

# ЭЛЕМЕНТЫ МСТ И МИКРОСИСТЕМЫ

УДК 621.38:57.088

А. А. Каракин, д-р хим. наук,  
Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова  
Fax: (095) 9395417, e-mail: karyakin@chem.msu.ru

## БИОСЕНСОРЫ И БИОМОЛЕКУЛЯРНАЯ ЭЛЕКТРОНИКА

*Статья посвящена введению в предметы биомолекулярной электроники и биологических сенсоров. Рассмотрены устройство и принцип действия биологических сенсоров. Предложена классификация биосенсоров по типу используемого трансдьюсера и по природе "биоузнавающего" элемента. В качестве примера современных биологических сенсоров описаны результаты, полученные в Лаборатории биосенсоров и биомолекулярной электроники МГУ: наилучший трансдьюсер для определения пероксида водорода "искусственная пероксидаза" и наиболее чувствительные и селективные биосенсоры с использованием ферментов-оксидаз.*

Термин "биомолекулярная электроника" появился сравнительно недавно для определения области естествознания, являющейся современным преемником биоэлектрохимии. С одной стороны, достижения электрохимии позволили выйти на молекулярный уровень исследований — сегодня представляется возможным проследить перенос одного электрона или "увидеть" биомолекулу. С другой стороны, специфика использования биологических объектов диктует необходимость расширения традиционных рамок предмета электрохимии и применения подходов биохимии, энзимологии и молекулярной биологии для модификации, иммобилизации и последующего изучения свойств биомолекул. Объединение вышеуказанных областей термином "электроника", по-видимому, выражает надежду на создание в будущем компьютеров с биологическими интеллектуальными элементами. По крайней мере, современные биологические сенсоры уже представляют собой универсальные устройства вывода информации для биокомпьютерных систем.

В настоящее время достижения биоэлектрохимии и биомолекулярной электроники ориентированы в основном на создание биологических датчиков и биоаналитических устройств. Биосенсорика, бесспорно, стала важной и независимой областью современной аналитической химии. Кроме того, как уже указывалось, биосенсоры можно рассматривать как устройства вывода информации с

позиций разработки биокомпьютеров. Поэтому неудивительно, что большинство исследований в области биомолекулярной электроники ориентировано на возможность создания биосенсоров. Независимо от этого исследования в области ферментных электродов были недавно оживлены углубляющимся энергетическим кризисом, обусловившим финансирование разработок биотопливных элементов.

Вернемся, однако, к проблеме биосенсоров. Неужели в современной аналитической химии нет универсальных методов, позволяющих проводить высокочувствительный и избирательный анализ? Напротив, хромато-масс-спектрометрия превосходит биосенсорику по обоим указанным параметрам. Вспомним сенсационный скандал с отменой феноменального рекорда в беге на 100 м на Сеульской Олимпиаде. Виновник был пойман на применении допинга именно с помощью хромато-масс-спектрометра. Вспомним, однако, во что обошлось устроителям приобретение, адаптация и обслуживание прибора: 6 млн долл. за сам прибор и еще несколько миллионов за обслуживание. Вряд ли рядовая лаборатория, а тем более рядовой пациент способны содержать такой прибор для одного или нескольких рутинных анализов. Кроме того, современная клиническая диагностика все с большим пристрастием рассматривает возможность имплантации, т. е. вживления датчиков для непрерывного контроля ключевых компонентов крови. Вряд ли универсальные аналитические приборы типа хромато-масс-спектрометра могут быть имплантированы...

Требования современного анализа — это чувствительность, избирательность, дешевизна, простота и экспрессность. Следует также подчеркнуть, что отсутствие стадий подготовки пробы позволит осуществлять непрерывный контроль за содержанием анализируемого вещества. Для имплантации также важной является возможность миниатюризации датчиков. Биологические сенсоры, действие которых основано на чувствительности и избирательности биологических молекул, как нельзя лучше удовлетворяют указанным требованиям. Областями применения биосенсоров и биоаналитических устройств на их основе являются: клиническая диагностика, различные области промышленности и охрана окружающей среды.

Устройство и принцип работы биоэлектронных устройств, в том числе и биологических сенсоров, удобно рассматривать на примере последних (рис. 1). Согласно рекомендации IUPAC [1], биосенсором

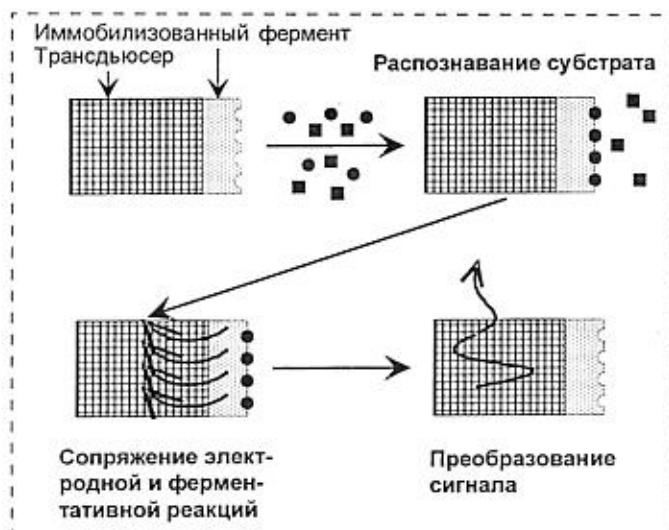


Рис. 1. Принципиальная схема действия биосенсора

следует считать устройство, состоящее из трансдьюсера, или преобразователя сигнала, и иммобилизованного биологического элемента. На первом этапе действия биосенсора происходит "узнавание" биоэлементом специфического для него вещества из многокомпонентной смеси. Вторую стадию следует считать ключевой для работы биосенсора. Здесь необходимо организовать преобразование информации о протекании биохимической реакции в форму электрического или другого (например, оптического) сигнала. На последней стадии электрический сигнал от трансдьюсера преобразуется в нужную форму. С позиций биокомпьютеров предложенная схема является не чем иным, как путем вывода информации. Для ввода информации необходимо схему действия биосенсора пройти в обратном направлении, т. е. в ответ на электрический сигнал необходимо добиться протекания биохимической реакции. Следует, однако, отметить, что прямой и обратный путь на рис. 1 не эквивалентны, и биоэлектронные устройства вывода информации далеко не всегда могут оказаться пригодными для ввода.

Биосенсоры удобно классифицировать как по типу трансдьюсеров, так и по типу элемента, осуществляющего "биоузнавание". Типы трансдьюсеров определяются физико-химическими основами их действия и позволяют разделить биологические сенсоры на следующие основные категории: электрохимические, оптические и гравиметрические. Бесспорное преимущество здесь за **электрохимическими биосенсорами**. Это и не удивительно: ведь электрохимические датчики преобразуют биохимический сигнал сразу в электрическую формулу, а именно электричество — это "кровь" современных компьютеров и прочих систем обработки информации. Кроме того, электрохимические датчики менее зависимы от так называемых "эффектов

"среды" по сравнению с оптическими устройствами. Наиболее перспективным из последних считается метод поверхностного плазмонного резонанса, который, кстати, заключается в изучении характеристик электрического поля, распространяющегося от металлической поверхности в глубь исследуемого раствора. Эта задача входит в сферу интересов электрохимии и, очевидно, решаема также и с использованием ее методов.

**Гравиметрическими** называются датчики на основе кварцевых резонаторов, изменение резонансной частоты которых напрямую связано с изменением массы у поверхности датчика. Эта зависимость, однако, справедлива только в определенных случаях, например при осаждении металлов. Адсорбция полимеров и, в частности, биологических молекул за счет изменения вязкости и поверхностного натяжения может заключаться как в кажущемся увеличении, так и в уменьшении массы на поверхности. Известны, например, ДНК-зонды, которые в ответ на сорбцию одноцепочечного олигонуклеотида показывают уменьшение, а не ожидаемое увеличение массы. Но ведь так можно получить и полное отсутствие отклика...

Таким образом, поиск альтернативных физических принципов действия биосенсоров до настоящего времени не позволил создать универсального трансдьюсера, который мог бы оспорить лидирующее положение электрохимических датчиков.

Биологические датчики могут быть также классифицированы по типу биологического элемента, осуществляющего "узнавание". С позиций разработки биосенсоров важным является разделение "биологического узнавания" на продуктивное и непродуктивное (рис. 2). К продуктивному узнаванию следует, в первую очередь, отнести действие ферментов. В результате связывания последних со специфическим субстратом протекает химическая реакция, приводящая к образованию продукта. Непродуктивное, но в то же время высокоизбирательное взаимодействие осуществляют следующие биологические системы: антиген—антитело, лиганд—рецептор и комплементарные одноцепочечные олигонуклеотиды (ДНК).

Несомненно, проще детектировать протекание химической реакции, нежели образование непро-

Продуктивное «биоузнавание»	Непродуктивное «биоузнавание»
$E + S \rightleftharpoons ES \rightarrow E + P$	$Ab + Ag \rightleftharpoons AbAg$
Ферменты	Антитело-антитело
	Лиганд-рецептор
	ДНК

Рис. 2. Типы биоузнавания

дуктивных комплексов. Поэтому биосенсоры на основе ферментов занимают сегодня лидирующее положение как среди научных разработок, так и среди коммерческих сенсорных систем. Однако ферментные электроды не в состоянии охватить весь необходимый набор ключевых веществ, требующих независимого контроля, что обуславливает пристальное внимание к биологическим датчикам на основе непродуктивного биоузнавания.

Для иллюстрации научных подходов и путей практического применения биосенсоров уместно кратко вспомнить историю создания биосенсоров, а также рассмотреть одну из наших собственных разработок, наиболее завершенную и пригодную для практического применения.

Известно, что более 90 % всех коммерчески значимых биосенсоров и аналитических наборов на основе ферментов основаны на действии ферментов — оксидаз. Эти ферменты окисляют свой специфический субстрат кислородом воздуха по следующей реакции:



При этом кислород восстанавливается до пероксида водорода. Наиболее известным примером таких ферментов является глюкозооксидаза. С использованием этого фермента, собственно, и был создан первый биосенсор.

Первое сообщение о создании биосенсора было сделано в 1962 г. на заседании Нью-Йоркской Академии Наук учеными Кларком и Лайонсом [2]. Они поместили глюкозооксидазу в пространство кислород-чувствительного электрода. Наблюдаемая скорость поглощения  $\text{O}_2$  коррелировала с концентрацией глюкозы, что позволило проводить измерение последней в широком диапазоне концентраций.

Несмотря на то, что описанный глюкозный датчик вскоре лег в основу прибора, выпускаемого по сей день компанией Yellow Springs Instruments, измерение концентрации кислорода оказалось неудобным для функционирования биосенсора по следующим причинам:

- в равновесии с воздухом концентрация кислорода в водных растворах высока (0,2 моль), что затрудняет анализ низких концентраций анализируемых веществ;
- в реальных объектах концентрация кислорода может сильно варьировать, например, в венозной крови кислорода в десять раз меньше, чем в артериальной;
- побочный продукт реакции — пероксид водорода — способен восстанавливаться электрохимически в тех же условиях, что приводит к ошибкам в анализе.

Предложенная в начале 70-х годов амперометрическая детекция пероксида водорода как принцип действия оксидазных биосенсоров позволила понизить предел обнаружения анализируемых веществ до микромолекулярного уровня [3]. Этот принцип сопряжения электродной и оксидазной реакций является наиболее прогрессивным и сегодня. Открытие в 80-х годах медиаторных систем [4], которые легли в основу биосенсоров второго поколения, тем не менее не позволило добиться преимуществ в чувствительности и избирательности при анализе реальных объектов.

В 70-х годах амперометрическая детекция пероксида водорода проводилась на платиновых электродах и имела один существенный недостаток. Для осуществления детекции требовалось приложение высокого окислительного потенциала (+0,6 В относительно хлорсеребряного электрода, ХСЭ). В то же время в реальных объектах существует огромный набор веществ, которые легко окисляются на платине и прочих благородных металлах в тех же условиях. Причем скорость окисления подобных восстановителей настолько высока, что их мешающий отклик в несколько раз превышает сигнал ферментного электрода на анализируемое вещество. Уменьшить мешающее действие восстановителей можно, в первую очередь, понижая потенциал индикаторного электрода. Таким образом, важнейшей проблемой разработки оксидазных биосенсоров является осуществление низкопотенциальной детекции пероксида водорода.

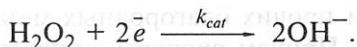
До недавнего времени единственной системой, в которой пероксид водорода селективно восстанавливался в присутствии кислорода, был ферментный электрод на основе пероксидазы [5]. Однако некоторые из указанных выше восстановителей являются субстратами фермента пероксидазы, и, таким образом, ферментный электрод не позволяет избежать их мешающего действия. К недостаткам биоэлектрохимической системы детекции  $\text{H}_2\text{O}_2$  следует также отнести значительно более низкую стабильность. Кроме того, биосенсоры на основе пероксидазного электрода требуют совместной иммобилизации нескольких ферментов, катализирующих последовательные реакции, что также уменьшает стабильность и воспроизводимость датчиков.

Наше внимание привлекла Берлинская лазурь, или феррицианид трехвалентного железа ( $\text{Fe}_4^{\text{III}} [\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6]_3$ ), как электрокатализатор. Берлинская лазурь является одним из первых координационных соединений, известных химии. Сообщения об ее открытии восходят к началу XVIII века [6]. И, тем не менее, лишь в 1978 г. была показана способность Берлинской лазури образовывать электроактивные покрытия на поверхности элек-

тродов [7], что обусловило ее использование в качестве электрокатализатора.

Возможность избирательного определения перекиси водорода по реакции ее восстановления в присутствии кислорода на электродах, модифицированных берлинской лазурью, впервые была продемонстрирована в работах нашей группы в 1994 г. [8]. В дальнейшем, оптимизируя процедуру осаждения пленок Берлинской лазури на электродах, нам удалось синтезировать селективный в широком диапазоне потенциалов электрокатализатор восстановления  $H_2O_2$  [9, 10]. При нулевом потенциале (ХСЭ), являющемся оптимальным для работы ферментных электродов, регистрируемый ток восстановления  $H_2O_2$  в несколько сотен раз превышал ток восстановления кислорода.

Нами была исследована кинетика реакции восстановления пероксида водорода, катализируемая Берлинской лазурью [11, 12]. В нейтральных средах схема реакции имеет следующий вид:



Для электролов, покрытых пленкой поликристалла Берлинской лазури толщиной 4–6 нмоль  $\cdot$  см $^{-2}$ , электрохимическая константа скорости восстановления  $H_2O_2$  превышала 0,01 см  $\cdot$  с $^{-1}$ , что значительно выше по сравнению со всеми известными электрокатализаторами. Например, на платине — наиболее широко используемом трансдьюсере  $H_2O_2$  — в нейтральных растворах электрохимическая константа в тысячу (!) раз ниже [13].

Принимая во внимание высокую активность и избирательность (свойства, присущие биокатализу), для специально синтезированной Берлинской лазури по нашему предложению принято название "искусственная пероксидаза" [10, 14].

Стабильность трансдьюсера на основе Берлинской лазури всегда является объектом критики при рассмотрении возможных его практических применений. Однако детальные исследования электрохимического осаждения пленок Берлинской лазури и факторов, стабилизирующих кристаллическую структуру, позволили достичь высокой операционной стабильности модифицированных электролов даже по сравнению с другими известными трансдьюсерами  $H_2O_2$ . В настоящее время операционная стабильность электролов составляет более 20 ч при непрерывном протоке 10 $^{-4}$  моль пероксида водорода.

Что это дает с точки зрения аналитических приложений? На рис. 3 представлен градуировочный график сенсора на пероксид водорода в проточно-инжекционной системе. Очевидна возможность определения  $H_2O_2$  в сверхмалых концентрациях 10 $^{-7}$  моль, что на порядок ниже, чем при использовании других трансдьюсеров. Чувствительность датчика составила 0,6 А  $\cdot$  моль $^{-1}$   $\cdot$  см $^{-2}$ , что на

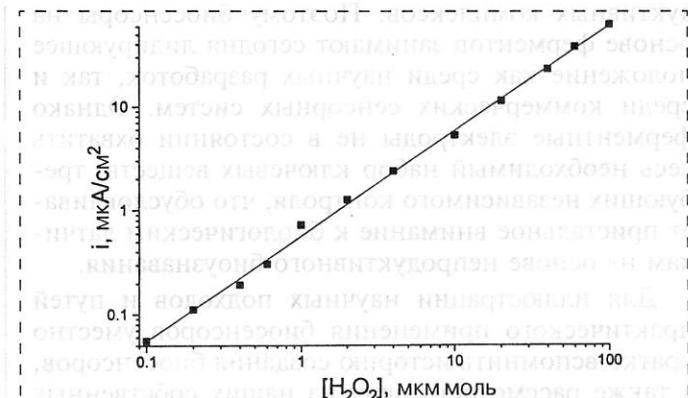


Рис. 3. Градуировочный график определения пероксида водорода на электроде, модифицированном Берлинской лазурью

один-два порядка выше, чем для всех известных систем.

