



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01L 1/25 (2022.02); G01N 23/20 (2022.02)

(21)(22) Заявка: 2021136614, 13.12.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.12.2021

Дата регистрации:
18.05.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.12.2021

(45) Опубликовано: 18.05.2022 Бюл. № 14

Адрес для переписки:
634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3
Институт сильноточной электроники СО РАН,
Зам. директора по НР ИСЭ СО РАН
Батракову А.В.

(72) Автор(ы):

Филиппов Андрей Владимирович (RU),
Воронцов Андрей Владимирович (RU),
Шамарин Николай Николаевич (RU),
Денисова Юлия Александровна, (RU),
Москвичев Евгений Николаевич (RU),
Княжев Евгений Олегович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт сильноточной
электроники Сибирского отделения
Российской академии наук (ИСЭ СО РАН)
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: CN 112326084 A, 05.02.2021. RU 54191
U1, 10.06.2006. SU 1599732 A1, 15.10.1990. RU
2087861 C1, 20.08.1997. US 5414747 A, 09.05.1995.

(54) СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ МНОГОСЛОЙНЫХ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ, ОСНОВАННЫЙ НА ИСПОЛЬЗОВАНИИ
СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

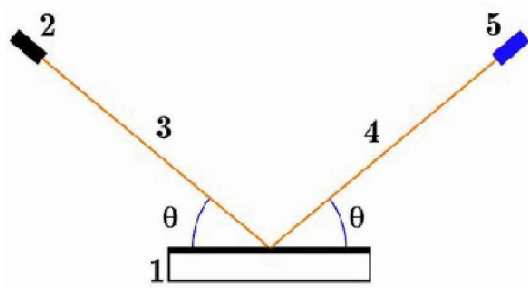
(57) Реферат:

Использование: для определения внутренних (остаточных) напряжений в многослойных покрытиях, созданных напылением. Сущность изобретения заключается в том, что посредством синхротронного излучения выполняют серию съёмов рентгенограмм, проводимых в 2 этапа, первый с использованием симметричной схемы съёмки и второй несимметричной схемы съёмки, определение остаточного напряжения

многослойного наноструктурированного покрытия осуществляют с применением метода $\sin 2\Psi$, причем количественное его вычисление осуществляют с учетом неоднородности коэффициента Пуассона. Технический результат: повышение достоверности определения внутренних (остаточных) напряжений в многослойных покрытиях, созданных напылением. 6 з.п. ф-лы, 11 ил., 1 табл.

RU
2 7 7 2 2 4 7
C 1

RU
2 7 7 2 2 4 7
C 1



Фиг.2

RU 2772247 C1

RU 2772247 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
G01L 1/25 (2006.01)
G01N 23/20 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
G01L 1/25 (2022.02); G01N 23/20 (2022.02)

(21)(22) Application: **2021136614**, 13.12.2021

(24) Effective date for property rights:
13.12.2021

Registration date:
18.05.2022

Priority:

(22) Date of filing: 13.12.2021

(45) Date of publication: 18.05.2022 Bull. № 14

Mail address:

634055, g. Tomsk, pr. Akademicheskij, 2/3 Institut
silnotochnoj elektroniki SO RAN, Zam. direktora
po NR ISE SO RAN Batrakovu A.V.

(72) Inventor(s):

**Filippov Andrei Vladimirovich (RU),
Vorontsov Andrei Vladimirovich (RU),
Shamarin Nikolai Nikolaevich (RU),
Denisova Iuliia Aleksandrovna, (RU),
Moskvichev Evgenii Nikolaevich (RU),
Kniazhev Evgenii Olegovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
uchrezhdenie nauki Institut silnotochnoi
elektroniki Sibirskogo otdeleniia Rossiiskoi
akademii nauk (ISE SO RAN) (RU)**

(54) **METHOD FOR MEASURING INTERNAL STRESSES IN MULTILAYER NANOSTRUCTURED COATINGS BASED ON THE USE OF SYNCHROTRON RADIATION**

(57) Abstract:

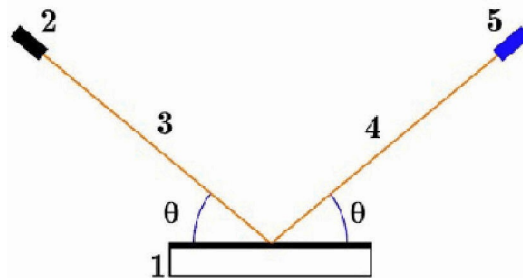
FIELD: multilayer coatings.

SUBSTANCE: invention is intended to determine the internal (residual) stresses in multilayer coatings created by spraying. The substance of the invention lies in the fact that by means of synchrotron radiation, a series of radiographs are taken, carried out in 2 stages, the first using a symmetrical shooting scheme and the second asymmetric shooting scheme, the determination

of the residual stress of a multilayer nanostructured coating is carried out using the $\sin^2\Psi$ method, and its quantitative calculation is carried out with taking into account the inhomogeneity of the Poisson's ratio.

EFFECT: increasing the reliability of determining internal (residual) stresses in multilayer coatings created by spraying.

7 cl, 11 dwg, 1 tbl



Фиг. 2

RU 2 772 247 C1

RU 2 772 247 C1

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Изобретение относится к измерительной технике с использованием методов рентгеноструктурного анализа, а именно к методам определения внутренних (остаточных) напряжений в многослойных покрытиях, созданных напылением.

ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Известны методы определения остаточных напряжений в материалах с использованием рентгеновского излучения, к ним относятся методы, раскрытые, например, в патенте РФ: RU 2427826 C1 (опубл. 27.08.2011) Способ определения остаточных напряжений в изделиях из монокристаллических материалов рентгеновским методом. Сущность метода заключается в том, что на поверхности контролируемого изделия выбирают направление, в котором будут определять остаточные напряжения, и кристаллографические плоскости, на которые воздействуют пучком рентгеновского излучения, регистрируют дифракционную картину, определяют угловые положения рефлексов, по взаимному расположению которых определяют остаточные напряжения, при этом для определения остаточных напряжений в выбранном и перпендикулярном выбранному направлениях используют такие кристаллографические плоскости, рефлекс от которых находится в прецизионной области и проекции нормалей которых на поверхность контролируемого изделия имеют минимальный угол отклонения от выбранного направления, затем поочередно выводят выбранные плоскости в отражающее положение путем вращения и наклона образца, воздействуют параллельным рентгеновским пучком на контролируемое изделие, регистрируют рефлекс от выбранных плоскостей, обрабатывают рефлекс для определения угловых положений, определяют истинные периоды кристаллических решеток каждой из фаз, неискаженные остаточными напряжениями, и затем остаточные напряжения, используя соответствующие математические выражения. Технической задачей предлагаемого изобретения является создание способа определения остаточных напряжений в изделиях из однофазных и многофазных монокристаллических материалов рентгеновским методом, позволяющего измерять истинные периоды решеток фаз без искажений и остаточные напряжения.

