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов выполнения НИР (I_{pi}) определен путем сравнительной оценки их характеристик, распределенных с учетом весового коэффициента каждого параметра (таблица 6.17).

Таблица 6.17 – Сравнительная оценка характеристик вариантов НИР

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Исп.2
1. Безопасность при использовании установки	0.15	4	5
2. Стабильность работы	0.25	5	3
3. Технические характеристики	0.30	5	3
4. Механические свойства	0.20	5	3
5. Материалоёмкость	0.10	4	4
ИТОГО	1.00	4.75	3.40

Расчет интегрального показателя для разрабатываемого проекта:

$$I_{p1} = 0.15 \cdot 4 + 0.25 \cdot 5 + 0.3 \cdot 5 + 0.2 \cdot 5 + 0.1 \cdot 4 = 4.75$$

$$I_{p2} = 0.15 \cdot 5 + 0.25 \cdot 3 + 0.3 \cdot 3 + 0.2 \cdot 3 + 0.1 \cdot 4 = 3.40$$

6.4.3 Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки

Вычисляется на основании показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{исп.i} = \frac{I_{p-исп.i}}{I_{финр.i}} \quad (6.20)$$

$$I_{исп1} = \frac{4.75}{0.79} = 6.01; \quad I_{исп2} = \frac{3.40}{1.00} = 3.40$$

Далее интегральные показатели эффективности каждого варианта НИР сравнивались с интегральными показателями эффективности других вариантов с целью определения сравнительной эффективности проекта (таблица 6.18).

Таблица 6.18 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Текущий проект	Исп.2
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0.65	1.00
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4.75	3.40
3	Интегральный показатель эффективности	6.01	3.40
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1.00	0.67

Сравнение среднего интегрального показателя сопоставляемых вариантов позволило сделать вывод о том, что наиболее финансово- и ресурсоэффективным является вариант 1 (текущий проект). Наш проект является более эффективным по сравнению с конкурентами.

Заключение по разделу «Финансовый менеджмент»

В результате выполнения целей раздела можно сделать следующие выводы:

1. Результатом анализа конкурентных технических решений является выбор одного из вариантов реализации НИР как наиболее подходящего и оптимального по сравнению с другими.

2. В ходе планирования для руководителя и инженера был разработан график реализации этапа работ, который позволяет оценивать и планировать рабочее время исполнителей. Определено следующее: общее количество дней для выполнения работ составляет 213 дней; общее количество дней, в течение которых работал инженер, составляет 142 дней; общее количество дней, в течение которых работал руководитель, составляет 22 дней.

3. Для оценки затрат на реализацию проекта разработан проектный бюджет, который составляет 528732.8 руб.

4. Результат оценки эффективности ИР показывает следующие выводы:

1) значение интегрального финансового показателя ИР составляет 0.65, что является показателем того, что ИР является финансово выгодной по сравнению с аналогами;

2) значение интегрального показателя ресурсоэффективности ИР составляет 4.75, по сравнению с 3.40;

3) значение интегрального показателя эффективности ИР составляет 6.01, по сравнению с 3.40, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в ИР, является наиболее эффективным вариантом исполнения.

Апробация результатов дипломной работы

Результаты исследования были представлены:

- на XVIII международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых "ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК", Россия, г. Томск, 27-30 апреля **2021** года. ДИПЛОМ II степени за доклад "Синтез, люминесцентные и термические характеристики YAG-керамики, допированной различными типами РЗИ ", секция "Физика";
- на XVII международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых "ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК", Россия, г. Томск, 21-24 апреля **2020** года. ДИПЛОМ II степени за доклад "Люминесцентные и деградационные характеристики керамики на основе алюмоиттриевого граната", секция "Физика";
- on 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2020), 14-26 September, **2020**, Tomsk, Russia, Certificate of attendance;
- на ежегодном саммите молодых ученых и инженеров "Большие вызовы для общества, государства и науки", 28 октября - 3 ноября **2019** года, г. Сочи, университет "Сириус", Сертификат участника.