Схема биосенсора на основе электролов, модифицированных Берлинской лазурью, представлена на рис. 4. Ферментный электрод конструируется путем иммобилизации фермента или группы ферментов на поверхности электрода. Для примера на рис. 4 представлен глюкозочувствительный электрод. Схема его действия состоит в следующем. Специфический субстрат (глюкоза) окисляется кислородом воздуха в активном центре фермента. Побочным продуктом реакции является пероксид водорода, который детектируется трансдьюсером на основе Берлинской лазури.

Объектом критики описанных биологических датчиков являлась и, как ни странно, суперчувствительность Берлинской лазури. Дескать, все равно чувствительность устройства будет определяться скоростью ферментативной реакции, и высокая чувствительность трансдьюсера является избыточной.

Нам, тем не менее, удалось разработать новый подход к иммобилизации ферментов на поверхности модифицированных электролов, который оп-

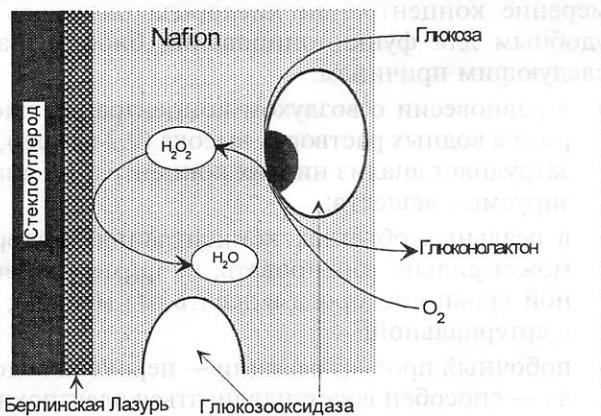


Рис. 4. Схема глюкозного биосенсора

ровергает подобное предположение. Суть подхода заключается в иммобилизации ферментов в пленки водонерастворимых полизелектролитов и, в частности, полизелектролита Nafion, из водно-органических смесей с высоким (90 %) содержанием органического растворителя. Полученный в результате глюкозный датчик (в соответствии со схемой, представленной на рис. 3) в проточно-инжекционном режиме позволяет определять глюкозу до концентраций  $10^{-7}$  моль и обладает чувствительностью, которая оказалась всего в 4 раза (!) ниже по сравнению с использованным трансдьюсером пероксида водорода.

Для доказательства того, что описанный пример не является случайным, нами был сделан по аналогии датчик на глютамат на основе фермента глютаматоксидазы. Отметим, что активность фермента глютаматоксидазы на два порядка ниже по сравнению с глюкозооксидазой. Градиуровочный график полученного биосенсора представлен на рис. 5. В проточно-инжекционном режиме биологический датчик позволяет количественно определять до  $10^{-7}$  моль глютамата, что на порядок ниже показателей современных биосенсоров. Чувствительность при этом составила  $0,2 \text{ A} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ , что приблизительно на один порядок выше значений, полученных для лучших из известных ферментных электродов. Очевидно, что чувствительность глютаматного биосенсора всего в 3 раза меньше чувствительности использованного трансдьюсера пероксида водорода (Берлинской лазури).

Таким образом, усовершенствованный метод иммобилизации позволяет добиться высокой чувствительности биосенсора, которая лишь в 3–4 раза ниже по сравнению с чувствительностью использованного трансдьюсера. Объединение двух предложенных подходов — электросинтеза суперчувствительного трансдьюсера пероксида водорода

(Берлинской лазури) и нетрадиционного метода иммобилизации ферментов — позволяют получить лучшие на сегодняшний день биосенсоры.

Каковы области применения полученных датчиков? Оказывается, пероксид водорода сам по себе является важным объектом контроля. Избыточные концентрации пероксида водорода, появляющиеся в дождевых и грунтовых водах в результате выбросов промышленности и, особенно атомных станций, опасны для экологии и здоровья людей. Кроме того, пероксид водорода используют для дезинфекции плавательных бассейнов и зачастую питьевой воды. Пероксид водорода и супероксидные радикалы, которые легко детектируются с помощью биосенсора, аналогичного описанному, являются ключевыми веществами нормального обмена веществ организма. Нарушение так называемого оксидантного баланса сопровождает такие тяжелые заболевания, как атеросклероз, сахарный диабет, потеря иммунитета и пр.

Биосенсоры на основе ферментов-оксидаз находят все большее применение в самых различных областях. В пищевой промышленности — это и анализ сырьевых продуктов (свежесть, качество), и контроль различных ферментаций, в том числе в пивоварении и виноделии и контроль качества кочечных продуктов, в частности, на содержание искусственных пищевых добавок. В пищевой и текстильной промышленности наряду с охраной окружающей среды биологические сенсоры способны содействовать выявлению опасных для здоровья химических веществ. Наконец, в клинической диагностике контроль за содержанием ключевых компонентов обмена веществ крови и мозговой жидкости может проводиться с помощью биосенсоров. Описанные биосенсоры легко подвергаются миниатюризации и поэтому могут быть имплантированы в организм для непрерывного анализа. Одним из важнейших направлений современной клинической диагностики является неинвазивная диагностика, т. е. анализ, не предусматривающий отбора крови. И в этом направлении биосенсоры с их высокими чувствительностью и избирательностью призваны сыграть ключевую роль.

#### Список литературы

1. Thevenot D. R., Toth K., Durst R. A., Wilson G. S. Electrochemical biosensors: Recommended definitions and classification // Pure and Applied Chemistry. 1999. 71. P. 2333–2348.
2. Clark L. C., Lyons C. Electrode systems for continuous monitoring in cardiovascular surgery // Ann. NY Acad. Sci. 1962. 102. P. 29–45.
3. Culibault G. G., Lubrano G. J. An enzyme electrode for amperometric determination of glucose // Anal. Chim. Acta. 1973. 64. 439–455.
4. Cass A. E. G., Davis G., Francis G. D., Hill H. A. O., Aston W. G., Higgins I. J., Plotkin E. V., Scott L. D. L., Turner A. P. F. Ferrocene-Mediated Enzyme Electrode for Amperometric Detection of Glucose // Anal. Chem. 1984. 56. P. 667–671.
5. Ярополов А. И., Маловик В., Варфоломеев С. Д., Березин И. В. Электровосстановление пероксида водорода на элек-

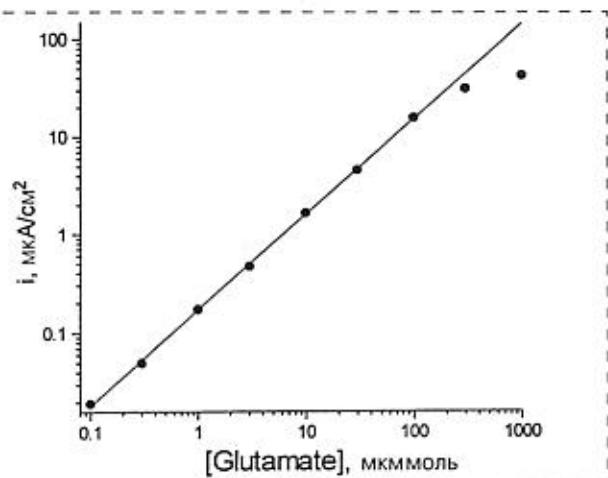


Рис. 5. Градиуровочный график определения глютамата биосенсором на основе Берлинской лазури в проточно-инжекционном режиме

троде с иммобилизованной пероксидазой // Докл. АН СССР. 1979. 249. С. 1399—1401.

6. *Miscellanea Berolinensis ad Incrementum Scientiarum: Berlin.* 1710. Р. 377.

7. Neff V. D. Electrochemical Oxidation and Reduction of Thin Films of Prussian Blue // *Electrochim. Soc.* 1978. 128. P. 886—887.

8. Karyakin A. A., Gitelmacher O. V., Karyakina E. E. A High-Sensitive Glucose Amperometric Biosensor Based on Prussian Blue Modified Electrodes // *Anal. Lett.* 1994. 27. P. 2861—2869.

9. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. Prussian Blue based amperometric biosensors in flow-injection analysis // *Talanta.* 1996. 43. P. 1597—1606.

10. Karyakin A. A., Karyakina E. E. Prussian Blue-based "artificial peroxidase" as a transducer for hydrogen peroxide detection. Application to biosensors // *Sens. & Actuat. B.* 1999. B57. P. 268—273.

11. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. The electrocatalytic activity of Prussian blue in hydrogen peroxide reduction studied using a wall-jet electrode with continuous flow // *Electroanal. Chem.* 1998. 456. P. 97—104.

12. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. On the mechanism of  $H_2O_2$  reduction at prussian blue modified electrodes // *Electrochemistry Communications.* 1999. 1. P. 78—82.

13. Zhang Y., Wilson G. S. Electrochemical oxidation of  $H_2O_2$  on pt and Pt + Ir electrodes in physiological buffer and its applicability to  $H_2O_2$ -based biosensors // *J. Electroanal. Chem.* 1993. 345. P. 253—271.

14. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. Amperometric biosensor for glutamate using Prussian Blue-based "artificial peroxidase" as a transducer for hydrogen peroxide // *Anal Chem.* 2000. 72. P. 1720—1723.

УДК 543.27:547.56:537.228.1

Т. Н. Ермолаева, д-р хим. наук, Т. Л. Лаврентьева, канд. хим. наук, С. В. Милованов,  
Липецкий государственный технический университет

## СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПЬЕЗОРЕЗОНАНСНЫХ СЕНСОРОВ ПАРОВ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

*Оценена сорбционная способность пленочных покрытий пьезорезонансных сенсоров, предназначенных для диагностики газовых сред. Установлены значения удельной чувствительности, пределов обнаружения и кинетические характеристики при взаимодействии токсичных органических соединений с пленочными покрытиями. Предложены составы композиций для селективного определения фенолов, формальдегида и некоторых поликароматических соединений в воздухе на уровне ПДК.*

Важным направлением контроля объектов окружающей среды является разработка индикаторных средств, позволяющих быстро, без предварительной пробоподготовки проводить анализ воздуха. Поэтому актуальной задачей является исследование сенсоров различной природы, характеризующихся низкой стоимостью, оперативностью и работающих в режиме on-line. Масс-чувствительные пьезорезонансные сенсоры (ПРС), функционирующие по принципу объемных акустических волн, имеют высокую чувствительность обнаружения, малую инерционность и термостабильность и поэтому находят широкое применение в качестве датчиков газоанализаторов. Они позволяют осуществлять анализ воздуха в автоматическом и дистанционном режимах, легко встраиваются в компьютерные

системы сбора и обработки информации.

Селективность таких датчиков повышается нанесением на поверхность электродов ПРС модификаторов различной природы. В качестве аналитического сигнала используется изменение частоты колебаний  $\Delta f$  ПРС при сорбции определяемого соединения пленками модификаторов. Массу сорбированного на поверхности ПРС аналита, а также массу пленочного покрытия рассчитывают по уравнению Зауэрбрея [1]:

$$\Delta f = -2,3 \cdot 10^{-6} f_0^2 \Delta m / S,$$

где  $\Delta f$  — изменение резонансной частоты колебаний ПРС при нанесении пленки ( $f_0 - f_m$ ) или сорбции определяемого соединения ( $f_m - f_a$ ), Гц;  $f_0$  — резонансная (базисная) частота колебаний

ПРС, МГц;  $\Delta m$  — масса нанесенного покрытия или сорбата в пленке, г;  $S$  — площадь электродов ПРС, см<sup>2</sup>.

При выборе состава модификаторов учитывается возможность специфического взаимодействия с определяемым компонентом и обратимость процессов сорбции—десорбции аналита, обеспечивающие селективность определения и продолжительный срок службы сенсоров. Как правило, применяют как однокомпонентные, так и многокомпонентные покрытия, включающие различные рецепторные реагенты, повышающие избирательность определения аналита.

Цель работы — оценка сорбционной активности покрытий ПРС по отношению к органическим соединениям различных классов (фенолы, альдегиды, поликароматические соединения и их производные) и выбор состава покрытий сенсоров с высокими сорбционными и кинетическими характеристиками, предназначенных для детектирования токсикантов в воздухе на уровне ПДК и ниже.

Исследования выполнялись на стендовой установке, состоящей из следующих блоков (рис. 1): блоков инжекционного ввода пробы (1a) и подготовки газовых смесей (1b); ячейки детектирования (2); схемы возбуждения колебаний кварцевого кристалла (3); газового счетчика (4); блока сбора и обработки информации (5).

троде с иммобилизованной пероксидазой // Докл. АН СССР. 1979. 249. С. 1399—1401.

6. *Miscellanea Berolinensis ad Incrementum Scientiarum: Berlin.* 1710. Р. 377.

7. Neff V. D. Electrochemical Oxidation and Reduction of Thin Films of Prussian Blue // *Electrochim. Soc.* 1978. 128. P. 886—887.

8. Karyakin A. A., Gitelmacher O. V., Karyakina E. E. A High-Sensitive Glucose Amperometric Biosensor Based on Prussian Blue Modified Electrodes // *Anal. Lett.* 1994. 27. P. 2861—2869.

9. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. Prussian Blue based amperometric biosensors in flow-injection analysis // *Talanta.* 1996. 43. P. 1597—1606.

10. Karyakin A. A., Karyakina E. E. Prussian Blue-based "artificial peroxidase" as a transducer for hydrogen peroxide detection. Application to biosensors // *Sens. & Actuat. B.* 1999. B57. P. 268—273.

11. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. The electrocatalytic activity of Prussian blue in hydrogen peroxide reduction studied using a wall-jet electrode with continuous flow // *Electroanal. Chem.* 1998. 456. P. 97—104.

12. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. On the mechanism of  $H_2O_2$  reduction at prussian blue modified electrodes // *Electrochemistry Communications.* 1999. 1. P. 78—82.

13. Zhang Y., Wilson G. S. Electrochemical oxidation of  $H_2O_2$  on pt and Pt + Ir electrodes in physiological buffer and its applicability to  $H_2O_2$ -based biosensors // *J. Electroanal. Chem.* 1993. 345. P. 253—271.

14. Karyakin A. A., Karyakina E. E., Gorton L. Amperometric biosensor for glutamate using Prussian Blue-based "artificial peroxidase" as a transducer for hydrogen peroxide // *Anal Chem.* 2000. 72. P. 1720—1723.

УДК 543.27:547.56:537.228.1

Т. Н. Ермолаева, д-р хим. наук, Т. Л. Лаврентьева, канд. хим. наук, С. В. Милованов,  
Липецкий государственный технический университет

## СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПЬЕЗОРЕЗОНАНСНЫХ СЕНСОРОВ ПАРОВ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

*Оценена сорбционная способность пленочных покрытий пьезорезонансных сенсоров, предназначенных для диагностики газовых сред. Установлены значения удельной чувствительности, пределов обнаружения и кинетические характеристики при взаимодействии токсичных органических соединений с пленочными покрытиями. Предложены составы композиций для селективного определения фенолов, формальдегида и некоторых поликароматических соединений в воздухе на уровне ПДК.*

Важным направлением контроля объектов окружающей среды является разработка индикаторных средств, позволяющих быстро, без предварительной пробоподготовки проводить анализ воздуха. Поэтому актуальной задачей является исследование сенсоров различной природы, характеризующихся низкой стоимостью, оперативностью и работающих в режиме on-line. Масс-чувствительные пьезорезонансные сенсоры (ПРС), функционирующие по принципу объемных акустических волн, имеют высокую чувствительность обнаружения, малую инерционность и термостабильность и поэтому находят широкое применение в качестве датчиков газоанализаторов. Они позволяют осуществлять анализ воздуха в автоматическом и дистанционном режимах, легко встраиваются в компьютерные

системы сбора и обработки информации.

Селективность таких датчиков повышается нанесением на поверхность электродов ПРС модификаторов различной природы. В качестве аналитического сигнала используется изменение частоты колебаний  $\Delta f$  ПРС при сорбции определяемого соединения пленками модификаторов. Массу сорбированного на поверхности ПРС аналита, а также массу пленочного покрытия рассчитывают по уравнению Заэргрея [1]:

$$\Delta f = -2,3 \cdot 10^{-6} f_0^2 \Delta m / S,$$

где  $\Delta f$  — изменение резонансной частоты колебаний ПРС при нанесении пленки ( $f_0 - f_m$ ) или сорбции определяемого соединения ( $f_m - f_a$ ), Гц;  $f_0$  — резонансная (базисная) частота колебаний

ПРС, МГц;  $\Delta m$  — масса нанесенного покрытия или сорбата в пленке, г;  $S$  — площадь электродов ПРС, см<sup>2</sup>.

При выборе состава модификаторов учитывается возможность специфического взаимодействия с определяемым компонентом и обратимость процессов сорбции—десорбции аналита, обеспечивающие селективность определения и продолжительный срок службы сенсоров. Как правило, применяют как однокомпонентные, так и многокомпонентные покрытия, включающие различные рецепторные реагенты, повышающие избирательность определения аналита.

Цель работы — оценка сорбционной активности покрытий ПРС по отношению к органическим соединениям различных классов (фенолы, альдегиды, поликароматические соединения и их производные) и выбор состава покрытий сенсоров с высокими сорбционными и кинетическими характеристиками, предназначенных для детектирования токсикантов в воздухе на уровне ПДК и ниже.