К недостаткам известного технического решения, описанного в RU2427826 C1 можно отнести то что, предложенный подход применяется для однофазных и многофазных монокристаллических материалов, чем не являются многослойные покрытия и следовательно не применим для определения напряжений в них.

Методы анализа с помощью рентгеновских лучей остаточных напряжений в тонкоплёночных материалах и покрытиях раскрыты в нижеприведенных патентных документах с использованием различных интерпретаций метода « $\sin^2\psi$ ».

Известен метод для выполнения анализа напряжений посредством дифракции рентгеновских лучей для образца, такого как тонкая пленка, покрытие или полимер, раскрытый в заявке США [US2018372658 (A1) — 2018-12-27]. Образец имеет поверхность с двумя перпендикулярными осями S1, S2 в плоскости поверхности и третьей осью S3, перпендикулярной плоскости поверхности образца. Луч рентгеновского излучения направляют на поверхность образца под относительно небольшим углом по отношению к плоскости поверхности. Энергия рентгеновского излучения дифрагируется от образца и детектируется двумерным детектором рентгеновского излучения при множестве вращательных ориентаций образца относительно S3. Третья ось S3 поддерживается под постоянным углом наклона в течение всего анализа напряжения дифракции рентгеновских лучей, тем самым избегая значительной ошибки, связанной с перемещением трека опоры гониометра, используемого для анализа напряжения

дифракции рентгеновских лучей, и на котором выполняются измерения. при малом угле 2θ очень чувствительны.

Известна заявка ЕПВ [EP2940461 (A1) — 2015-11-04], в которой описан способ определения градиента остаточного напряжения в образце с использованием дифракции рентгеновских лучей, в котором образец поддерживается на держателе образца, определяющем плоскость образца, причем способ включает этапы облучения пучком рентгеновского излучения образца и обнаружение луча, дифрагированного образцом, с помощью детектора рентгеновского излучения, имеющего две степени свободы, при этом направления падающего луча и / или дифрагированного луча меняются в зависимости от образца и положения Детектор рентгеновского излучения имеет две степени свободы и определяет значения $\sin^2\Psi$ и $\tau\mu$, которые являются репрезентативными для градиента остаточного напряжения в образце, в зависимости от положения источника рентгеновского излучения и детектора рентгеновского излучения с учетом учитывать две степени свободы детектора, где Ψ - полярный угол, τ - глубина проникновения луча в образец, а μ - массовый коэффициент ослабления образца. Для улучшения этого метода предлагается, чтобы изменение направлений падающего луча и / или дифрагированного луча содержало поворот дифрагированного луча на угол $2\theta\chi$ в плоскости, которая наклонена к плоскости образца, обозначенной в -плоскостное вращение руки. Метод позволяет очень точно анализировать градиенты остаточного напряжения, особенно на различной глубине тонких пленок или поверхностных покрытий, за счет обеспечения внутреннего поворота плоского плеча $2\theta\chi$ как дополнительная степень свободы.

Известен трехмерный конфокальный микролучевой измеритель напряжения рентгеновского излучения [CN110907484 (A) — 2020-03-24]. Измеритель напряжения имеет возможность анализа напряжений с помощью рентгеновских лучей на микроплощадках, может измерять напряжение на поверхности образца или на определенной глубине в образце или напряжение внутреннего слоя пленки из многослойного пленочного материала, а также может обнаружить распределение напряжения посредством непрерывного трехмерного сканирования.

К недостаткам вышеперечисленных известных технических решений можно отнести то что, используемые методики не оптимизированы для количественного определения напряжений в многослойных покрытиях, так как не учитывают разницу в коэффициенте Пуассона, что вносит большую ошибку при количественном определении напряжения в многослойных покрытиях.

К методам, использующим рентгеновское синхротронное излучение для определения остаточных напряжений, относятся нижеприведенные известные технические решения.

Известно устройство – держатель, используемый при проведении рентгеноструктурных измерений для анализа материалов с помощью рентгеновского или синхротронного излучения, раскрытое в RU203691 U1 (опубл. 15.04.2021); рентгеноструктурные измерения с использованием предлагаемого устройства позволяют проводить исследования материалов в форме твердых тел, в том числе микроскопических размеров, при одновременном воздействии на них трех изменяющихся факторов: растягивающей нагрузки, электрического поля напряженностью до 20кВ/см и температурного фактора в диапазоне от -40 до 1000 градусов Цельсия; при этом держатель обеспечивает приложение к образцу растягивающей нагрузки и позволяет одновременно воздействовать на него температурным фактором и электрическим полем без перенастройки захвата образца; для детектирования деформации образца, он содержащей лазерный излучатель с фотодиодом и зеркало; для осуществления

рентгеноструктурных измерений устройство располагают на гониометрической голове рентгеновского дифрактометра, монохроматизированное коллимированное рентгеновское излучение, выходя из коллиматора рентгеновской трубки, рассеивается на образце, после чего попадает в детектор, последний, в свою очередь, регистрирует
5 дифракционную картину.

К недостаткам вышеописанного технического решения можно отнести не учет упругих постоянных, изменяющихся при исследовании многослойных покрытий.

Известен метод, раскрытый в [JP2012168075 (A) — 2012-09-06], позволяющий точно и быстро измерить внутреннее напряжение материала, включая крупное зерно;
10 предлагаемый способ измерения внутреннего напряжения согласно данного изобретения включает в себя следующие шаги:

– этап (S1) воздействия – экспонирования объекта, подлежащего измерению, путем воздействия синхротронного рентгеновского излучения;

– этап (S2) управления – использование двумерной щели для управления
15 калибровочным объемом дифракции рентгеновских лучей, передаваемых от объекта, который должен быть измерен;

– этап (S3) обнаружения – использование детектора двумерного рентгеновского излучения для обнаружения пятна дифракции в контролируемом измерительном объеме;

– этап (S4) – повторение этапов от этапа экспонирования до этапа обнаружения путем
20 перемещения объекта измерения; и

– этап (S5) анализа для определения угла дифракции в позиции, эквивалентной центру измерительного объема, на основе обнаруженного пятна дифракции. На этапе анализа параболическое приближение применяется к отношению между положением
дифракционного пятна и интенсивностью дифракции, а значение угла дифракции в
25 положении, соответствующем вершине параболы, устанавливается равным углу дифракции в положении, соответствующем центру измерительного объема.

К недостаткам вышеописанного технического решения можно отнести апробирование методики только для крупнокристаллических материалов и тем более не применялась
к многослойным покрытиям с разными физическими свойствами в зависимости от слоя.

Наиболее близким по технической сущности является техническое решение раскрытое
30 в [CN112326084 (A) — 2021-02-05], а именно способ измерения остаточных напряжений текстуросодержащего материала путем использования рентгеновского излучения.

После механической обработки стали, меди, алюминия и других пластин и полос может быть сформировано большое остаточное напряжение на поверхностях пластин и полос.

Из-за существования текстуры анализ напряжений, с использованием рентгеновского
35 излучения становятся затруднительными. Способ содержит следующие этапы:

тестирование типа текстуры и объемного процента заготовки, затем измерение модуля Юнга и искажения решетки при соответствующей ориентации, и обратное выведение
модуля Юнга и искажения решетки со взвешенной значимостью, используя узкую
40 линейную зависимость $d \sin^2 \psi$ при сильной ориентации, и, наконец, получают

остаточное напряжение путем вычисления. Изобретение обеспечивает способ простого и удобного измерения остаточных напряжений с использованием рентгеновских лучей для пластины с выраженной текстурой.

К недостаткам вышеописанного технического решения можно отнести использование
45 расчетов в предположении, что исследуемый материал имеет выраженную текстуру и химически однороден.

РАСКРЫТИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В основу изобретения поставлена задача создания улучшенного способа определения

остаточных напряжений в многослойных наноструктурированных покрытиях в процессе синхротронных исследований.

Техническим результатом является повышение точности определения остаточных напряжений в многослойных наноструктурированных покрытиях.

5 Поставленная задача решается тем, что предлагаемый способ измерения внутренних напряжений многослойных наноструктурированных покрытий, основанный на использовании синхротронного излучения, включает 2 этапа съемки рентгенограмм, первый с использованием симметричной схемы съемки и второй несимметричной схемы съемки, и количественное вычисление остаточного напряжения многослойного
10 наноструктурированного покрытия, причем первый этап включает следующие шаги:

а) установку образца, имеющего на поверхности многослойное

наноструктурированное покрытие, на гониометре с использованием симметричной
схемы съемки (фокусировка по Брэггу-Брентано);

б) экспонирование образца, подлежащего измерению, путем воздействия
15 монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения в диапазоне углов 2θ , выбранном в зависимости от материала покрытия;

в) регистрация и запись рентгенограммы с использованием детектора излучения после осуществления симметричной схемы съемки с фокусировкой по Брэггу-Брентано;

г) определение угловых положений (2θ) рефлексов (hkl) и идентификация всех фаз,
20 составляющих многослойное покрытие, в пределах зарегистрированной рентгенограммы для выбора диапазона углов 2θ для экспонирования образца на втором этапе;

причем второй этап включает следующие шаги:

д) установку образца на гониометре с использованием несимметричной схемы съемки, обеспечивающей постоянный угол ψ между поверхностью образца многослойных
25 наноструктурированных покрытий и падающим пучком монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения равный 0° ;

е) экспонирование объекта, подлежащего измерению с использованием несимметричной схемы съемки, путем воздействия монохроматического синхротронного
излучения в рентгеновском диапазоне излучения в диапазоне углов сканирования $2\theta_\psi$,

30 обеспечивающем регистрацию рентгенограммы в диапазоне углов $2\theta_\psi$, необходимым (или достаточным) для описания профиля рефлекса на рентгенограмме относительно каждого определенного на первом этапе углового положения рефлексов (hkl) фаз, составляющих многослойное покрытие, определенных по симметричной
схеме съемки;

ж) определение угловых положений рефлексов для фаз, составляющих многослойное
35 покрытие, в пределах зарегистрированной рентгенограммы несимметричной схемы съемки;

з) повторение шагов д), е) и ж) с изменением угла наклона поверхности ψ многослойного наноструктурированного покрытия с шагом 5° в сравнении с
40 установленным на этапе б углом ψ вплоть до достижения значения $\psi=30^\circ$, достаточным для линейной аппроксимации и обеспечения необходимой точности количественного определения напряжений в многослойных покрытиях, при этом этапы е) и ж) повторяются без изменений;

45 причем количественное вычисление остаточного напряжения многослойного наноструктурированного покрытия осуществляют на основе значений константы напряжения $M(hkl)$ (вычисленной на основе значений эффективного модуля упругости и коэффициента Пуассона, вычисленного с использованием правила смеси).

и коэффициента смещения $K_{\Delta}(hkl)$ углового положения $2\Theta_{\psi}$ рефлексов (hkl) и значения $2\Theta_0$ (рассчитанного при помощи экстраполяции) для всех фаз, составляющих покрытие, по формуле:

$$\sigma_x = M \times K[MIIa].$$

При этом для расчёта коэффициента смещения $K_{\Delta}(hkl)$ осуществляют:

– вычисление значений $\sin^2 \psi$;

– построение графика зависимости углового положения $2\Theta_{\psi}$ рефлекса (hkl) от $\sin^2 \psi$;

– вычисление положения $2\Theta_0$ фаз в ненапряженном состоянии, составляющих многослойное покрытие, с использованием метода экстраполяции графика линейной зависимости углового положения $2\Theta_{\psi}$ рефлекса (hkl) от $\sin^2 \psi$;

– определение коэффициента смещения $K_{\Delta}(hkl)$ углового положения $2\Theta_{\psi}$ рефлексов (hkl) для фаз, составляющих многослойное покрытие по формуле:

$$K_{\Delta}(hkl) = d(2\Theta_{\psi_i}) / d(\sin^2 \psi_i),$$

где $2\Theta_{\psi_i}$ угловое положение рефлекса (hkl) рассматриваемой фазы при заданном значении угла ψ_i ;

Кроме того, предварительно для расчёта константы напряжения $M(hkl)$ осуществляют:

– определение коэффициента Пуассона многослойного наноструктурированного покрытия (ν_{MII}) по правилу смеси по формуле предполагающей, что коэффициент

Пуассона в зависимости от материала слоя многослойного покрытия будет

неодинаковым, и дающей возможность произвести количественную оценку коэффициента Пуассона многослойного покрытия в целом: $\nu_{MII} = V_1 \times \nu_1 + V_2 \times \nu_2$, где V_1 – объем материала покрытия 1, ν_1 – коэффициент Пуассона материала покрытия 1, V_2 – объем материала покрытия 2, ν_2 – коэффициент Пуассона материала покрытия 2;

– определение эффективного модуля упругости E^* посредством наноиндентирования с использованием метода Оливера – Фарра: $E^* = \left(\frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right)^{-1}$, где ν – коэффициент

Пуассона многослойного покрытия, определенный по правилу смеси, E – модуль упругости многослойного покрытия, определенный из наклона кривой разгрузки

при наноиндентировании, ν_{ind} – коэффициент Пуассона наноиндентора нанотвердомера, E_{ind} – модуль упругости наноиндентора нанотвердомера;

– определение константы напряжения $M(hkl)$ углового положения 2Θ рефлексов (hkl) для фаз, составляющих многослойное покрытие по уравнению

$$M = -\frac{E^*}{2(1+\nu_{MII})} \times \text{ctg} \Theta_0 \times \frac{\pi}{180} [MIIa / \text{град}];$$

При этом, для получения монохроматического синхротронного рентгеновского излучения осуществляют преобразование широкополосного пучка синхротронного излучения в монохроматическое излучение в рентгеновском диапазоне излучения посредством применения кристалла-монохроматора для получения монохроматического излучения в рентгеновском диапазоне излучения и коллиматорных щелей для сужения геометрической формы сечения пучка монохроматического излучения в рентгеновском диапазоне излучения.