Исследования выполнялись на стендовой установке, состоящей из следующих блоков (рис. 1): блоков инжекционного ввода пробы (1a) и подготовки газовых смесей (1b); ячейки детектирования (2); схемы возбуждения колебаний кварцевого кристалла (3); газового счетчика (4); блока сбора и обработки информации (5).

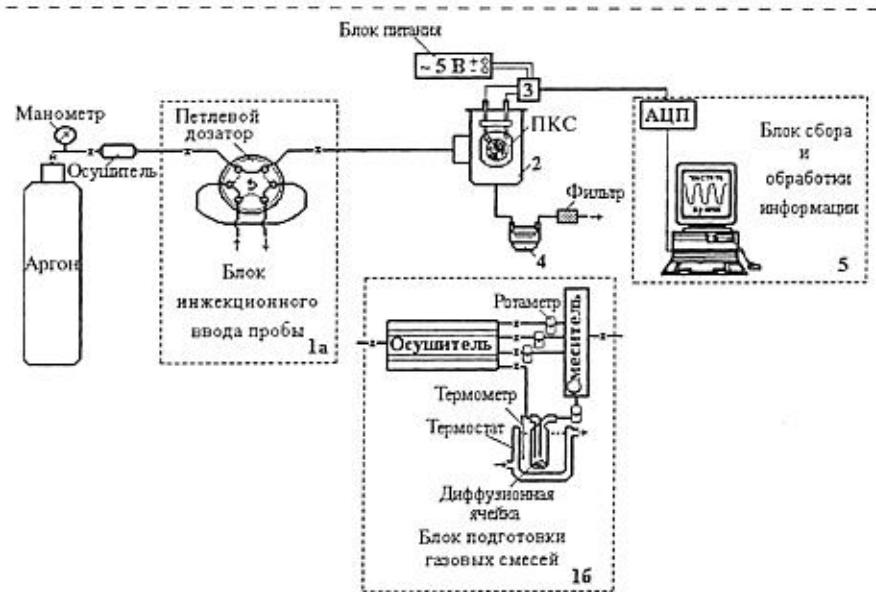


Рис. 1. Стендовая установка для оценки сорбционной активности покрытий ПРС и анализа газовых сред в проточном и проточно-инжекционном режимах

Для проведения анализа газовую смесь, содержащую определяемое соединение, вводили в поток осушенного газа-носителя (воздух или инертный газ) и направляли через ячейку детектирования (2). Ячейка детектирования может содержать до 12 пьезокварцевых сенсоров (ПКС), в качестве которых применяли серийно выпускаемые пьезокварцевые резонаторы АТ-реза с резонансной частотой колебаний 8–9,5 МГц с Ag-электродами. Изменение частоты колебаний ПКС фиксировали с помощью частотометра ЧЗ-54 или персонального компьютера Pentium-166 МГц (через 12-канальный аналогово-цифровой преобразователь). Правильность определения токсикантов с помощью ПРС параллельно контролировалась спектрофотометрическим методом путем анализа поглотительных растворов, помещенных после ячейки детектирования [2].

Калибровку установки осуществляли по стандартным газовым смесям, полученным диффузионным методом (блок 1б). Скорость газа-носителя контролировали поплавковыми ротаметрами. Объем газа, пропущенного через ячейку детектирования, измеряли с помощью газового счетчика G6 (погрешность  $\pm 0,0001 \text{ м}^3$ ).

**Оценку эффективности сорбционных покрытий** при определении ароматических соединений проводили по следующим критериям:

- удельной чувствительности ( $\text{Гц} \cdot \text{м}^3/\text{г} \cdot \text{мкг}$ ):

$$S = \Delta f_a / (\Delta m_{\text{пл}} c_a),$$

где  $\Delta f_a$  — изменение частоты колебаний пьезосенсора при сорбции аналита, Гц;  $c_a$  — концентра-

- ция аналита,  $\text{г}/\text{м}^3$ ;  $\Delta m_{\text{пл}}$  — масса пленки модификатора, мкг;
- времени половинной сорбции  $t_{1/2}$ , мин;
- времени половинной десорбции  $t'_{1/2}$ , мин;
- пределу обнаружения (ПрО), рассчитываемому по 3S-критерию.

В качестве покрытий ПРС применяли синтетические полимеры и биополимеры различной степени полярности и различного строения, содержащие в своих молекулах разнохарактерные функциональные группы (табл. 1, 2).

#### Сопоставлены различные способы получения покрытий:

- дозированное нанесение фиксированных объемов растворов высокомолекулярных соединений с последующим испарением растворителя;
- золь-гель-метод;
- метод многократного наслоения.

Более простым и воспроизводимым методом получения покрытий является дозирование *фиксированных объемов растворов полимеров*. Для этого на поверхность электродов ПРС с помощью микрошприца наносили 0,2–3,0 мкл раствора модификатора с кон-

Таблица 1

Модификаторы пьезорезонансных сенсоров

Название модификатора	Формула (характеристика)	Обозначение
Пентаэритриттетрабензоат	$C(CH_2OC_6H_5)_4$	ТБПЭ
Трис/β-цианэтокси/пропан	$C_3H_5(OC_2H_4CN)_3$	ТЦЭП
Полиэтиленгликоль	$HO[-C_2H_4O-]_nH$	ПЭГ
Полиэтиленгликольадипинат	$[-OC_2H_4OCO(CH_2)_4CO-]_n$	ПЭГА
Полифениловый эфир	$C_6H_4(OC_6H_4OC_6H_5)_2$	ПФЭ
Бис/2-этилгексил/ себацинат	$(CH_2)_8[COOC_8H_{17}]_2$	БЭС
Моноэтаноламин	$H_2N(CH_2CH_2OH)$	МЭА
Полиэтиленгликолфталат	$[-O(CH_2)_2OCO(C_6H_4)CO-]_n$	ПЭГФ
Поливинилпирролидон	$[-CH_2CH(CNC_4H_7CO)-]_n$	ПВП
Поливинилацетат	$[-CH_2CH(OCOCH_3)-]_n$	ПВА
Полиэтиленгликольсукиннат	$[-OC_2H_4OCO(CH_2)_2CO-]_n$	ПЭГС
Гетерополисахарид	Пектин, выделенный из морских водорослей семейства Zosteraceae	ГППС
Декстран "Sephadex — G 50"	Гомополисахарид, состоящий из цепей D-глюкозы, сшитых эпихлоргидрином	G 50
Витамин А	Циклический, ненасыщенный, одноатомный спирт	А
Смесь фосфолипидов	Фосфоглицериды, содержащие гидрофильные группы (азотистые основания, аминокислоты, спирты) и остатки высокомолекулярных жирных кислот	ФЛ

Применяемые рецепторы

Таблица 2

Рецептор	Область применения	Аналит	Обозначение
Хлорид алюминия $\text{AlCl}_3$	Катализатор синтеза нафтилиновых производных [5–7]	Нафтилин, антрацен	ХА
Фталевый и малеиновый ангидриды	В органическом синтезе [6]		ФА и МА
Сульфаниловая кислота		Нафтамины	СК
2-(парааминобензольсульфамило)-4,6-диметилпиридин		Нафтолы	СД
4-аминоатипирин		Фенолы, крезолы	4-АП ГЦФК
$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$			
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	В органическом синтезе [5]		—
$\text{Cu}(\text{OH})_2$			—
Гидразин сернокислый $\text{H}_2\text{N} \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$			ГС
Нитропруссид натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Фотометрические реагенты [2, 5, 7]		НП
Хромотроповая кислота $(\text{HO})_2\text{C}_{10}\text{H}_4(\text{SO}_3\text{H})_2$			ХК

Таблица 3

## Оценка эффективности сорбции на полимерных модификаторах пьезокварцевых сенсоров

Аналит	Модификатор	$S, \text{Гц} \cdot \text{м}^3 / (\text{г} \cdot \text{мкг})$	$t_{1/2}, \text{мин}$	$t'_{1/2}, \text{мин}$	ПрО, $\text{мг}/\text{м}^3$
Фенол	ПЭГФ	540	2,50	1,70	4,40
	ПВП	650	0,3	1,25	3,9
	ПВА	520	0,63	1,53	4,5
	ПЭГ-2000	410	0,02	0,45	7,50
	ТБПЭ	180	0,07	0,10	14,35
	ПФЭ	260	0,83	2,00	9,75
	МЭА	440	0,40	0,75	16,28
	ГЛ	60	1,15	6,58	39,40
	ГГПС	100	0,68	2,86	37,90
	G-50	100	0,38	2,65	27,50
	А	310	0,33	0,83	9,60
	ФЛ	520	0,03	0,36	10,60
	ФЛ (ПЭГ)	680	0,53	—	2,00
Формальдегид*	ТЦЭП	50	3	7	8,00
	ПВП	120	4	12	2,40
	ПЭГ-2000	20	5	9	26,50
	ПЭГФ	170	7	16	6,80
	МЭА	60	12	7	13,30
Нафтилин	ТБПЭ	220	9,4	—	9,1
	ТЦЭП	40	3,9	—	24,6
	ПЭГС	200	5,0	—	15,3
	ПЭГ-2000	150	7,3	—	20,4
	ПЭГА	90	4,4	—	22,2
	ПФЭ	60	0,25	—	42,6
	БЭС	40	3,6	—	73,2
	МЭА	30	6,5	—	63,5
	ПЭГФ	35	11,2	—	43,2
	ТЦЭАф	240	9,8	—	12,6
Антрацен	ПВА	630	10,9	—	4,8
	ПВП	180	2,1	—	21,1

Примечание. \* —  $t_{1/2}$ ,  $t'_{1/2}$  (с); ПДК ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) в воздухе рабочей зоны летучих фенолов 0,3; формальдегида 0,5; нафтилина 20; антрацина 0,1.

центрацией 10 мг/мл. В качестве растворителей применяли бидистилированную воду, ацетон, этиловый спирт или диэтиловый эфир диэтиленгликоля. Пленку высушивали до постоянной массы при 65 °С.

Применение золь-гель-метода приводит к увеличению удельной поверхности и способствует повышению чувствительности определения анализаторов. В работе использовали золь на основе Sephadex G 50, подготовку которого проводили по методике, описанной в [4].

Метод многократного наложения применялся при модификации электродов многокомпонентными составами, которые послойно равномерно распределяли по поверхности электрода.

Установлена зависимость аналитического отклика при определении индивидуальных соединений от скорости газа-носителя, массы пленочного покрытия и метода его получения. Оптимальная скорость ( $\text{м}^3/\text{с}$ ) газа-носителя составляет для:

фенольных соединений . . . . .  $(3,5\text{--}4,5)10^{-5}$   
нафтилина и антрацена . . . . .  $(7,5\text{--}8,0)10^{-6}$   
формальдегида . . . . .  $(2,5\text{--}3,0)10^{-5}$

Масса пленки модификатора 10–13 мкг позволяет выполнять анализ в широком интервале концентраций для всех изучаемых соединений [7, 8].

Исследованные покрытия проявляют различную адсорбционную способность по отношению к полярным и неполярным анализаторам. Чувствительность определения летучих фенолов уменьшается в следующем ряду полимеров:

ПВП > ПВА > ПЭГ-2000 >  
> ПЭГФ > ТЦЭП > ТБПЭ >  
> ПФЭ > МЭА.

Максимальную удельную чувствительность при сорбции фенола показывают пленки поливинилпирролидона, поливинилацетата, полиэтиленгликоля 2000 и его эфиров (табл. 3). Удлинение периода десорбции фенола с таких покрытий указывает на образова-

ние прочных адсорбционных комплексов. Кинетические параметры сорбции—десорбции фенола зависят от числа функциональных групп в молекуле полимера и их строения. Например, присутствие в молекуле полиэтиленгликольфталата объемных ароматических радикалов существенно замедляет получение аналитического отклика из-за снижения скорости адсорбции.

Кинетика сорбции фенола различными покрытиями изучалась также методом ИК-спектроскопии. Путем сопоставления ИК-спектров в области активных функциональных групп покрытий (рис. 2), полученных через фиксированные интервалы времени, установлено, что в начальный период адсорбция протекает за счет взаимодействия фенола с более отрицательными функциональными группами покрытий, а к моменту достижения равновесия в адсорбции принимают участие практически все функциональные группы полимеров.

Покрытия на основе чистых биополимеров и биологически активных веществ показывают более низкую сорбционную активность, однако закрепление их на подложках, полученных золь-гель-методом, или на пленках из синтетических полимеров способствует увеличению удельной чувствительности при определении фенола. Например, покрытия на основе фосфолипидов, закрепленных на поверхности пленки полиэтиленгликоля ПЭГ-2000, позволяют детектировать фенол в воздухе рабочей зоны на уровне ПДК. В то же время при применении индивидуальных полимеров не удается достичь чувствительности, достаточной для детектирования фенола на таком же уровне.

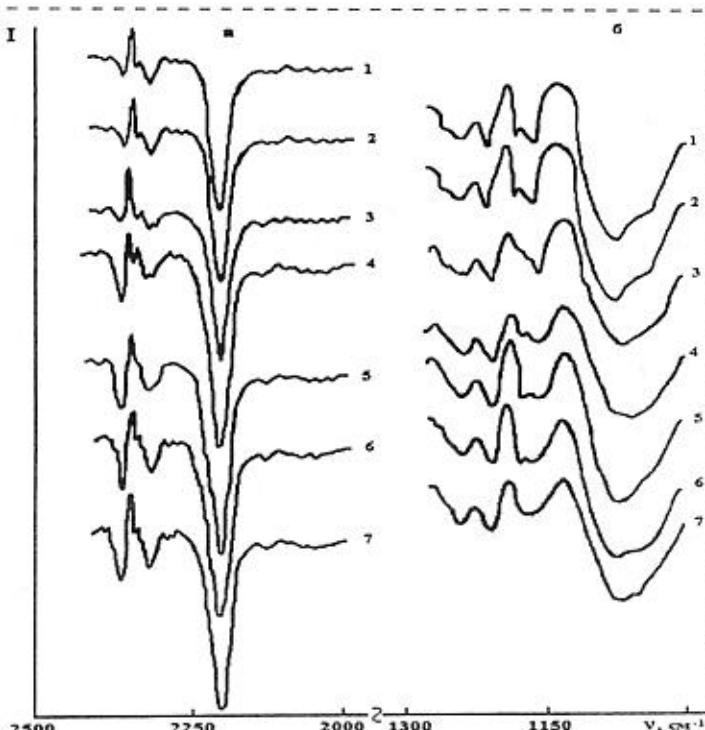


Рис. 2. ИК-спектроскопическое исследование сорбции фенола модификаторами на основе ТЦЭП в области валентных колебаний нитрильных (а) и эфирных (б) групп:

1 — пленка до сорбции фенола; 2, 3, 4, 5, 6, 7 — после экспозиции в парах фенола через 1, 2, 3, 5, 7, 10 мин соответственно

Несмотря на невысокое время половинной сорбции формальдегида, удельная чувствительность его определения в 2–30 раз ниже,

чем для фенола на аналогичных покрытиях. Поэтому такие полимерные покрытия могут быть использованы только как подложки для рецепторных реагентов.

Неполярный нафталин достаточно эффективно адсорбируется на поверхности полярных пленочных покрытий: поливинилпирролидона, поливинилацетата, трис/β-цианэтокси/пропана, полиэтиленгликоля ПЭГ-2000 и его эфиров. Предел обнаружения такими сенсорами составляет 5–20 мг/м<sup>3</sup>, что ниже или равно ПДК нафталина в воздухе рабочей зоны.

Такие покрытия также активно сорбируют полярные соединения и, следовательно, не могут быть рекомендованы

для разделенного определения нафталина и фенола, несмотря на существенное различие в кинетических параметрах сорбции.

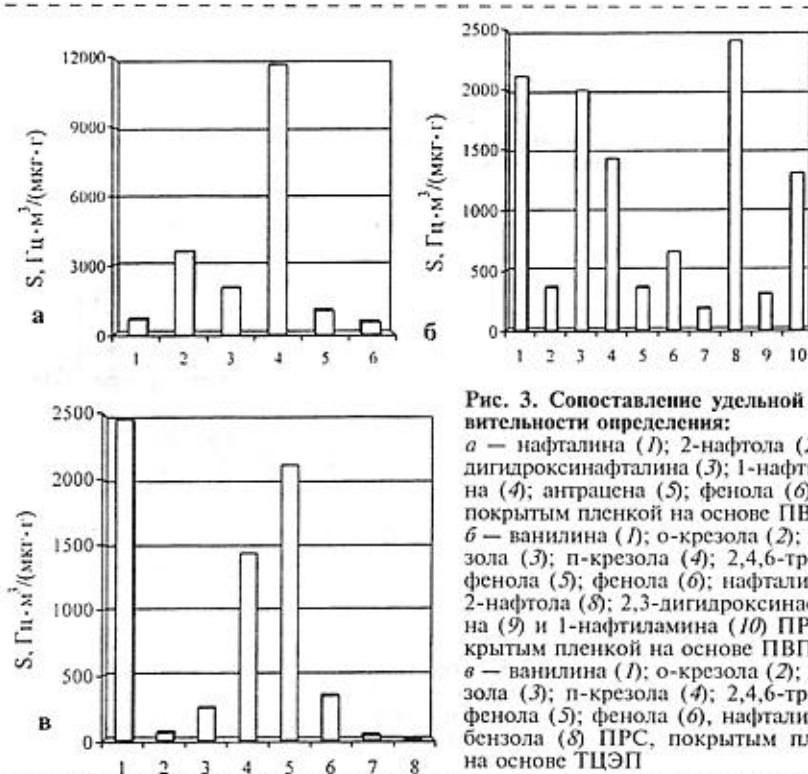


Рис. 3. Сопоставление удельной чувствительности определения:

а — нафталина (1); 2-нафтола (2); 2,3-дигидроксинафталаина (3); 1-нафтиламина (4); антрацена (5); фенола (6) ПРС, покрытый пленкой на основе ПВА;  
б — ванилина (1); о-крезола (2); м-крезола (3); п-крезола (4); 2,4,6-трихлорфенола (5); фенола (6); нафталина (7); 2-нафтола (8); 2,3-дигидроксинафталаина (9) и 1-нафтиламина (10) ПРС, покрытый пленкой на основе ПВП;  
в — ванилина (1); о-крезола (2); м-крезола (3); п-крезола (4); 2,4,6-трихлорфенола (5); фенола (6), нафталина (7); бензола (8) ПРС, покрытым пленкой на основе ТЦЭП

В то же время выявлен ряд полимерных покрытий, на которых удельные чувствительности сорбции ароматических соединений существенно отличаются друг от друга (рис. 3, *a*—*в*), что позволяет проводить анализ отдельных компонентов в присутствии примесей. Так, более высокая удельная чувствительность для 1-нафтиламина (рис. 3, *a*) на покрытиях из поливинилацетата свидетельствует о возможности его селективного определения в присутствии 2-нафтола, нафталина, 2,3-дигидроксинафталина, антрацена и фенола. Существенное различие в значениях удельных чувствительностей при определении ароматических соединений на пленочном покрытии из поливинилпирролидона (рис. 3, *б*) иллюстрирует возможность раздельного

определения 2-нафтола в присутствии нафталина и 2,3-дигидроксинафталина; м-, п-крезола или ванилина в присутствии о-крезола, 2,4,6-трихлорфенола и нафталина. Более полное разделение фенольных соединений отмечается при использовании в качестве покрытия трис/β-цианэтокси/пропана. Здесь возможно селективное определение ванилина, п-крезола или 2,4,6-трихлорфенола в присутствии крезолов, фенола, нафталина и бензола (рис. 3, *в*).

Следовательно, сенсоры, модифицированные индивидуальными полимерами, в отдельных случаях могут применяться для раздельного определения близких по физико-химическим свойствам токсикантов. Такие сенсоры характеризуются высокой продолжительностью службы (рис. 4), покрытия

легко регенерируются и сохраняют стабильный аналитический отклик (несмотря на явление гистерезиса, отмечаемое после первого акта сорбции—десорбции) при многократном использовании. Однако сенсоры, модифицированные индивидуальными полимерами, как правило, малоселективны, чувствительность определения органических токсикантов невысока. Применение их позволяет детектировать только отдельные соединения на уровне ПДК, например, нафталина или 1-нафтиламина.

Повышение чувствительности и селективности отмечается при введении в матрицу полимера рецепторов (см. табл. 2), избирательно реагирующих с определяемым соединением. Установлено влияние концентраций рецепторов на аналитический отклик и оптимизированы составы многокомпонентных пленочных покрытий ПРС.

Чувствительность определения фенола максимально возрастает, если в матрицу на основе поливинилпирролидона ввести 4-аминоантипирин и гексацианоферрат калия в соотношениях 70 и 15 мас. % соответственно. Сенсоры, модифицированные такими покрытиями, могут применяться как при определении индивидуальных фенолов, так и при установлении суммарных концентраций летучих фенолов в газовых смесях, в том числе фенола, п-крезола, 2,4,6-трихлорфенола и ванилина на уровне ПДК (рис. 5, *а*). Такое покрытие имеет невысокое сродство к формальдегиду, поэтому он не мешает определению фенолов даже в десятикратном избытке. На рис. 5, *б* сопоставлены пределы обнаружения формальдегида на композициях из поливинилпирролидона, включающих различные рецепторы. Введение в полимерную матрицу нитропруссида натрия или двух реагентов — хромотроповой кислоты и хлорида железа (III) — дает возмож-

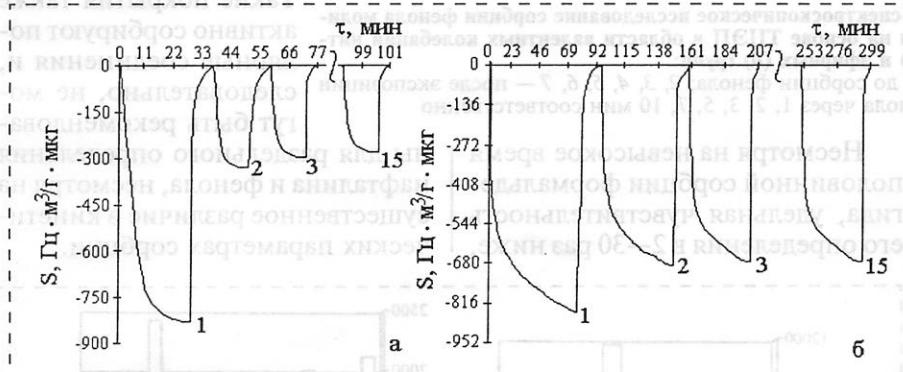


Рис. 4. Воспроизводимость отклика ПРС при многократной сорбции—десорбции фенола на следующих пленках модификаторов:  
а — ПЭГФ; б — ПЭГ-2000

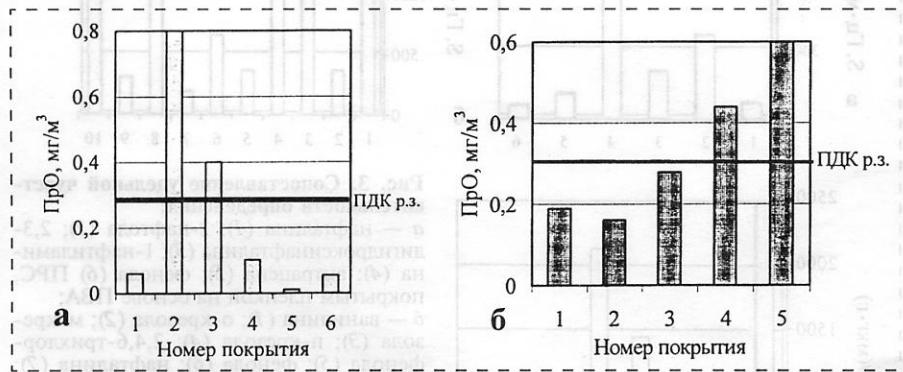


Рис. 5. Пределы обнаружения:  
а — фенола и его производных на пьезосенсорах, модифицированных покрытиями на основе ПВП + 4-АП (70 мас. %) + K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] (15 мас. %): 1 — фенол; 2 — о-крезол; 3 — м-крезол; 4 — п-крезол; 5 — 2,4,6-трихлорфенол; 6 — ванилин;  
б — формальдегида на покрытиях ПВП, модифицированного: 1 — НП (50 мас. %); 2 — ХК (25 мас. %) + FeCl<sub>3</sub> (35 мас. %); 3 — ГС (85 мас. %); 4 — Cu(OH)<sub>2</sub> (80 мас. %); 5 — CuSO<sub>4</sub> (70 мас. %)

Таблица 4

Метрологические характеристики определения фенола в воздухе с помощью ПРС\* и стандартным методом ( $n = 5$ ;  $P = 0,95$ )

Введено фенола, мг/м <sup>3</sup>		Найдено			
		методом пьезокварцевого микровзвешивания		стандартным методом	
		( $X_{cp} \pm \epsilon$ ), г/м <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>	( $X_{cp} \pm \epsilon$ ), г/м <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>
A	550,00	550,05 ± 7,586	0,012	550,10 ± 12,645	0,020
	4,50	4,43 ± 0,102	0,020	4,40 ± 0,152	0,030
	0,30	0,29 ± 0,008	0,024	0,28 ± 0,012	0,038
B	0,50	0,50 ± 0,008	0,015	0,50 ± 0,012	0,020
	0,30	0,30 ± 0,006	0,018	0,29 ± 0,007	0,022
	0,10	0,09 ± 0,003	0,024	0,09 ± 0,003	0,030

Примечание. \* — покрытия ПРС на основе А — ПВП с 4-АП (7,5 мас. %); В — ПВП с 4-АП (75 мас. %) и K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] (15 мас. %).

ность определять формальдегид на уровне ПДК.

Селективному определению полиароматических соединений способствует добавление к полимеру хлорида алюминия и фталевого ангидрида (рис. 6). Увеличение содержания хлорида алюминия или дополнительное включение в состав композиции фталевого ангидрида приводит к дальнейшему росту чувствительности определения нафталина и антрацена. Полное восстановление таких пленочных покрытий достигается только пропусканием через ячейку детектирования газа-носителя при температуре 65 °C.

Утяжеляет пленочное покрытие, что приводит к сужению интервала определяемых концентраций и нафталина, и антрацена. Полное восстановление таких пленочных покрытий достигается только пропусканием через ячейку детектирования газа-носителя при температуре 65 °C.

Внесение в полимерные матрицы рецепторных реагентов увеличивает чувствительность определения и усиливает дифференцирование аналитических откликов отдельных компонентов. Надежность разделенного определения индивидуальных соединений в многокомпонентных смесях повышается при использовании мультисенсорных систем, включающих группу сенсоров, размещенных в ячейке детектирования. Аналитические отклики сенсоров обрабатываются с помощью математического аппарата метода нейронных сетей [9].

Результаты определения фенола с помощью ПРС сопоставлены с данными, полученными стандартным спектрофотометрическим методом [2]. Правильность определения фенола проверена на модельных смесях методом "введенено—найдено". Статистически обработанные результаты определения фенола приведены в табл. 4.

Разработанные сенсоры позволяют проводить детектирова-

ние не только фенола, но и его производных, а также формальдегида, нафталина или 1-нафтиламина на уровне ПДК в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны. Они характеризуются высокой воспроизводимостью и правильностью результатов.

#### Список литературы

1. Sauerbrey G. Z. Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und Mikrowägung // Zeitschrift für Physik. B. 1959. Vd. 155. S. 206.
2. Коренман И. М. Фотометрический анализ. Методы определения органических соединений. М.: Химия, 1997. 342 с.
3. Геккелер К. Е., Экстайи Х. Аналитические и препартивные лабораторные методы: Справ. изд. М.: Химия, 1994. 416 с.
4. Березин Б. Д., Березин Д. Б. Курс современной органической химии. М.: Высш. школа, 1999. 768 с.
5. Клар Э. Полициклические углеводороды. Т. 1. М.: Химия, 1971. 520 с.
6. Муравьева С. И., Казнина Н. И., Прохорова Е. К. Справочник по контролю вредных веществ в воздухе. М.: Химия, 1988. 312 с.
7. Ермолаева Т. Н., Лаврентьева Т. Л., Милованов С. В. и др. Оценка эффективности модификаторов пьезокварцевых датчиков для определения ароматических соединений в воздухе // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 1999. Т. 42. Вып. 2. С. 20—24.
8. Лаврентьева Т. Л. Исследование сорбционной способности покрытий пьезокварцевых сенсоров для определения летучих фенолов и формальдегида. Авторсф. дис. канд. хим. наук. Липецк. 2000. 20 с.
9. Филаретов Г. Ф. Искусственные нейронные сети как средство градуировки сенсорных систем // Сб. тез. докл. Всеросс. конф. с междунар. участием "Сенсор 2000", Санкт-Петербург. 2000. С. 18.

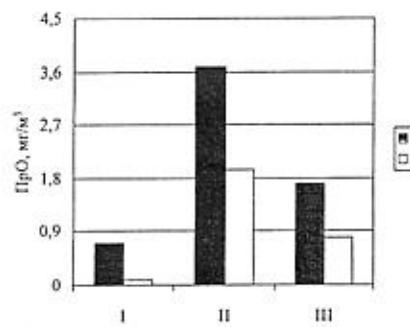


Рис. 6. Нижние границы определяемых содержаний нафталина (1), антрацена (2) с помощью ПРС, покрытого различными модификаторами:

I — ПЭГС + 12 мас. % ХА; II — ПЭГС + 5 мас. % ХА; III — ПЭГС + 5 мас. % ХА + 2,5 мас. % ФА

УДК 621.38

**Л. В. Беликов**, канд. техн. наук,  
Институт биохимической физики РАН

## ПРОЕКТИРОВАНИЕ ТОПОЛОГИИ ТЕНЗОРЕЗИСТОРНОГО МОСТА УИТСТОНА, РАСПОЛОЖЕННОГО НА МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ КРЕМНИЕВОЙ МЕМБРАНЕ, ОРИЕНТИРОВАННОЙ ПО (111)

Дан метод определения правой и левой поверхностей и нижней границ области, занимаемой тензорезисторами *p*- и *n*-типов проводимости, расположенных на монокристаллической кремниевой мембране, ориентированной по кристаллографической плоскости (111). Показано формирование полных мостов Уитстона.

Имеем монокристаллическую кремниевую (МК) мембрану толщиной  $h$ , которая защемлена по контуру радиуса  $R$  и нагружена распределенным давлением интенсивности  $p$ . Планарная сторона этой мембраны ориентирована по кристаллографической плоскости (111). Под проектированием топологии полного активного моста Уитстона из тензорезисторов *p*- или *n*-типов проводимости будем понимать определение радиуса  $R$  и толщины  $h$  мембранны или их отношения, а также положения правой  $x_2$  и левой  $x_1$ , верхней  $y_2$  и нижней  $y_1$  границ областей, занимаемой каждым из четырех тензорезисторов на мемbrane относительно ее центра таким образом, чтобы относительное изменение сопротивления  $\Delta r/r$  было максимальным. Тензорезисторы, расположенные в смежных плечах моста, должны при этом иметь равные по значению, но противоположные по знаку изменения относительного сопротивления  $\Delta r/r$ . Начало декартовых координат совпадает с центром мембранны.

Известно [1, с. 235], что наиболее опасными точками на мемbrane являются точки у ее заделки. Если верхний предел измеряемого давления  $p$  известен, то из [1] имеем:

$$\sigma_{\text{экв}} = 0,75p(R/h)^2 \sqrt{1 - \mu + \mu^2},$$

где  $\mu$  — коэффициент Пуассона.

С учетом того, что в кристаллографической плоскости (111) коэффициент Пуассона МК равен 0,262, имеем окончательно:

$$\sigma_{\text{экв}} = 0,898p(R/h)^2 \leq [\sigma],$$

где  $[\sigma]$  — допускаемое напряжение.

Поскольку в настоящее время прочностные характеристики МК достоверно неизвестны, то на

основании данных [11] о переделе прочности химически полированного МК, в первом приближении  $[\sigma]$  можно принять равным  $3,3 \cdot 10^8$  Па, что подтверждается данными, приведенными в [16]. Таким образом удаётся определить отношение  $(R/h)$ .

Номинальное сопротивление тензорезистора без учета влияния контактных площадок и легирования под окисной маской определяется отношением

$$(x_2 - x_1)(y_2 - y_1)^{-1} \text{ (число "квадратов")}$$

и уровнем легирования  $\rho_s$  ("сопротивление слоя") [4, 14, 18].

В [5, 6] описаны попытки решения этой задачи. В первом случае [5] тензорезисторы *p*-типа проводимости имели П-образную форму, их продольные оси были параллельны кристаллографическим направлениям [110], причем центр тяжести одного тензорезистора расположен на расстоянии  $0,18R$  от центра мембранны, а центр тяжести тензорезистора, расположенного в смежном плече моста — на расстоянии  $0,81R$ . Каких-либо обоснований этому типу топологии дано не было.

Во втором случае [6] для тензорезисторов *p*-типа проводимости были приведены выражения чувствительности  $S$  тензорезистора расположенного в центральной части мембранны, в виде:

$$S = T_{44}R^2[0,157 - 0,131(kb/R)^2]k\gamma b/Lh^2, \quad (1a)$$

а для тензорезистора, расположенного на периферийной части мембранны, в виде:

$$S = T_{44}R^2m\int[0,157 - 0,5(R_T/R)^2]dR_T/Lh^2, \quad (1b)$$

причем число диффузионных областей  $m$ , из которых набирается тензорезистор, для тензорезистора, расположенного в центре мембранны, равно

$$m = -0,5 + \sqrt{0,25 + 2L/\gamma R^2}, \quad (1b)$$

а для тензорезистора, расположенного на периферии мембранны, оно равно

$$m = 0,5\gamma R(1 + \sqrt{1 - 4Lb/\gamma R^2}/b). \quad (1c)$$

В этих уравнениях  $L$  — общая длина тензорезистора;  $b$  — шаг тензорезистора;  $\gamma$  — угол сектора мембранны, в котором располагается тензорезистор.