Предлагаемый в настоящем изобретении способ измерения (анализа) внутренних (остаточных) напряжений многослойных наноструктурированных покрытий с использованием монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне основан на проведении серии съемок в 2 этапа с использованием синхротронного излучения экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями.

Для количественного определения величины напряжений в многослойных покрытиях в процессе синхротронных исследований предлагается формула:

$$\sigma_x = -\frac{\bar{E}^*}{2(1+\nu_{MIT})} \times ctg\Theta_0 \times \frac{\partial(2\Theta_{\Psi_x})}{\partial(\sin^2\Psi)} \times \frac{\pi}{180} [MPa],$$

где \bar{E}^* - эффективный модуль упругости многослойного покрытия, определенный в процессе наноиндентирования, ν_{MIT} коэффициент Пуассона многослойного покрытия, определенный по правилу смеси с использованием формулы 2, Θ_0 - угол дифракции монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения для материала в ненапряженном состоянии, Θ_{Ψ_x} - угол дифракции монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения для характерных плоскостей отражения перпендикулярных направлению (Ψ) падающего пучка монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения.

По этой формуле определяется величина напряжений в многослойных покрытиях в плоскости поверхности экспериментального образца.

Первый этап съемки предназначен для определения положения угла $2\Theta_0$ для идентификации присутствующих фаз. Этап представляет собой проведение симметричной съемки (фокусировка по Брэггу-Брентано) по схеме симметричного движения излучателя монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения и детектора для измерения интенсивности отраженного монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения от межатомных плоскостей многослойного покрытия. Схематичное представление симметричной схемы съемки показано на фиг. 2.

Второй этап предназначен для определения величины внутренних напряжений в многослойных покрытиях. Этап представляет собой проведение серии ассиметричных съемок в отношении характерных рефлексов, полученных и идентифицированных в процессе съемки по симметричной схеме (фокусировка по Брэггу-Брентано) с использованием синхротронного излучения при постоянных углах Ψ (направление падающего пучка монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения равным 0° , 5° , 10° , 15° , 20° , 25° , 30° относительно поверхности экспериментального образца с сформированными на поверхности многослойным покрытием). Схематическое изображение ассиметричной съемки при постоянных углах Ψ показано на фиг.4.

При ассиметричной съемке осуществляют сканирование $2\Theta_{\Psi}$ относительно каждого определенного углового положения рефлексов (hkl) для всех фаз, составляющих многослойное покрытие, определенных по симметричной схеме съемки. Сканирование осуществляют в диапазоне углов $2\Theta_{\Psi}$, необходимом для описания профиля рефлекса на рентгенограмме относительно каждого определенного на первом этапе углового положения рефлексов (hkl) фаз.

Для количественных расчетов величины напряжений в многослойных покрытиях, угол Θ_0 необходимо брать исходя из графика зависимости $2\Theta_{\Psi_x} - \sin^2\Psi$, откуда $2\Theta_0 -$

это экстраполяционное значение линейно аппроксимированных значений зависимости $2\Theta_{\Psi_x} - \sin^2\Psi$ на $\Psi=90^\circ$.

Так же, как и в прототипе в предлагаемом изобретении используется излучение в рентгеновском диапазоне, и определение внутренних напряжений происходит методом $\sin^2\psi$, однако метод, описанный в CN112326084 (A) основан на предположении, что исследуемый материал химически однороден (для расчёта напряжений используется единый коэффициент Пуассона).

В предлагаемом с применением методики $\sin^2\psi$ для определения напряжений многослойного покрытия, используется формула, предполагающая, что коэффициент Пуассона в зависимости от материала слоя многослойного покрытия будет неодинаков, и дающая возможность произвести количественную оценку коэффициента Пуассона многослойного покрытия в целом.

Предварительно перед серией съёмов определяется модуль упругости многослойных покрытий. Для этого производится наноиндентирование поверхности с многослойным покрытием. Наноиндентирование поверхности с многослойными покрытиями необходимо проводить с использованием нанотвердомера, обеспечивающим нагрузку на наноиндентор и время выдержки нагрузки наноиндентора для глубины отпечатка не превышающей 1/3 от толщины многослойного покрытия. Для обеспечения однообразности результатов измерений наноиндентирования и определения модуля упругости необходимо проводить минимальное количество уколов наноиндентирования равное 3 при одинаковых нагрузке и прочих параметров наноиндентирования.

При определении эффективного модуля упругости (E^*) после наноиндентирования необходимо руководствоваться методом Оливера – Фарра, формула:

$$E^* = \left(\frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right)^{-1},$$

где ν – коэффициент Пуассона многослойного покрытия, E – модуль упругости многослойного покрытия, ν_{ind} – коэффициент Пуассона алмазного наноиндентора нанотвердомера (0,07), E_{ind} – модуль упругости алмазного наноиндентора нанотвердомера (1410 ГПа).

E определяется на основании наклона кривой разгрузки при проведении испытания наноиндентирования, характеристики нанотвердомера (ν_{ind} , E_{ind}) известны.

Коэффициент Пуассона многослойного покрытия (ν_{MII}) необходимо получить по правилу механической смеси (формула 2):

$$\nu_{MII} = V_1 \times \nu_1 + V_2 \times \nu_2,$$

где V_1 – объем материала покрытия 1, ν_1 – коэффициент Пуассона материала покрытия 1, V_2 – объем материала покрытия 2, ν_2 – коэффициент Пуассона материала покрытия 2. При этом, очевидно, объемные доли материалов должны быть нормированы на единицу.

Для расчета коэффициента Пуассона необходимо учитывать объемные доли компонент многослойного покрытия. Для этого, необходимо применить методы растровой электронной микроскопии (РЭМ) или иные методы для определения толщины слоев покрытия и позволяющие идентифицировать отдельной слой по химическому составу.

Определение остаточных напряжений в многослойных наноструктурированных покрытиях с учетом неоднородности коэффициента Пуассона, что повышает точность

их количественного вычисления, наряду с использованием предложенной серии съёмок и диапазонами выбранных углов ψ для асимметричной схемы съёмки.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ.

Далее настоящее изобретение будет описано в виде примеров со ссылкой на
5 сопровождающие чертежи, на которых:

На фиг. 1 приведено изображение многослойного покрытия ZrCrN, полученное при помощи растровой электронной микроскопии

На Фиг. 2 представлено схематичное изображение метода симметричной съёмки (фокусировка по Брэггу-Брентано) для определения фазового состава образца с
10 многослойным покрытием, где 1 – экспериментальный образец с сформированными на поверхности многослойным покрытием, 2 – источник монохроматического излучения, 3 – падающий пучок монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения, 4 – дифрагированный пучок монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения, 5 – детектор монохроматического
15 синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения, Θ – угол между поверхностью образца и падающим пучком монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения, равен углу между поверхностью образца и дифрагированным пучком монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения.