Следует особо отметить, что продольная ось тензорезистора, расположенного в центральной части мембранны, имеет вид дуги окружности, а продольная ось тензорезистора, размещенного на периферийной части мембранны, имеет вид отрезка прямой. Получить номинальное значение сопротивления таких тензорезисторов с минимальным разбросом не представляется возможным. Не определено, почему величина  $m$  должна отличаться от 2 (а именно столько должно быть активных тензорези-

зисторов), почему число  $m$  должно быть разным для центрального и периферийного тензорезисторов.

В [8] относительное изменение сопротивления  $\Delta r/r$  тензорезистора  $p$ -типа проводимости, расположенного на такой мембране, дано в виде:

$$\begin{aligned} \Delta r/r = T_{44} R^2 &[0,151 - (0,131 + 0,369 \cos \alpha_n^2) \times \\ &\times (x_0/R^2) - L_n^2 (0,5 \cos \alpha_n^4 + 0,5 \sin \alpha_n^4 + \\ &+ 0,434 \sin 2\alpha_n^2)]/h^2, \end{aligned} \quad (2)$$

где  $T_{44}$  — фундаментальный сдвиговый тензорезистивный коэффициент первого рода;  $\alpha_n$  — угол между осью "x" и продольной осью тензорезистора;  $L_n$  — длина  $n$ -го участка тензорезистора.

Следует отметить, что в расчетах, проведенных в этой работе, продольный  $T_{11}$  и поперечный  $T_{12}$  фундаментальные тензорезистивные коэффициенты приняты равными нулю, что, на наш взгляд, вносит дополнительные погрешности при проектировании датчика давления. Следует признать, что спроектировать топологию по уравнению (2) представляется достаточно сложным делом. И в работе [10], и последующей работе [9] предпринимались попытки решить задачу в самом общем виде, пренебрегая продольным  $T_{11}$  и поперечным  $T_{12}$  тензорезистивными коэффициентами для тензорезисторов  $p$ -типа, а также сдвиговым  $T_{44}$  тензорезистивным коэффициентом — для тензорезисторов  $n$ -типа соответственно, что представляется довольно сомнительным.

В [20] относительное изменение сопротивления  $\Delta r/r$  тензорезистора  $p$ -типа проводимости, расположенного на такой мембране, записано в виде:

$$\begin{aligned} \Delta r/r = 0,375 \cdot 10^{-6} p R^2 &(36,7 + 54\alpha - \\ &- 108 R_T^2/R^2)/h^2, \end{aligned} \quad (3)$$

где  $R_T$  — текущая координата тензорезистора;  $\alpha$  — безразмерный коэффициент, характеризующий несовершенство защемления мембранны.

Следует отметить, что в полученных уравнениях безразмерная величина (левая часть уравнения) имеет размерность в паскалях (правая часть уравнения), а потому к выводам этой работы надо относиться с осторожностью. Предложенная в [20] топология имеет ось симметрии 2-го порядка (рис. 1, a) (сплошная штриховка тензорезисторов обозначает отрицательное приращение сопротивления, а слабая штриховка — положительное приращение сопротивления).

В работах [11, 17, 21, 24, 25] рассмотрены вопросы проектирования датчиков давления с фольговыми тензорезисторами и приведены топологии полных активных мостов Уитстона. В силу изотропии электрофизических свойств МК в кристаллографической плоскости (111) [3, 13] должна соблюдаться полная аналогия — продольная ось тензорезисторов должна совпадать в центральной части мембранны с окружным направлением мембранны, а у края мембранны — с радиальным направлением мембранны. Так, собственно говоря, и показано в работе [6].

В [15] на основании работы [8] дана топология такой мембранны. Предложенная в этой работе топология имеет ось симметрии 4-го порядка (рис. 1, б).

Поскольку проектирование топологии по формулам, имеющимся в [6, 10, 20], представляется достаточно сложным и не отвечает на главный вопрос о положении границ  $x_2, x_1, y_2, y_1$  области, занимаемой тензорезистором, продолжим развивать метод проектирования, предложенный нами ранее [3, 13]. В расчетах будем принимать, что фундаментальные коэффициенты податливости МК [7, 10, 22] равны соответственно:

$$S_{11} = 0,768 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}; \quad (4a)$$

$$S_{12} = -0,214 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}; \quad (4b)$$

$$S_{44} = 1,26 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}. \quad (4v)$$

Значения коэффициентов приведены по американским данным, в которых отсутствуют сведения

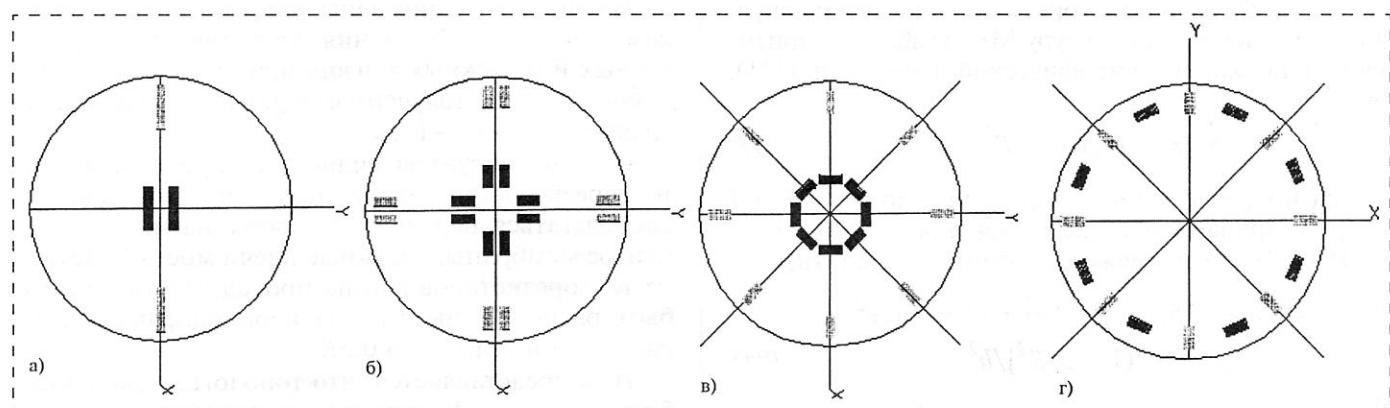


Рис. 1. Топология моста Уитстона из тензорезисторов:

a —  $p$ -типа, предложенная в работе [20]; б —  $p$ -типа, предложенная в работе [15]; в —  $p$ -типа, предлагаемая в настоящей статье; г —  $n$ -типа, предлагаемая в настоящей статье

о типе легирующей примеси и ее концентрации. Но в качестве предварительных данных ими безусловно можно пользоваться.

Фундаментальные продольный  $T_{11}$ , поперечный  $T_{12}$  и сдвиговый первого рода  $T_{44}$  тензорезистивные коэффициенты для МК  $p$ -типа проводимости равны соответственно [22]:

$$T_{11} = +6,6 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}; \quad (5a)$$

$$T_{12} = -1,1 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}; \quad (5b)$$

$$T_{44} = +138,1 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}. \quad (5c)$$

Те же коэффициенты для МК  $n$ -типа проводимости равны [22]:

$$T_{11} = -102,2 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}; \quad (6a)$$

$$T_{12} = +53,4 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}; \quad (6b)$$

$$T_{44} = -13,6 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}. \quad (6c)$$

Эти данные для объемно-легированного МК можно принять в качестве предварительных, поскольку достоверных данных для диффузионных и ионно-легированных слоев на кремнии, если не считать данных [26], нет и в настоящее время. В [26] приведены значения фундаментальных тензорезистивных коэффициентов для диффузионных слоев  $p$ -типа

$$T_{11} = 3 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1};$$

$$T_{12} = -1 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1};$$

$$T_{44} = 80 \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1},$$

что по мнению автора соответствует поверхностной концентрации легирующей примеси примерно  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ .

Следует заметить, что достаточно подробный справочник по свойствам полупроводниковых материалов [2] подобных сведений также не приводит.

Относительное изменение сопротивления  $\Delta r/r$  "точечного" тензорезистора, находящегося на круглой защелленной по контуру МК мемbrane с ориентацией по кристаллографической плоскости (111), будет равно [27]:

$$\Delta r/r = T_{11} \sigma_X + T_{12} \sigma_Y, \quad (7)$$

где  $\sigma_X$  и  $\sigma_Y$  — главные напряжения по осям  $X$  и  $Y$  в рассматриваемой точке мембраны.

По [23] эти напряжения равны соответственно:

$$\sigma_X = 0,375p[(3 + \mu)x^2 + (1 + 3\mu)y^2 - (1 + \mu)R^2]/h^2 \quad (8a)$$

$$\sigma_Y = 0,375p[(1 + 3\mu)x^2 + (3 + \mu)y^2 - (1 + \mu)R^2]/h^2, \quad (8b)$$

где  $\mu$  — коэффициент Пуассона материала мембраны.

Ранее нами [3, 13] были получены для кристаллографической плоскости (111) выражения для продольного  $T_{11}$  и поперечного  $T_{12}$  тензорезистивных коэффициентов и коэффициента Пуассона в виде:

$$T_{11} = 0,5(T_{11} + T_{12} + T_{44}); \quad (9a)$$

$$T_{12} = 0,1666(T_{11} + 5T_{12} - T_{44}); \quad (9b)$$

$$\mu = -0,3333(S_{11} + 5S_{12} - 0,5S_{44})/(S_{11} + S_{12} + 0,5S_{44}). \quad (9c)$$

Тогда на основании уравнений относительное изменение сопротивления  $\Delta r/r$  "точечного" тензорезистора  $p$ -типа проводимости, когда направление между электрическими контактами совпадает с радиальным направлением мембраны, будет

$$\Delta r/r_{\text{рад}, p} = (72,38x^2 + 10,72y^2 - 20,78R^2)p \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}/h^2, \quad (10a)$$

а когда направление между электрическими контактами совпадает с окружным направлением мембраны, будет соответственно

$$\Delta r/r_{\text{окр}, p} = (10,72x^2 + 72,38y^2 - 20,78R^2)p \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}/h^2. \quad (10b)$$

Для "точечного" тензорезистора  $n$ -типа проводимости, когда направление между электрическими контактами совпадает с радиальным направлением мембраны, имеем

$$\Delta r/r_{\text{рад}, n} = (-21,1x^2 + 18,6y^2 - 0,628R^2)p \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}/h^2, \quad (10c)$$

когда направление между электрическими контактами совпадает с окружным направлением мембраны, имеем соответственно

$$\Delta r/r_{\text{окр}, n} = (18,6x^2 - 21,1y^2 - 0,628R^2)p \cdot 10^{-11} \text{ Па}^{-1}/h^2. \quad (10d)$$

На рис. 2 и 3 приведены эпюры относительного изменения сопротивления  $\Delta r/r$  "точечных" радиальных и окружных тензорезисторов обоих типов проводимости, полученные в результате расчета по уравнениям (10a—10g).

Из этих рисунков видно, что продольные оси тензорезисторов  $p$ -типа проводимости должны располагаться параллельно координатным осям в центре мембраны. Смежные плечи моста Уитстона из тензорезисторов  $p$ -типа проводимости должны быть расположены в радиальном направлении на расстоянии примерно  $0,5R$ .

Нам представляется, что топология такой мембраны с мостом Уитстона из тензорезисторов  $p$ -типа проводимости должна иметь ось симметрии 8-го или даже 16-го порядка. Топология такой мембраны с мостом Уитстона из тензорезисторов

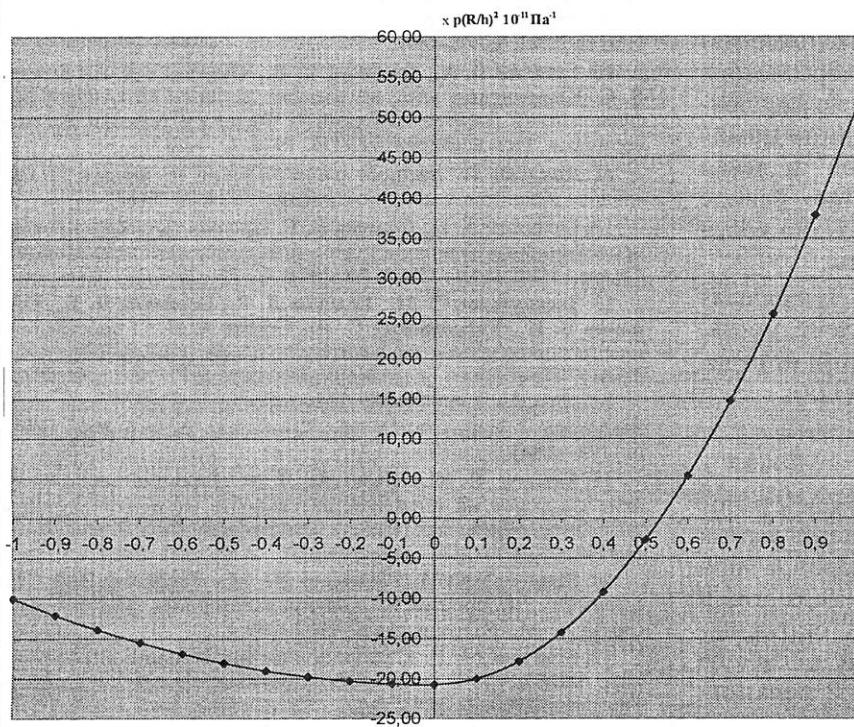


Рис. 2. Относительное изменение сопротивления "радиальных" (справа) и "окружных" (слева) точечных тензорезисторов *p*-типа

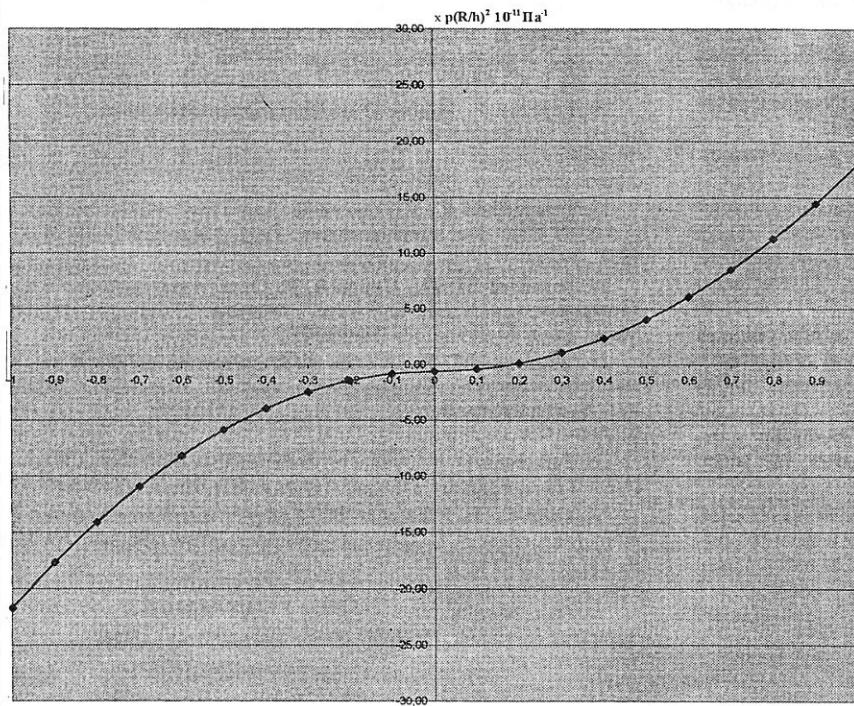


Рис. 3. Относительное изменение сопротивления "радиальных" (справа) и "окружных" (слева) точечных тензорезисторов *n*-типа

*n*-типа проводимости также должна иметь ось симметрии 8-го, 16-го и даже более высокого порядка. Это позволит иметь более равномерный нагрев ее протекающим током, что особенно важно для мембран, толщина которых не превышает 30 мкм.

Уточненный расчет положения границ тензорезисторов получается в результате интегрирования тензоэффекта по площади, занимаемой тензорезисторами, и последующем усреднении результата, т. е.:

$$\Delta r/r = (x_2 - x_1)^{-1}(y_2 - y_1)^{-1} \times \iint (k_1 x^3 + k_2 y^3 - k R^2) dx dy. \quad (11)$$

Тогда уравнения примут окончательный вид:

$$\begin{aligned} \Delta r/r_{\text{рад}, p} = & [24,13(x_2^2 + x_2 x_1 + x_1^2) + \\ & + 3,57(y_2^2 + y_2 y_1 + y_1^2) - 20,78 R^2] p \times \\ & \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}/h^2; \end{aligned} \quad (12a)$$

$$\begin{aligned} \Delta r/r_{\text{окр}, p} = & [3,57(x_2^2 + x_2 x_1 + x_1^2) + \\ & + 24,13(y_2^2 + y_2 y_1 + y_1^2) - \\ & - 20,78 R^2] p \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}/h^2; \end{aligned} \quad (12b)$$

$$\begin{aligned} \Delta r/r_{\text{рад}, n} = & [-7,03(x_2^2 + x_2 x_1 + x_1^2) + \\ & + 6,2(y_2^2 + y_2 y_1 + y_1^2) - 0,628 R^2] p \times \\ & \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}/h^2; \end{aligned} \quad (12c)$$

$$\begin{aligned} \Delta r/r_{\text{окр}, n} = & [6,2(x_2^2 + x_2 x_1 + x_1^2) - \\ & - 7,03(y_2^2 + y_2 y_1 + y_1^2) - \\ & - 0,628 R^2] p \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}/h^2. \end{aligned} \quad (12d)$$

Этапы проектирования топологии таковы:

- по верхнему пределу измеряемого давления *p* определяем отношение (*R/h*);
- выбираем тип ионного легирования (или диффузии) — "базовое" или "эмиттерное";
- выбираем форму тензорезисторов и их ширину;
- определяем число "квадратов", т. е. номинальное сопротивление;
- выбираем тип симметрии топологии, которая, на наш взгляд, должна иметь ось симметрии не ниже 4-го порядка;

- вычерчиваем положение тензорезисторов в центральной части мембраны;
- по уравнению (12а) находим относительное изменение сопротивления  $\Delta r/r$  тензорезистора  $p$ -типа проводимости, причем "число квадратов" в нем должно быть равно половине номинального значения "числа квадратов" и левая граница  $x_1$  должна принимать значение, равное нулю, в силу того, что при расчете начало координат совпадает с центром мембранны;
- зная примерное положение центра тензорезистора, находящегося в смежном плече моста, с помощью итерационных вычислений определяем его положение по уравнению (12а).

\* \* \*

Таким образом, полученные в настоящей работе уравнения (10а, 10б) для тензорезисторов  $p$ -типа и уравнения (10в, 10г) для тензорезисторов  $n$ -типа позволяют определить правую и левую верхнюю и нижнюю границы области, занимаемой "окружными" и "радиальными" тензорезисторами, в зависимости от верхнего предела измерений и параметров  $R$  и  $h$  МК-мембранны.

#### Список литературы

1. Андреева Л. Е. Упругие элементы приборов. М.: Машгиз, 1962.
2. Баранский П. И., Клочков В. П., Потыкевич И. В. Полупроводниковая электроника. Свойства материалов (Справочник), Киев: Наукова думка, 1975. 704 с.
3. Беликов Л. В., Берников В. Б., Евдокимов В. И., Заседателев С. М., Киселевский С. Л., Сгибов А. П. О проектировании датчиков давления с "интегральными" тензопреобразователями. М.: ЦНИИТЭПриборостроения, 1971. 20 с.
4. Березин А. С., Мочалкина О. Р. Технология и конструирование интегральных микросхем. М.: Радио и связь, 1983. 232 с.
5. Ваганов В. И., Пономарев К. М. Кремниевый манометрический элемент для интегральных преобразователей малых давлений, Материалы XXII научно-технической конференции "Физическая электроника". Вып. 1. Каунас: Изд. Каунасского политехнич. института. 1972. С. 125—130.
6. Ваганов В. И., Пономарев К. М. Исследование свойств диффузионных тензорезисторов преобразователей давления с кремниевыми мембранны // Измерительная техника. 1973. № 7. С. 35—36.
7. Вустер У. Применение тензоров и теории групп для описания физических свойств кристаллов / Пер. с англ. М.: Мир, 1977. 383 с.
8. Гридчин В. А. Расчет интегральной тензочувствительной мостовой схемы на круглой мемbrane // Физика и техника полупроводников. Новосибирск: НЭТИ. 1974. С. 120—133.
9. Гридчин В. А. Физические вопросы проектирования кремниевых интегральных тензопреобразователей // Физические основы полупроводниковой тензометрии. Новосибирск: НЭТИ. 1981. С. 48—80.
10. Гридчин В. А., Алексеев В. В., Осинцова Л. А., Шадрин В. С. Кремниевый упругий элемент мембранныго типа с диффузионными тензорезисторами // Физика и техника полупроводников. Новосибирск: НЭТИ. 1970. С. 3—8.
11. Джексон П. Датчики сопротивления из фольги // Прикладная механика и машиностроение. 1954. № 5 (17). С. 88—103.
12. Еланская Л. Г., Фомина В. Г. Прочность некоторых полупроводниковых монокристаллов при комнатной температуре // Труды ГИРЕДМЕТ. Вып. 66. 1974. С. 19—25.
13. Заседателев С. М., Беликов Л. В., Берников В. Б., Евдокимов В. И., Киселевский С. Л., Сгибов А. П. О проектировании датчиков давления с интегральными тензопреобразователями // Приборы и системы управления. 1971. № 11. С. 45—48.
14. Интегральные схемы. Принцип конструирования и производства / Пер. с англ. М.: Советское радио, 1968. 264 с. (с. 178—184).
15. Кальпус В. Ю., Куракова Л. М. Влияние технологических факторов на тензочувствительность элементов мембранныго типа // Физика и техника полупроводников. Новосибирск: НЭТИ, 1976. С. 106—113.
16. Концевой Ю. А., Литвинов Ю. М., Фаттахов Э. А. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. М.: Радио и связь, 1982. 240 с.
17. Майзель М. Б. К вопросу чувствительности диафрагменного манометра с фольговыми тензодатчиками // Приборостроение. 1960. № 9. С. 5—7.
18. Мэдленд Г. Р., Дикен Г. К., Ричардсон Р. Д., Пritchard Р. Л., Боуэр Ф. Г., Крет Д. Б. Интегральные схемы. Основы проектирования и технологии / Пер. с англ. М.: Советское радио, 1970. 952 с.
19. Най Дж. Физические свойства кристаллов и их описание при помощи тензоров и матриц / Пер. с англ. М.: Мир, 1967. 386 с.
20. Пивоненков Б. И., Стучеников В. М. Проектирование полупроводниковых интегральных тензочувствительных структур // Приборы и системы управления. 1976. № 1. С. 20—21.
21. Синев А. В., Этингоф М. И. О выборе формы датчиков давления с фольговыми тензодатчиками // Приборостроение. 1966. № 9. С. 6—8.
22. Терстон Р. Применение полупроводниковых преобразователей для измерения деформаций, ускорений и смещений // Физическая акустика. Под ред. У. Мэзона. Т. 1. Часть "Б": Пер. с англ. М.: Мир, 1967. С. 187—209.
23. Тимошенко С. П., Лессельс Дж. Прикладная теория упругости: Изд. 3-е, стереотипное: Пер. с англ. М.—Л.: ГНТИ, 1931. 392 с.
24. Этингоф М. И., Синев А. В. Особенности расчета электротензометрических датчиков давления // Труды ЦНИИТМаш. Вып. 61. 1966. С. 105—110.
25. Этингоф М. И., Синев А. В., Фролов К. В. К расчету мембранныго тензометрического датчика давления повышенной чувствительности // Труды ЦНИИТМаш. Вып. 62. 1966. С. 114—123.
26. Fulkerson D. E. A Silicon Integrated Circuit Force Sensor // IEEE Trans. Electron Devices. 1969. V. ED-16. N 10. P. 867—870.
27. Tufte O. N., Chapman P. W., Long D. Silicon Diffused Element Piezoresistive Diaphragms // J. Appl. Phys. 1962. V. 33. N 11. P. 3322—3327.

# Применение МСТ

УДК 531.768 + 62.752.4

В. М. Ачильдиев, канд. техн. наук, В. Н. Дрофа,  
В. М. Рублев, Г. В. Сорокин, канд. техн. наук,  
Д. А. Щцаев,  
НПП "Регуста"

## СИСТЕМА ИЗМЕРЕНИЙ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ И КАЧЕСТВА ПОКРЫТИЯ ДОРОЖНОГО ПОЛОТНА НА ОСНОВЕ ИНЕРЦИАЛЬНОГО БЛОКА БИ-210

*Рассматривается конструкция и принципы действия беспилотного измерительного блока для контроля параметров дороги на основе трех микромеханических кремниевых акселерометров и волоконно-оптического гироскопа.*

Радиусы кривизны, уклоны вдоль и поперек дороги, сцепление колес с дорогой и ровность покрытия дорожного полотна являются важнейшими характеристиками автомобильных дорог, определяющими безопасность и удобство движения.

Разработанная и эксплуатируемая в настоящее время автомобильная установка ПКРС-2 для контроля ровности покрытия дорог и значения коэффициента сцепления отличается громоздкостью, невысокой точностью и примитивной системой регистрации и обработки информации [1].

Появление достаточно дешевых и надежных измерителей линейных ускорений и угловой скорости [2, 3] позволяет создать малогабаритный, работающий в большом диапазоне температур блок для определения геометрических параметров и качества дорожного покрытия. Блок работает совместно с имеющимися серийными устройствами: вычислительным комплексом на основе ПЭВМ, системой отсчета пройденного пути и контроля линейной скорости автомобиля на основе GPS и одометра.

Устройство для измерения геометрических параметров дороги, описанное в [4], не обеспечивает требуемые точность и достоверность результатов измерения, что обусловлено расположением акселерометров и курсового гироскопа в кузове автомобиля, угловое положение которого, а следовательно, и угловое положение осей чувствительности акселерометров и гироскопа нестабильно относи-

тельно базиса, образуемого колесами автомобиля и принятого за отсчетный. Кроме того, в устройстве отсутствует возможность определения таких параметров качества дорожного покрытия, как его ровность и коэффициент сцепления с колесами.

Рассматриваемая ниже система на основе инерциального измерительного блока БИ-210, структурная схема которой приведена на рис. 1, обеспечивает измерение как геометрических параметров дороги (уклоны, радиусы кривизны), так и качество дорожного покрытия (ровность, коэффициент сцепления) [5].

Блок БИ-210 включает в себя (рис. 2) три акселерометра  $A_x$ ,  $A_y$ ,  $A_z$  с осями чувствительности, направленными вдоль осей автомобиля, датчик угловой скорости на основе волоконно-оптического гироскопа  $\Gamma_z$  с вертикальной осью чувствительности



Рис. 1. Состав системы измерения и контроля геометрических параметров и качества дорожных покрытий

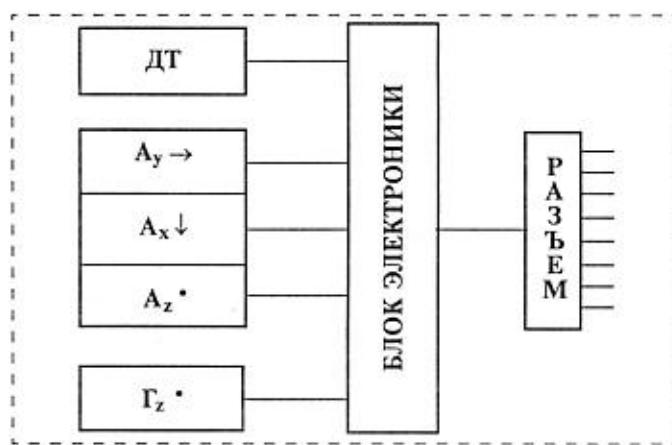


Рис. 2. Состав инерциального измерительного блока

сти и датчик температуры ДТ для коррекции температурной погрешности измерителей.

GPS-приемник с антенной на крыше автомобиля обеспечивает выдачу параметров движения автомобиля (координат, скоростей, курса) с временной привязкой. Полученная информация о скорости используется для коррекции неравномерности движения автомобиля в процессе измерения.

Автомобильный вычислительный комплекс на основе ПЭВМ типа Notebook с соответствующим программным математическим обеспечением обрабатывает результаты измерения, документирует оценки геометрических параметров дороги, ровности, коэффициентов сцепления и т. п., а также оперативно отображает эти оценки на мониторе в процессе измерений.

В качестве блока сопряжения используется серийный аналого-цифровой преобразователь, обеспечивающий преобразование аналоговых сигналов акселерометров и гироскопа в цифровой код.

Одометр используется по прямому назначению для контроля пройденного пути при привязке результатов измерения к дорожному полотну.

Питание системы осуществляется от аккумулятора автомобиля через преобразователи. На вход блока БИ-210 подается однополярное питание +5 В. Связь инерциального блока БИ-210 с блоками сопряжения и питания осуществляется по экранированному кабелю через стандартный герметичный разъем.

Блок БИ-210 устанавливается жестко с использованием специального крепежного устройства на задней балке подвески колес переднеприводного автомобиля, что обеспечивает независимость результатов измерения от смещений и колебаний кузова автомобиля.

ПЭВМ с монитором и блок сопряжения размещаются внутри автомобиля на специальном столике.

Блок БИ-210 рассчитан на эксплуатацию в следующих условиях:

- температура окружающей среды  $-20 \div +60^{\circ}\text{C}$ ;
- вибрация в диапазоне частот от 10 Гц до 2 кГц с амплитудой ускорений до 40 g;
- удары с временем воздействия до 0,01 с с амплитудой в импульсе до 100 g;
- влажность окружающей среды до 100 %;
- акустические шумы до 100 дБ.

Блок обеспечивает измерение параметров дороги в следующих диапазонах:

- продольный уклон 0–500 %;
- поперечный уклон 0–5 %;
- радиус горизонтальной кривой 4–5000 м;
- радиус вертикальной кривой 20–10000 м;
- ровность дорожных покрытий 50–2500 см/км;
- сцепные качества покрытий 0,1–1,0;
- степень повреждения дорожного полотна с глубиной до 5 см.

Общий вид блока БИ-210 показан на рис. 3. Размеры блока составляют  $120 \times 142 \times 43$  мм.

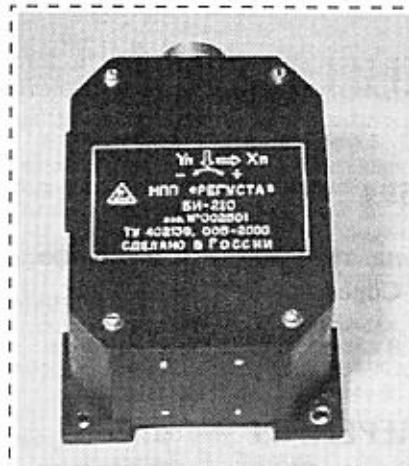


Рис. 3. Общий вид инерциального измерительного блока

Масса блока не превышает 1,0 кг. Используемая элементная база обеспечивает выход на режим измерения за 3–5 мин после включения.

Положение блока относительно системы координат (СК)  $O_aX_aY_aZ_a$ , связанной с автомобилем, показано на рис. 4. При этом ось  $O_aX_a$  проходит вдоль задней балки подвески, а ось  $O_aY_a$  совпадает с направлением движения автомобиля.

Носителями направляющей и установочной плоскостей являются оси чувствительности продольного ( $A_y$ ) и бокового ( $A_x$ ) акселерометров. Ось чувствительности гироскопа направлена вдоль оси  $O_aZ_a$ .

При установке блока на автомобиль плоскости  $O_aX_aY_a$  и  $O_pX_pY_p$  совпадают с точностью до погрешностей их взаимной выставки. При этом плоскость  $O_aX_aY_a$  при установке автомобиля на отгоризонтированной площадке близка к плоскости горизонта.

Учитывая, что в реальных условиях положение плоскости  $O_aX_aY_a$  может меняться от выезда к выезду, введем промежуточную базовую СК  $O_0X_0Y_0Z_0$ , относительно которой отсчитываются углы  $\alpha$  и  $\beta$ , характеризующие углы склона.

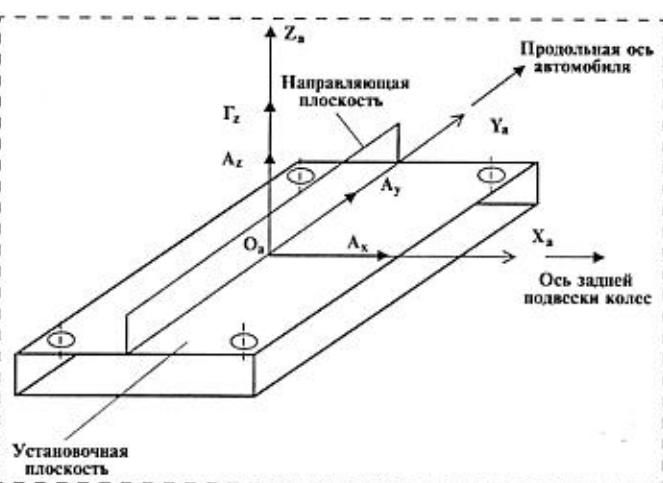


Рис. 4. Схема установки блока и ориентация осей чувствительности измерителей на автомобиле

На рис. 5 и 6 приведены схемы угловой ориентации СК, связанных с базовой плоскостью, автомобилем, измерительным блоком и осями чувствительности акселерометров и гироскопа.