На фиг. 3 представлено схематическое изображение асимметричной съёмки с использованием синхротронного излучения для количественного определения величины напряжений в многослойных покрытиях в процессе синхротронных исследований. 1 –
20 экспериментальный образец с сформированными на поверхности многослойным покрытием, 2 – источник монохроматического излучения, 3 – падающий пучок монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения с фиксированным углом падения Ψ , 4 – дифрагированный пучок монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения, 5 – детектор
25 монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения, δ – угол между поверхностью образца и дифрагированным пучком монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения.
30

На фиг. 4 приведена рентгенограмма экспериментального образца с сформированными на поверхности многослойными покрытиями ZrCrN, произведенная методом симметричной съёмки (фокусировка по Брэггу-Брентано) с обозначением рефлексов цифрами, подлежащими дальнейшей серии ассиметричных съёмок при
35 постоянных углах Ψ .

На фиг. 5 приведена серия несимметричных съёмок с использованием синхротронного излучения в диапазоне угла 2Θ $65^\circ - 77^\circ$ для рефлекса (222) фазы ZrN с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° . Красным цветом и рамкой выделен диапазон анализируемого рефлекса.

40 На фиг. 6 приведена линейная зависимость положения дифракционного максимума от фиксированного угла Ψ .

На фиг. 7 приведена серия несимметричных съёмок с использованием синхротронного излучения в диапазоне угла 2Θ $33^\circ - 41^\circ$ для рефлексов (111) и (200) фазы ZrN, имеющих близкое угловое положение 2Θ с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° . Красным
45 цветом и рамкой выделен диапазон анализируемого рефлекса.

На фиг. 8 приведена серия несимметричных съёмок с использованием синхротронного излучения в диапазоне угла 2Θ $38^\circ - 50^\circ$ для рефлекса (200) фазы CrN с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° . Красным цветом и рамкой выделен диапазон анализируемого

рефлекса.

На фиг. 9 приведена зависимость углового положения ($2\Theta_{\psi_x}$) рефлекса (111) фазы ZrN от $\sin^2\psi$.

На фиг. 10 приведена зависимость углового положения ($2\Theta_{\psi_x}$) рефлекса (200) фазы ZrN от $\sin^2\psi$.

На фиг. 11 приведена зависимость углового положения ($2\Theta_{\psi_x}$) рефлекса (200) фазы CrN от $\sin^2\psi$.

ЛУЧШИЙ ВАРИАНТ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В качестве экспериментальных образцов для количественного определения величины внутренних (остаточных) напряжений в покрытиях в процессе проведения синхротронных исследований были выбраны образцы с наноструктурированным многослойным покрытием ZrCrN, состоящим из 35 слоев ZrN и 35 слоев CrN. Средняя толщина слоя ZrN равна $67,7 \pm 7,4$ нм, для слоев CrN средняя толщина слоя равна $64,1 \pm 6,4$ нм.

Размеры образцов с многослойным покрытием были следующие: круг, диаметром 15 мм, толщиной 3 мм.

Перед началом исследований на количественное определение величины напряжений в многослойных покрытиях, для образцов с покрытиями определяли модуль упругости многослойных покрытий образцов с покрытием ZrCrN. Для этого производили наноиндентирование поверхности образца с многослойным покрытием.

После наноиндентирования методом Оливера – Фарра рассчитывается эффективный модуль упругости по формуле:

$$E^* = \left(\frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right)^{-1}, \text{ где } \nu - \text{коэффициент Пуассона многослойного покрытия, } E -$$

модуль упругости многослойного покрытия, ν_{ind} - коэффициент Пуассона алмазного наноиндентора нанотвердомера E_{ind} - модуль упругости алмазного наноиндентора нанотвердомера.

E определяется на основании наклона кривой разгрузки при проведении испытания наноиндентирования, характеристики нанотвердомера «Instruments» $\nu_{ind}(0,07)$, $E_{ind}(1410 \text{ ГПа})$ известны.

Коэффициент Пуассона многослойного покрытия ($\nu_{МП}$) определяли по правилу механической смеси:

$$\nu_{МП} = V_1 \times \nu_1 + V_2 \times \nu_2,$$

где V_1 - объем материала покрытия 1, ν_1 - коэффициент Пуассона материала покрытия 1, V_2 - объем материала покрытия 2, ν_2 - коэффициент Пуассона материала покрытия 2.

Для определения толщины слоев покрытия и идентификации каждого слоя по химическому составу использовали метод растровой электронной микроскопии (РЭМ).

На фиг.1 приведено изображение, полученное методом РЭМ исследуемого образца многослойного покрытия ZrCrN. Общая толщина покрытия составляет 46,1 мкм. Так как Zr имеет больший атомный номер, то в режиме фазового контраста это будет проявляться как светлые слои в многослойном покрытии.

Следующим этапом рассчитывали среднюю толщину слоев ZrN и CrN.

В исследуемом образце, многослойное покрытие ZrCrN состоит из 35 слоев ZrN и 35 слоев CrN. Средняя толщина слоя ZrN равна $67,7 \pm 7,4$ нм, для покрытия CrN средняя

толщина слоя $64,1 \pm 6,4$ нм. Затем рассчитываются объемные доли, нормированные на единицу, каждой компоненты многослойного покрытия.

Значения коэффициентов Пуассона для исходных материалов покрытия ZrN и CrN взяты из справочной информации, например [1,2].

5 Для компоненты многослойного покрытия ZrN коэффициент Пуассона равен 0,24, для компоненты CrN равен 0,28.

Рассчитываем коэффициент Пуассона для исследуемого:

$$\nu_{\text{MII}} = 0,51366 \times 0,24 + 0,48634 \times 0,28 = 0,26$$

10 Соответственно, эффективный модуль упругости для исследуемого образца многослойного покрытия ZrCrN составит:

$$E^* = \left(\frac{1-0,26^2}{403 \times 10^9} + \frac{1-0,07^2}{1410 \times 10^9} \right)^{-1} = 331 \text{ ГПа}$$

15 Минимальное количество испытаний наноиндентирования должно быть равно трем. Результаты трех испытаний показали значение эффективного модуля равным 331 ГПа. Усредняем результаты расчетов модуля упругости минимум трех измерений по формуле:

$$\bar{E}^* = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N E_i^*,$$

20 где \bar{E}^* - среднее значение (331 ГПа) эффективного модуля упругости, используемое для количественного определения величины напряжений в многослойных покрытиях в процессе синхротронных исследований, E_i^* - эффективный модуль упругости для каждого i -го испытания наноиндентирования.

Эффективный модуль упругости \bar{E}^* приведен в Таблице в графе 4 и равен 331 ГПа.

25 Далее проводили собственно исследования для определения внутренних напряжений многослойных покрытий с использованием синхротронных рентгеновских исследований и с применением метода $\sin^2 \Psi$.

Для этого, с использованием синхротронного излучения производили серию съемок экспериментальных образцов.

30 В настоящем изобретении предлагается проведение серии съемок рентгенограмм в 2 этапа с использованием монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне.

Преобразование широкополосного пучка синхротронного излучения в монохроматическое излучение в рентгеновском диапазоне излучения производят 35 посредством применения кристалла-монокроматора (для получения монохроматического излучения в рентгеновском диапазоне излучения), а для сужения геометрической формы сечения пучка монохроматического излучения его пропускают через щель коллиматора.

Перед экспонированием образцы устанавливали на гониометре.

40 Первый этап. Получение рентгенограммы методом симметричной съемки (фокусировка по Брэггу-Брентано) по схеме симметричного движения излучателя монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения и детектора измерения интенсивности отраженного монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения от межатомных 45 плоскостей многослойного покрытия в интервале углов 2Θ от 20 до 90° , покрывающих диапазон углов дифракции материала, на котором идентифицируются структурные рефлексы фаз многослойного покрытия.

Схематичное представление симметричной схемы съемки показано на фиг. 2.

Этап симметричной схемы съемки предназначен для определения положения угла $2\theta_0$ с целью идентификации присутствующих в покрытии фаз. Полученная рентгенограмма приведена на фиг.3.

Цифрами 1-4 на фиг.3 обозначены рефлексы, для которых на втором этапе будет производиться последовательная серия несимметричных съемок для количественного определения величины напряжений в многослойных покрытиях. Отмеченные рефлексы 1, 2, 3, 4 принадлежат соответственно рефлексам фаз многослойного покрытия ZrCrN: ZrN (111); ZrN (200); CrN (200); ZrN (222).

Второй этап. Производили серию ассиметричных съемок при постоянных углах Ψ - направление падающего пучка монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне равных: $0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, 15^\circ, 20^\circ, 25^\circ, 30^\circ$, относительно поверхности экспериментального образца.

Схематическое изображение ассиметричной съемки при постоянных углах Ψ показано на фиг. 4.

Для вычисления величины напряжений взяты характерные рефлексы, полученные и идентифицированные в процессе съемки по симметричной схеме (фокусировка по Брэггу-Брентано), на фиг.3, принадлежащие следующим рефлексам фаз многослойного покрытия ZrCrN: ZrN (111); ZrN (200); CrN (200); ZrN (222).

На фиг. 5 проиллюстрирована серия ассиметричных съемок при постоянных углах Ψ с использованием синхротронного излучения в диапазоне угла 2θ $65 - 77^\circ$ для рефлекса (222) фазы ZrN с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° . Красным цветом и рамкой выделен диапазон анализируемого рефлекса.

Полученные точки наносят на график в координатах $2\theta_{\Psi x}$ – ордината, $\sin^2\Psi$ – абсцисса и аппроксимируют линейной функцией.

На фиг. 6 приведена, соответствующая данной серии линейная зависимость положения дифракционного максимума от фиксированного угла Ψ .

Далее проводят серию аналогичных несимметричных съемок с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° :

– для рефлексов (111) и (200) фазы ZrN, имеющих близкое угловое положение 2θ с в диапазоне углов синхротронного излучения 2θ от 33° до 41° ;

– для рефлекса (200) фазы CrN в диапазоне углов синхротронного излучения 2θ от 38° до 50° .

На фиг. 7 приведена серия несимметричных съемок с использованием синхротронного излучения в диапазоне угла 2θ $33^\circ - 41^\circ$ для рефлексов (111) и (200) фазы ZrN, имеющих близкое угловое положение 2θ с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° . Красным цветом и рамкой выделен диапазон анализируемого рефлекса.

На фиг. 8 приведена серия несимметричных съемок с использованием синхротронного излучения в диапазоне угла 2θ $38^\circ - 50^\circ$ для рефлекса (200) фазы CrN с вариацией угла Ψ от 0° до 30° с шагом 5° . Красным цветом и рамкой выделен диапазон анализируемого рефлекса.

Полученные рентгенограммы с использованием монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения обрабатывались соответствующим программным обеспечением, позволяющим численно оценить положение анализируемых рефлексов фаз многослойного покрытия ZrCrN (ZrN (111); ZrN (200); CrN (200); ZrN (222)) для каждой серии несимметричных съемок, представленных на фиг.5, 7, 8.

На фиг. 9 приведена зависимость углового положения ($2\theta_{\Psi x}$) рефлекса (111) фазы ZrN от $\sin^2\Psi$.

На фиг. 10 приведена зависимость углового положения ($2\Theta_{\Psi_X}$) рефлекса (200) фазы ZrN от $\sin^2 \Psi$.

На фиг.11 приведена зависимость углового положения ($2\Theta_{\Psi_X}$) рефлекса (200) фазы CrN от $\sin^2 \Psi$.

Из фиг. 6, 9, 10 и 11 линейно аппроксимированной зависимости $2\Theta_{\Psi_X} - \sin^2 \Psi$ для каждого рефлекса: (222) фазы ZrN, (111) ZrN, (200) ZrN и 200 CrN методом экстраполяции на $\Psi=90^\circ$ вычисляют значение $2\Theta_0$ и тоже вносят в Таблицу.

В Таблицу (графа 3) также внесены данные vПМ, рассчитанные по правилу смеси и эффективный модуль упругости \bar{E}^* , ГПа (графа 4).

Затем для каждого рефлекса рассчитывают на основании полученных значений $2\Theta_0$, $\nu_{\text{ПМ}}$ и \bar{E}^* коэффициент М по формуле:

$$M = -\frac{E^*}{2(1+\nu_{\text{ПМ}})} \times \text{ctg} \Theta_0 \times \frac{\pi}{180} [\text{МПа} / \text{град}].$$

Вычисленные значения коэффициент М приведены в Таблице в графе 7.

По данным наклона линейно аппроксимированной зависимости $2\Theta_{\Psi_X} - \sin^2 \Psi$ (фиг. 6, 9-11) выбранных анализируемых рефлексов фаз многослойного покрытия ZrCrN (ZrN (111); ZrN (200); CrN (200); ZrN (222)) рассчитывают коэффициент K_A по формуле $K_A(\text{hkl})=d(2\Theta_{\Psi_i})/d(\sin^2 \psi_i)$.

Вычисленный коэффициент K_A приведен в Таблице в графе 6 для каждого анализируемого рефлекса фаз многослойного покрытия ZrCrN.

Количественное определение величины напряжений анализируемых рефлексов фаз многослойного покрытия ZrCrN: (ZrN (111); ZrN (200); CrN (200); ZrN (222)) рассчитывают по формуле:

$$\sigma_x = M \times K [\text{МПа}].$$

Вычисленное значение остаточного напряжения для каждого рефлекса приведено в Таблице в графе 8.

Отрицательно значение напряжения означает, что напряжения сжимающие.