Матрица-столбец  $\dot{W}_\Delta^3 = A_\Delta^n A_n^a A_a^0 A_0^3 [0 \ 0 \ -g]^T$ ,  $\Delta = x, y, z$ , (1)

где  $A_0^3$  — матрица ориентации базовой СК относительно горизонта (углы  $\alpha, \beta$ );  $A_a^0$  — матрица ориентации автомобильной СК относительно базовой (углы  $\Delta\alpha, \Delta\beta$ );  $A_n^a$  — матрица ориентации приборной СК относительно автомобильной (уг-

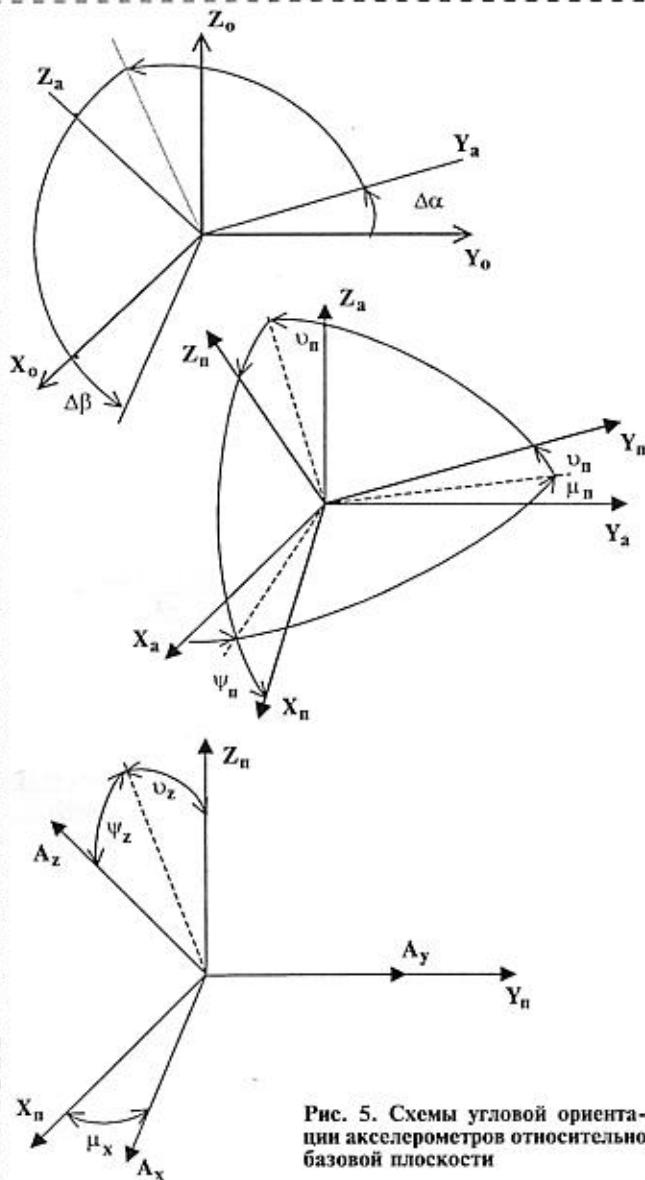


Рис. 5. Схемы угловой ориентации акселерометров относительно базовой плоскости

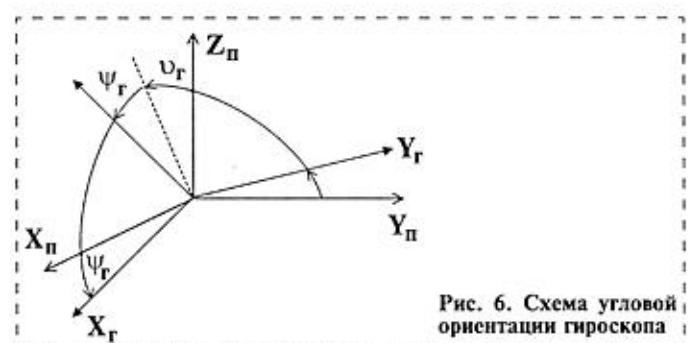


Рис. 6. Схема угловой ориентации гироскопа

лы  $\mu_n, \omega_n, \psi_n$ );  $A_\Delta^n$  — матрица ориентации осей чувствительности акселерометров относительно приборной СК (углы  $\mu_x, \omega_z, \psi_z$ ).

В соответствии с принятой схемой ориентации после перемножения матриц и соответствующих преобразований с учетом реальных значений углов получим:

$$\begin{aligned} \dot{W}_x &= [\sin\beta + \Delta\beta + \psi_n] \cos\alpha - \\ &\quad - (\mu_x + \mu_n) \sin(\alpha + \Delta\alpha + \omega_n) g; \\ \dot{W}_y &= [-\sin(\alpha + \Delta\alpha + \omega_n) - \mu_n \cos\alpha \sin(\beta + \Delta\beta)] g; \\ \dot{W}_z &= [-\cos(\beta + \Delta\beta + \psi_n + \psi_z) \cos\alpha + \\ &\quad + (\omega_z + \omega_n) \sin(\alpha + \Delta\alpha + \omega_n)] g. \end{aligned} \quad (2)$$

Отметим, что в данном случае угол  $\beta$  характеризует боковой уклон дорожного полотна в плоскости, наклоненной на угол  $\alpha$  (продольный уклон) относительно плоскости горизонта.

При движении автомобиля с ускорением  $\dot{V}$  и колебаниями его колес с ускорением  $\dot{a}$  из-за неровности дорожного покрытия с учетом угловой скорости  $\dot{W}$  разворота автомобиля блок будет дополнительно фиксировать ускорения на оси чувствительности акселерометров, которые могут быть представлены в виде

$$\begin{aligned} \dot{W}_\Delta^\dot{V} &= A_\Delta^n A_n^a A_a^0 [0 \ \dot{V} \ 0]^T = \\ &= \dot{V} [\mu_x + \mu_n \ 1 \ -(\alpha_0 + \omega_z)]^T; \\ \dot{W}_\Delta^{\dot{a}} &= A_\Delta^n A_n^a A_a^0 [0 \ 0 \ \dot{a}]^T = \dot{a} [-\beta_0 \ \alpha_0 \ 1]^T; \\ \dot{W}_\Delta^{\text{цб}} &= A_\Delta^n A_n^a A_a^0 [\omega_z V \ 0 \ -\omega_{x0} V]^T = \\ &= \dot{V} [\omega_{z0} + \beta_0 \omega_{x0} \ -\mu_n \omega_{z0} - \alpha_0 \omega_{x0} \ -\omega_{x0} + (\beta_0 + \psi_z) \omega_{z0}]^T. \end{aligned} \quad (3)$$

Здесь  $\omega_{z0} = \omega_r - (\beta_0 + \psi_r) \omega_{x0} + (\alpha_0 + \omega_r) \omega_{y0}$ ;  $\omega_{x0} = \dot{\alpha}$ ;  $\omega_{y0} = \dot{\beta}$ ;  $\alpha_0 = \Delta\alpha + \omega_n$ ;  $\beta_0 = \Delta\beta + \psi_n$ ;  $\mu = \mu_n + \mu_x$ ;  $V$  — скорость автомобиля;  $\dot{W}^{\text{цб}}$  — ускорения, вызванные центробежными силами.

В целом, при движении автомобиля вдоль дорожного полотна со скоростью  $V$  с продольными и поперечными уклонами на участках с разворотами

измерительный блок будет фиксировать проекции ускорения

$$\left. \begin{aligned} \dot{W}_x &= g[\sin(\beta + \beta_0) \cos\alpha - \\ &- \mu \sin(\alpha + \alpha_0)] + \mu \dot{V} + \\ &+ V(\omega_{z0} + \beta_0 \omega_{z0}) - \beta_0 \dot{\alpha}; \\ \dot{W}_y &= g[-\sin(\alpha + \alpha_0) - \mu_n \sin(\beta + \beta_0) \times \\ &\times \cos\alpha] + \dot{V} - V(\alpha_0 \omega_{x0} + \mu_n \omega_{z0}) + \alpha_0 \dot{\alpha}; \\ \dot{W}_z &= g[-\cos(\beta + \beta_0 + \psi_z) \cos\alpha + \\ &+ v \sin(\alpha + \alpha_0)] - (\alpha_0 + v_z) \dot{V} + \\ &+ V[-\omega_{x0} + (\beta_0 + \psi_z) \omega_{z0}] + \alpha; \\ \omega_r &= \omega_{z0} + (\psi_r + \beta_0) \omega_{x0} - (v_r + \alpha_0) \omega_{y0}. \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

Соотношения между линейной скоростью движения автомобиля  $V$ , угловыми скоростями и радиусами  $R_x$  и  $R_z$  его разворота в вертикальной и горизонтальной плоскостях можно записать в следующем виде:

$$V = \omega_{z0}/R_x; \quad V = \omega_{x0}/R_z. \quad (5)$$

Измеряемые датчиками значения проекций линейного ускорения и угловой скорости определяются выражениями

$$\begin{aligned} \dot{W}_\Delta &= \frac{U_\Delta - U_{0\Delta}}{K_\Delta}, \quad \Delta = x, y, z; \\ \omega_{rz} &= \frac{U_{\omega z} - U_{0\omega}}{K_{\omega z}}, \end{aligned} \quad (6)$$

где  $U_\Delta$ ,  $U_{\omega z}$  — сигналы, снимаемые с датчиков;  $K_\Delta$ ,  $K_{\omega z}$  — масштабные коэффициенты датчиков;  $U_{0\Delta}$ ,  $U_{0\omega}$  — величины нулевых сигналов.

Величины  $K_\Delta$ ,  $K_{\omega z}$ ,  $U_{0\Delta}$ ,  $U_{0\omega}$  определяются в процессе приемо-сдаточных испытаний и заносятся в паспорт на блок. Одновременно определяется зависимость этих параметров от температуры, которая также заносится в паспорт и используется в процессе эксплуатации блока на автомобиле. Источником информации о внутренней температуре блока является термодатчик, расположенный на одной плате вместе с акселерометрами.

Приведенные выше значения углов  $\alpha_0$ ,  $\beta_0$ ,  $\mu$ ,  $\mu_n$  определяются индивидуально после установки блока на автомобиль.

Оценка углов начальной выставки  $\alpha_0$  и  $\beta_0$  проводится на неподвижном автомобиле с накаченными шинами на площадке с малыми углами склонов.

По сигналам акселерометров, полученным в двух положениях автомобиля, развернутого на  $180^\circ$  (вдоль и против движения), в соответствии с (4) получим:

- для продольного акселерометра  $A_y$ :

$$\left. \begin{aligned} \dot{W}_{y1} &= -g \sin(\alpha_0 + \alpha); \\ \dot{W}_{y2} &= -g \sin(\alpha_0 - \alpha); \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

- для бокового акселерометра  $A_x$ :

$$\left. \begin{aligned} \dot{W}_{x1} &= g \sin(\beta_0 + \beta) \cos\alpha; \\ \dot{W}_{x2} &= g \sin(\beta_0 - \beta) \cos\alpha; \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

Оценки углов  $\alpha$ ,  $\alpha_0$  и  $\beta_0$  с учетом (6) могут быть определены выражениями

$$\alpha_0 = \frac{1}{2} \left\{ \arcsin \left( -\frac{U_{y1} - U_{0y}}{g K_y} \right) + \arcsin \left( -\frac{U_{y2} - U_{0y}}{g K_y} \right) \right\};$$

$$\beta_0 = \frac{1}{2} \left\{ \arcsin \left( \frac{U_{x1} - U_{0x}}{g K_x \cos\tilde{\alpha}} \right) + \arcsin \left( \frac{U_{x2} - U_{0x}}{g K_x \cos\tilde{\alpha}} \right) \right\}; \quad (9)$$

$$\tilde{\alpha} = \frac{1}{2} \left\{ \arcsin \left( -\frac{U_{y1} - U_{0y}}{g K_y} \right) - \arcsin \left( -\frac{U_{y2} - U_{0y}}{g K_y} \right) \right\}.$$

Полученные значения углов  $\alpha_0$  и  $\beta_0$  вводятся в память ПЭВМ и используются при оценке углов склона в процессе движения автомобиля.

Оценка систематических значений погрешностей углов выставки акселерометров в горизонтальной плоскости (углы  $\mu$ ,  $\mu_n$ ) выполняется на неподвижном автомобиле, выставленном на площадке с большим углом  $\alpha$  склона. При этом углы  $\bar{\alpha}$  и  $\bar{\beta}$  этой площадки должны быть измерены заранее другими средствами.

Для бокового акселерометра:

$$\dot{W}_{x1} = g[\sin(\bar{\beta} + \beta_0) \cos\bar{\alpha} - (\mu_n + \mu_x) \sin(\bar{\alpha} + \alpha_0)],$$

откуда

$$\mu = \mu_n + \mu_x = \frac{1}{\sin(\bar{\alpha} + \alpha_0)} \left\{ -\frac{U_{x1} - U_{0x}}{g K_x} + \right. \\ \left. + \sin(\bar{\beta} + \beta_0) \cos\bar{\alpha} \right\}. \quad (10)$$

При установке автомобиля на этой же площадке с разворотом на  $90^\circ$  получим для продольного акселерометра:

$$\dot{W}_{y1} = -g[\sin(\bar{\beta} + \alpha_0) \cos\bar{\alpha} + \mu_n \sin(\bar{\alpha} + \alpha_0)],$$

откуда

$$\mu_n = -\frac{1}{\sin(\bar{\alpha} + \alpha_0)} \left\{ \frac{U_{y1} - U_{0y}}{g K_y} + \right. \\ \left. + \sin(\bar{\beta} + \alpha_0) \cos\bar{\alpha} \right\}. \quad (11)$$

Оценка текущих значений углов уклона  $\tilde{\alpha}(i\Delta T)$  и  $\tilde{\beta}(i\Delta T)$  при движении автомобиля проводится в соответствии с (4) по следующим выражениям:

$$\left. \begin{aligned} \tilde{\alpha}(i\Delta T) &= \arcsin \left\{ \frac{1}{g} \left[ -\frac{U_y(i\Delta T) - U_{0y}}{K_y} - \right. \right. \\ &- g\mu_n \sin(\tilde{\beta}(i-1)\Delta T + \beta_0) \times \\ &\times \cos \tilde{\alpha}(i-1)\Delta T + \alpha_0 \dot{\alpha}(i\Delta T) + \\ &+ \dot{V}(i\Delta T) - V(\alpha_0 \omega_{x0} + \mu_n \omega_{z0}) \left. \right] \left. \right\} - \alpha_0; \\ \tilde{\beta}(i\Delta T) &= \arcsin \left\{ \frac{1}{g \cos \tilde{\alpha}(i\Delta T)} \times \right. \\ &\times \left[ \frac{U_x(i\Delta T) - U_{0x}}{K_x} - \mu g \sin(\alpha(i\Delta T) + \right. \\ &+ \alpha_0) - \mu \dot{V}(i\Delta T) - V(\omega_{z0}(i\Delta T) + \\ &+ \beta_0 \omega_{x0}(i\Delta T)) + \beta_0 \dot{\alpha}(i\Delta T) \left. \right] \left. \right\} - \beta_0, \end{aligned} \right\} \quad (12)$$

где

$$\begin{aligned} \dot{\alpha} &= \frac{U_z(i\Delta T) - U_{0z}}{K_z} + g \cos \tilde{\alpha} [(i-1)\Delta T] \times \\ &\times \cos \tilde{\beta} [(i-1)\Delta T + \beta_0]; \\ \omega_{z0}(i\Delta T) &= \frac{\omega_{\phi z}(i\Delta T) - U_{0\phi}}{K_{\phi z}} - (\psi_r + \beta_0) \omega_{x0}(i\Delta T); \\ \omega_{x0}(i\Delta T) &= \dot{\alpha}(i\Delta T); \end{aligned}$$

$\Delta T$  — дискретность (такт) оценки уклона;  $i = 1, 2, 3, \dots$

Поскольку углы до  $\alpha_0, \beta_0$  малые ( $< 30'$ ) и угол  $\psi_r \leq 1^\circ$ , а для оценки углов уклона берется усредненный сигнал с датчиков (время усреднения  $\geq 1$  с), выражение (12) может быть упрощено:

$$\left. \begin{aligned} \tilde{\alpha}(i\Delta T) &= \arcsin \left\{ \frac{1}{g} \left[ -\frac{U_y(i\Delta T) - U_{0y}}{K_y} - \right. \right. \\ &- g\mu_n \sin(\tilde{\beta}(i-1)\Delta T + \beta_0) \times \\ &\times \cos \tilde{\alpha}(i-1)\Delta T + \dot{V}(i\Delta T) \left. \right] \left. \right\} - \alpha_0; \\ \tilde{\beta}(i\Delta T) &= \arcsin \left\{ \frac{1}{g \cos \tilde{\alpha}(i\Delta T)} \times \right. \\ &\times \left[ \frac{U_x(i\Delta T) - U_{0x}}{K_x} - \mu(g \sin(\alpha(i\Delta T) + \right. \\ &+ \alpha_0) + \dot{V}(i\Delta T)) - \\ &- V\omega_{z0}(i\Delta T) \left. \right] \left. \right\} - \beta_0, \end{aligned} \right\} \quad (13)$$

$$\text{где } \omega_{z0}(i\Delta T) = \frac{U_{\phi z}(i\Delta T) - U_{0\phi}}{K_{\phi z}}.$$

Оценка радиусов кривизны может быть получена исходя из следующих соотношений:

- в плоскости дороги

$$R_x(i\Delta T) = \frac{\tilde{V}(i\Delta T)}{\omega_z(i\Delta T)} = \frac{K_\phi \tilde{V}(i\Delta T)}{U_\phi(i\Delta T) - U_{0\phi}}, \quad (14)$$

- в вертикальной плоскости:

$$R_y(i\Delta T) = \frac{\tilde{V}(i\Delta T)}{\omega_x(i\Delta T)} = \frac{\tilde{V}(i\Delta T)}{\dot{\alpha}(i\Delta T)}. \quad (15)$$

Величина, характеризующая угловую скорость движения автомобиля в вертикальной плоскости, в первом приближении определяется выражением

$$\dot{\alpha} = \frac{\alpha[(i-1)\Delta T] - \alpha(i\Delta T)}{\Delta T}.$$

Поскольку точность оценки  $\dot{\alpha}$  из-за зашумленности сигнала с акселерометра может быть малой, для оценки радиуса  $R_z(i\Delta T)$  воспользуемся зависимостью

$$R_z(i\Delta T) = f[\tilde{\alpha}[(i-1)\Delta T], \tilde{\alpha}(i\Delta T), \tilde{\alpha}[(i+1)\Delta T]], \quad (16)$$

где  $\alpha$  — текущие оценки угла уклона в продольном направлении на интервале  $t_u \geq 3\Delta T$ .