Таблица – результаты количественного определения величины напряжений в многослойных покрытиях в процессе синхротронных исследований

Материал покрытия	Анализируемый рефлекс покрытия	vПМ, рассчитанный по правилу смеси	Эффективный модуль упругости (\bar{E}^*), ГПа	$2\Theta_0$, град	Коэффициент К, град	Коэффициент М, МПа/град	σ_x , МПа
1	2	3	4	5	6	7	8
ZrCrN	ZrN (111)	0,26	331	35.436	1.62021	1.08E+03	1.74E+03
	ZrN (200)	0,26	331	40.826	1.71761	-1.73E+01	-2.97E+01
	CrN (200)	0,26	331	44.636	0.51213	-6.76E+03	-3.46E+03
	ZrN (222)	0,26	331	68.550	-2.2844	7.90E+03	-1.80E+04

Используемая литература

[1] A.T.A. Meenaatci, Pressure induced phase transition of ZrN and HfN: a first principles study, J. At. Mol. Sci. 4 (2013) 321–335. <https://doi.org/10.4208/jams.121012.012013a>.

[2] J.A. Sue, A.J. Perry, J. Vetter, Young's modulus and stress of CrN deposited by cathodic vacuum arc evaporation, Surf. Coatings Technol. 68–69 (1994) 126–130. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(94\)90149-X](https://doi.org/10.1016/0257-8972(94)90149-X).

(57) Формула изобретения

1. Способ измерения внутренних напряжений многослойных наноструктурированных покрытий с использованием монохроматического синхротронного рентгеновского излучения, характеризующийся тем, что включает этапы:

– установка образца, имеющего на поверхности многослойное наноструктурированное покрытие, на гониометре с возможностью использования симметричной схемы съемки;

– экспонирование упомянутого образца путем воздействия монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне в диапазоне углов 2Θ , выбранном в зависимости от материала многослойного покрытия;

– регистрация и запись рентгенограммы, полученной после экспонирования по упомянутой схеме съемки с фокусировкой по Брэггу-Брентано,

– определение угловых положений рефлексов (hkl) и идентификация всех фаз многослойного покрытия в пределах упомянутой зарегистрированной рентгенограммы,

– повторные пошаговые установки упомянутого образца на гониометре с возможностью использования несимметричной схемы съемки, обеспечивающей постоянный угол Ψ между поверхностью образца с упомянутым покрытием и падающим пучком синхротронного рентгеновского излучения, при этом первоначально угол Ψ выбран равным 0° , а затем его изменяют с шагом 5° для каждой съемки серии до достижения значения $\Psi=30^\circ$;

– экспонирование упомянутого образца при каждом выбранном значении угла Ψ путем воздействия синхротронного рентгеновского излучения в диапазоне углов сканирования $2\Theta_\Psi$, необходимом для описания профиля рефлекса на рентгенограмме относительно каждого определенного углового положения рефлексов (hkl) для каждой фазы, составляющей многослойное покрытие, определенных при симметричной схеме съемки;

– определение смещения угловых положений всех рефлексов (hkl) для всех фаз, составляющих многослойное покрытие, в пределах каждой зарегистрированной рентгенограммы несимметричной схемы съемки;

– количественное вычисление остаточного напряжения многослойного наноструктурированного покрытия на основе значений константы напряжения $M(hkl)$ и коэффициента смещения $K_\Delta(hkl)$ углового положения $2\Theta_\Psi$ рефлексов (hkl), составляющих покрытие, по формуле:

$$\sigma_x = M(hkl) \times K_\Delta(hkl) [МПа].$$

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что коэффициент смещения $K_\Delta(hkl)$ углового положения $2\Theta_\Psi$ рефлексов (hkl) для всех фаз, составляющих многослойное покрытие, определяют по формуле:

$$K_\Delta(hkl) = d(2\Theta_{\Psi_i}) / d(\sin^2 \psi_i),$$

где $2\Theta_{\Psi_i}$ угловое положение рефлекса (hkl) рассматриваемой фазы при заданном значении угла ψ_i .

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что константы напряжения $M(hkl)$ каждого углового положения 2Θ рефлексов (hkl) для всех фаз, составляющих многослойное покрытие, определяют по формуле:

$$M(hkl) = -\frac{\bar{E}^*}{2(1+\nu_{м})} \times \text{ctg} \Theta_0 \times \frac{\pi}{180} [МПа / град],$$

где $\nu_{МП}$ - коэффициент Пуассона многослойного наноструктурированного покрытия,
 \bar{E}^* - эффективный модуль упругости.

4. Способ по п.3, отличающийся тем, что коэффициент Пуассона многослойного наноструктурированного покрытия ($\nu_{МП}$) определяют по правилу смеси как:

$$\nu_{МП} = V_1 \times \nu_1 + V_2 \times \nu_2,$$

где V_1 – объем материала покрытия 1, ν_1 – коэффициент Пуассона материала покрытия 1, V_2 – объем материала покрытия 2, ν_2 – коэффициент Пуассона материала покрытия 2.

5. Способ по п.3, отличающийся тем, что положения $2\Theta_0$ фаз, составляющих многослойное покрытие, в ненапряженном состоянии определяют методом экстраполяции графика линейной зависимости углового положения $2\Theta_{\psi}$ рефлекса (hkl) от $\sin^2 \psi$.

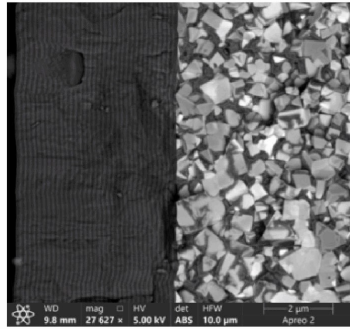
6. Способ по п.3, отличающийся тем, что эффективный модуль упругости E^* определяют посредством наноиндентирования с использованием метода Оливера – Фарра:

$$E^* = \left(\frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right)^{-1},$$

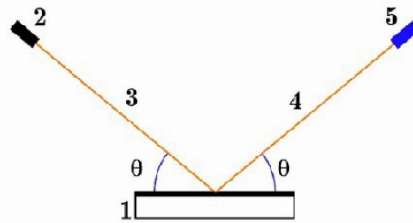
где ν – коэффициент Пуассона многослойного покрытия, определенный по правилу смеси, E – модуль упругости многослойного покрытия, определенный из наклона кривой разгрузки при наноиндентировании, ν_{ind} - коэффициент Пуассона наноиндентора нанотвердомера, E_{ind} – модуль упругости наноиндентора нанотвердомера.

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что для получения монохроматического синхротронного рентгеновского излучения осуществляют преобразование широкополосного пучка синхротронного излучения в монохроматическое излучение в рентгеновском диапазоне излучения посредством применения кристалла-монохроматора для получения монохроматического излучения в рентгеновском диапазоне излучения и коллиматорных щелей для сужения геометрической формы сечения пучка монохроматического излучения в рентгеновском диапазоне излучения.

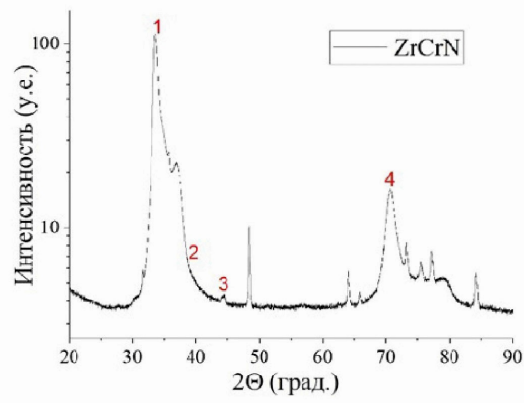
1



Фиг.1

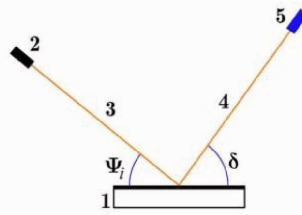


Фиг.2

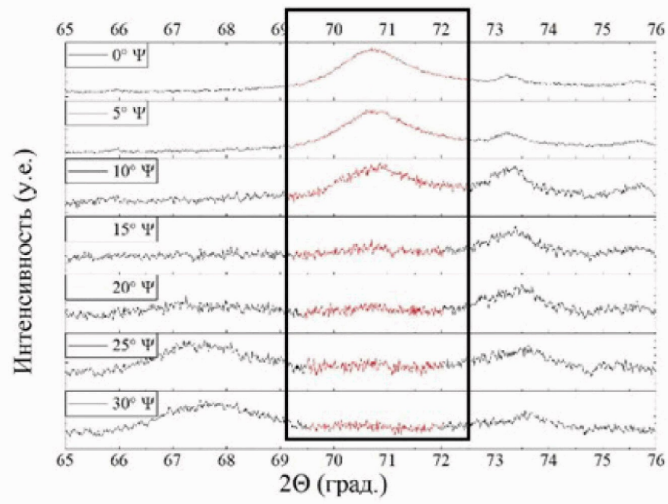


Фиг.3

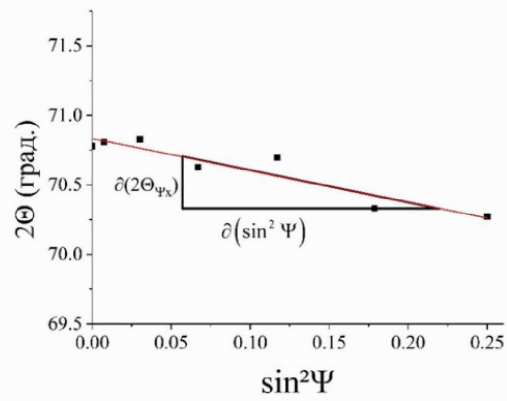
2



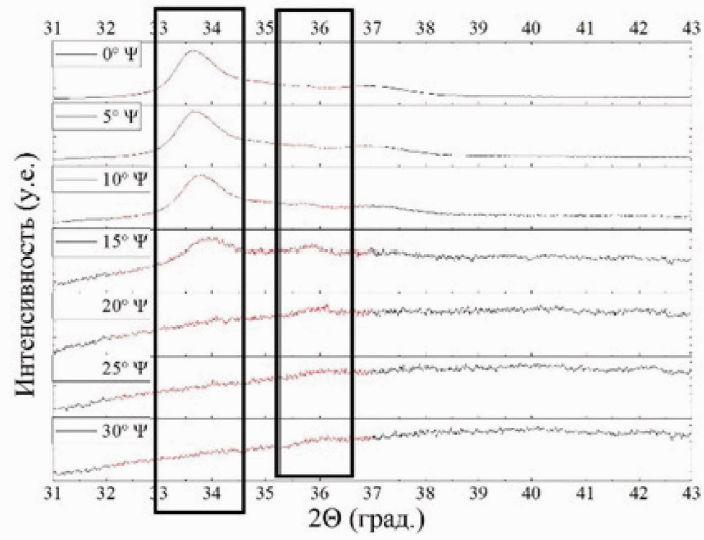
Фиг. 4



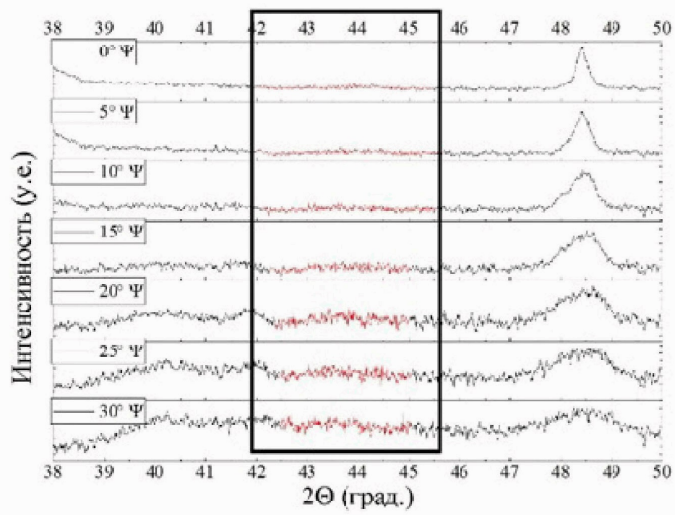
Фиг. 5



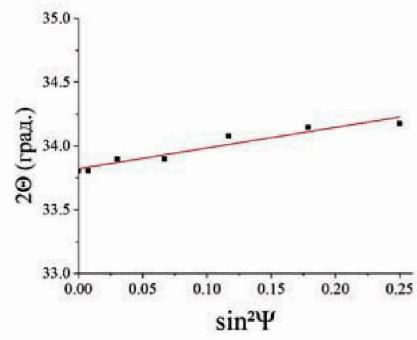
Фиг. 6



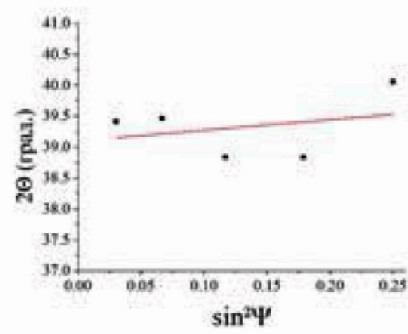
Фиг. 7



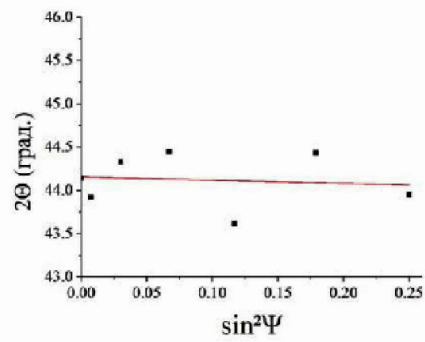
Фиг. 8



Фиг.9



Фиг. 10



Фиг.11