Полагая, что  $R_z$  является радиусом окружности, уравнение для оценки кривизны на данном интервале  $t_u$  может быть записано в форме:

$$(y_i - y_0)^2 + (x_i - x_0)^2 = R_z^2, \quad i = 1, 2, 3, \dots$$

Приращения координат точек по осям  $x, y$  (пройденный путь в горизонтальной плоскости, снижение — возвышение в вертикальной плоскости), как следует из рис. 7, при измеренных углах уклона могут быть следующим образом:

$$\begin{aligned} x_1 &= y_1 = 0; \\ x_2 &= V_2 \Delta T \cos \alpha_1 + x_1; \\ y_2 &= V_2 \Delta T \sin \alpha_1 + y_1; \end{aligned}$$

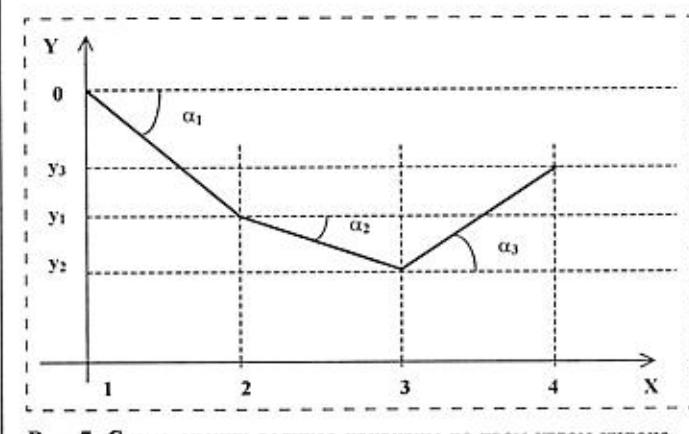


Рис. 7. Схема оценки радиуса кривизны по трем углам уклона

$$\begin{aligned}x_3 &= V_3 \Delta T \cos \alpha_2 + x_2; \\y_3 &= V_3 \Delta T \sin \alpha_2 + y_2; \\x_4 &= V_4 \Delta T \cos \alpha_3 + y_3; \\y_4 &= V_4 \Delta T \sin \alpha_3 + y_3,\end{aligned}$$

где  $V_i$  — скорость движения автомобиля на интервале между точками оценки углов (с учетом поправок от GPS).

Подставляя указанные координаты в уравнение окружности, получаем:

$$\begin{aligned}x_0^2 + y_0^2 &= R_z^2; \\(V_2 \Delta T \cos \alpha_1 - x_0)^2 + (V_2 \Delta T \sin \alpha_1 - y_0)^2 &= R_z^2; \\[(V_3 \Delta T \cos \alpha_2 + V_2 \Delta T \cos \alpha_1) - x_0]^2 + \\+ [(V_3 \Delta T \sin \alpha_2 + V_2 \Delta T \sin \alpha_1) - y_0]^2 &= R_z^2.\end{aligned}$$

После преобразований будем иметь:

$$\begin{aligned}x_0^2 + y_0^2 &= R_z^2; \\x_0^2 + y_0^2 - 2V_2 \Delta T (x_0 \cos \alpha_1 + y_0 \sin \alpha_1) + \\+ V_2^2 \Delta T^2 &= R_z^2; \\x_0^2 + y_0^2 + \Delta T^2 [V_2^2 + V_3^2 + 2V_2 V_3 (\cos \alpha_1 \cos \alpha_2 + \\+ \sin \alpha_1 \sin \alpha_2) - 2\Delta T [x_0 (V_2 \cos \alpha_1 + V_3 \cos \alpha_2) + \\+ y_0 (V_2 \sin \alpha_1 + V_3 \sin \alpha_2)]] &= R_z^2,\end{aligned}$$

откуда для определения координат  $x_0$ ,  $y_0$  запишем систему двух линейных уравнений

$$\left\{ \begin{array}{l} x_0 \cos \alpha_1 + y_0 \sin \alpha_1 = (\Delta T / 2) V_2; \\ x_0 (V_2 \cos \alpha_1 + V_3 \cos \alpha_2) + y_0 (V_2 \sin \alpha_1 + \\+ V_3 \sin \alpha_2) = (\Delta T / 2) [V_2^2 + V_3^2 + \\+ 2V_2 V_3 \cos(\alpha_1 - \alpha_2)]. \end{array} \right.$$

Будем полагать, что для малых интервалов ( $\Delta T = 1$  с)  $V_2 = V_3 = V$ , тогда уравнения примут вид

$$\left\{ \begin{array}{l} x_0 \cos \alpha_2 + y_0 \sin \alpha_1 = (\Delta T / 2) V; \\ x_0 (\cos \alpha_1 + \cos \alpha_2) + y_0 (\sin \alpha_1 + \sin \alpha_2) = \\ = \Delta T V [1 + \cos(\alpha_1 - \alpha_2)]. \end{array} \right.$$

Решение системы дает:

$$x_0 = \frac{F_x}{\Delta}; \quad y_0 = \frac{F_y}{\Delta}, \quad (17)$$

где  $\Delta = \cos \alpha_2 \sin \alpha_2 - \sin \alpha_1 \cos \alpha_1 \neq 0$ ;

$$F_x = \frac{1}{2} (\sin \alpha_1 + \sin \alpha_2) - \sin \alpha_1 [1 + \cos(\alpha_1 - \alpha_2)] \neq 0;$$

$$F_y = -\frac{1}{2} (\cos \alpha_1 + \cos \alpha_2) + \cos \alpha_1 [1 + \cos(\alpha_1 - \alpha_2)] \neq 0.$$

В случае  $\alpha_1 = \alpha_2$  (ровный спуск—подъем)  $\Delta = 0$ , радиус кривизны  $R \rightarrow \infty$ . При практическом использовании можно ограничиться значением  $\geq 10^{-3}$ .

Алгоритм оценки ровности дорожного покрытия включает в себя:

- расчет поправки в процессе движения (для дорог с большим уклоном):

$$\bar{\Delta}(i\Delta T) = \cos \bar{\beta}(i\Delta T) \cos \bar{\alpha}(i\Delta T); \quad (18)$$

- оценку перегрузки из-за неровности дорожного покрытия:

$$n(i\Delta T) = \frac{U_z(i\Delta T) - U_{0z}}{gK_z} + \bar{\Delta}(i\Delta T). \quad (19)$$

Обработка полученного текущего массива  $n(i\Delta T)$  чисел в интервале  $\Delta t$  включает в себя:

- исключение "всплесков", вызванных повреждением дорожного полотна;
- оценку средней интенсивности воздействия неровностей дороги на колесо, выражаемой суммарной перегрузкой на километр дороги.

При этом суммирование проводится только по положительным ординатам на временных интервалах, равных единицам минут.

При использовании в качестве критерия ровности дорожного покрытия оценок спектральной плотности алгоритм оценки может быть получен на основе быстрого преобразования Фурье.

Оценка коэффициентов сцепления дорожного покрытия решается самостоятельно и требует применения только сигналов продольного и бокового акселерометров. При этом коэффициент сцепления определяется как величина максимальной перегрузки при экстренном торможении автомобиля до юза.

Для выбранного состава датчиков (акселерометров и гироскопа) геометрические параметры дороги определяются с точностью:

- по углам уклона  $\sigma \leq 1 \div 2^\circ$ ;
- по радиусу кривизны  $\sigma = 0,1 \div 0,2$  м.

В реальных условиях эти погрешности, как показали испытания, составляют  $\sigma = 3 \div 4^\circ$  по углам уклона и  $0,3 \div 0,4$  м по радиусу кривизны. Увеличение погрешностей оценки связано с неточностью учета влияния температуры (прибор не термостатируется), а также с влиянием различных помех механического и электрического происхождения.

#### Список литературы

- Инструкция по эксплуатации автомобильной установки ПРКС-2 для контроля ровности и коэффициента сцепления дорожных покрытий. М.: СоюздорНИИ, 1971.
- Doscher J. Sh. Noise, Wide Band with Accelerometer of More Expansion Sensors // Analog Dialogue. V. 33, 1999.
- Logozinskiy V. N., Solomatin V. A. Compassing Application of the Fiber Optic Rate Gyro. Saint Petersburg. Inertial conference on & integrated Navigation Systems. 1997.
- Achil'dyev B. M., Drofa B. N., Rublev V. M., Sorokin B. E., Sorokin G. B., Tschaev D. A. Способ определения уклона, кривизны, неровности и коэффициента сцепления дорожного покрытия и устройство для его осуществления. Патент № 2162202 от 25.03.2000.
- Научно-технический отчет "Разработка облика построения системы измерений уклона, кривизны, ровности и коэффициента сцепления дорожных покрытий". НПП "Регуста", 1999.

УДК 621.3

В. В. Максименко, канд. физ.-мат. наук,  
 Б. Ш. Галямов, канд. физ.-мат. наук,  
 НИФХИ им. Л. Я. Карпова,  
 П. П. Мальцев, д-р техн. наук, проф.,  
 Секция прикладных проблем при Президиуме РАН

## ФРАКТАЛЬНЫЕ КЛАСТЕРЫ И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА. ДИЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ ПРОНИЦАЕМОСТЬ ФРАКТАЛЬНОГО КЛАСТЕРА\*

*Представлена модель фрактального кластера, состоящего из нанометровых твердых частиц. Рассмотрено явление перенормировки длины волны внешнего электромагнитного излучения внутри кластера, являющейся необходимым условием реализации антуановской локализации. Рассчитана эффективная диэлектрическая проницаемость кластера. Предсказано ее аномальное возрастание при фрактальной размерности кластера ниже критического значения  $d = 3/2$ . Обсуждаются возможности применения фрактальных кластеров в современном компьютеринге.*

### Введение

Следующим шагом разработки устройств памяти в современных компьютерах будет, по-видимому, переход от планарных микросхем к созданию по-настоящему трехмерных систем. Мало кому известно, но в природе существуют "в готовом виде" по-настоящему трехмерные микросистемы, идеально приспособленные для записи, хранения и считывания информации. Речь идет о гетерогенных средах с фрактальной организацией микро- или нанонеоднородностей [1]. Типичным представителем таких систем являются, например, фрактальные кластеры (ФК) из твердых наночастиц. В настоящее время хорошо развиты и простые технологии искусственного получения подобных систем [2].

Принцип записи, считывания и хранения информации в фрактальных структурах в корне отличен от традиционного оперирования с так называемой цифровой информацией ("нулем" и "единицей", соответствующим двум состояниям отдельного элемента процессора). Речь идет о записи, считывании и хранении аналоговой информации. Фрактальная система способна запоминать на длительное время, например, характерный спектр того или иного объекта, т. е. зависимость интенсивности его сигнала от частоты или времени. Не исключе-

но, что подобная система способна записывать и хранить и другие характеристики объекта — его "образ" — подобно тому, как это умеет делать человеческий мозг.

Практический интерес к фрактальным микросистемам не исчерпывается перспективами их использования в компьютеринге. Фрактальные микрокластеры обладают целым рядом других уникальных свойств. Например, их эффективная диэлектрическая проницаемость и электрическая емкость аномально высоки, что может привести к созданию новых типов конденсаторных материалов и элементов питания. На основе ФК, состоящих из слабопоглощающих электромагнитное излучение наночастиц, можно создать принципиально новый тип микролазеров, работающих в широком диапазоне частот. Аномалии, связанные с процессом диффузии газа в фрактальных системах неоднородностей, открывают неплохие перспективы для создания микросенсоров, способных детектировать молекулы полярных газов. Эти и другие аспекты физики и применения фрактальных систем мы намереваемся обсудить.

В серии статей мы излагаем физику процессов, происходящих в фрактальных микросистемах, ответственных за упомянутые выше явления. В этой статье предлагается используемая в дальнейшем модель фрактального кластера, состоящего из непоглощающих твердых частичек нанометровых размеров. Конкретной целью статьи является вычисление эффективной диэлектрической проницаемости кластера. Другая цель этой статьи — изучить некоторые закономерности движения фотона в фрактальной системе рассеивателей. Это позволит нам понять физическую причину очень важного и интересного явления, называемого локализацией электромагнитного излучения в системе большого числа рассеивателей [3—5]. Это явление было рассмотрено в работе [6], в которой был изложен стандартный взгляд на проблему и показана недостаточность общепринятой теоретической модели. Там же мы в общих чертах познакомились с еще одним механизмом локализации света — антуановской локализацией и обещали с ее помощью ответить на поставленные вопросы. Именно с антуановской локализацией связаны наиболее интересные в практическом отношении аномальные электродинамические свойства ФК, с которыми мы познакомимся в этой серии статей.

### Модель фрактального кластера

Фрактальным кластером обычно называют агломерат микронных размеров, состоящий из нанометровых твердых частиц, удерживаемых вместе ван-дер-ваальсовскими силами. Фрактальные кластеры образуются либо в результате сильно неравновесной конденсации паров твердого вещества и

\*Работа выполнена при поддержке гранта № 521-98 МНТЦ и Совета по физике твердотельныхnanoструктур.

последующей агрегации нанометровых частиц-мономеров, либо на начальной стадии процесса кристаллизации из растворов или расплавов. Такого рода объекты — обычные сопродукты многих технологических и природных процессов.

Главная черта ФК, определяющая его свойства, — *масштабная инвариантность*. Любой малый фрагмент ФК при увеличении масштаба воспроизводит пространственную структуру всего кластера. Масштабная инвариантность приводит к тому, что расположение если не всех частиц кластера, то очень большой группы частиц, оказывается скоррелированным, хотя чисто визуально структура может восприниматься как беспорядочная. Второе следствие масштабной инвариантности — наличие в ФК большого числа полостей со степенным распределением по размерам, делающее ФК довольно ажурной конструкцией.

Простейшая схематическая модель фрактального кластера, наблюдаемого при различных степенях увеличения используемого "микроскопа", представлена на рис. 1. Мельчайшие квадратики называются частицами-мономерами. Как мы видим, начиная с третьей картинки, строгая масштабная инвариантность системы нарушается. Квадратики, заключенные в кружки, получили возможность вращаться (в данном случае на угол, кратный  $\pi/4$ ). Безусловно, это не единственный способ нарушения масштабной инвариантности. Блоки, аналогичные тем, что находятся внутри кружков, называются корреляционными. Внутри этих блоков масштабная инвариантность сохраняется полностью [см. рис. 1, *d* и *e*]. Число частиц-мономеров внутри корреляционного блока  $N_c$  предполагается большим. Число  $N_b$  корреляционных блоков в кластере также велико.

Как и любой масштабно-инвариантной системе, парные корреляции в расположении частиц-мономеров внутри корреляционного блока спадают по степенному закону [2]. Парный коррелятор  $g_2(r) \sim r^{d-3}$ . Параметр  $d$  называется *фрактальной размерностью кластера*. Значение  $d < 3$  и необязательно целое. Фрактальная размерность определяет число частиц-мономеров кластера, находящихся внутри воображаемой сферы радиуса  $r$ :

$$N \sim r^d. \quad (1)$$

Парные корреляции в расположении частиц-мономеров, принадлежащих различным корреля-

ционным блокам, спадают существенно быстрее. Чтобы отразить это, мы пользуемся парным коррелятором следующего вида:

$$g_2(r) = \frac{1}{3\Gamma(d)} \frac{R^3}{L_c^d f} \frac{\exp(-\frac{r}{L_c})}{r^{3-d}}, \quad (2)$$

удовлетворяющим условию нормировки

$$\int g_2(r) dr = \frac{1}{n_0}, \quad (3)$$

где  $n_0$  — средняя плотность частиц-мономеров в кластере;  $R$  — радиус отдельной частицы-мономера;  $L_c$  — размер корреляционного блока ( $L_c \gg R$ );  $\Gamma(d)$  — гамма-функция Эйлера;  $f$  — фактор упаковки частиц-мономеров, связанный с размером кластера  $L$  соотношением

$$f = (R/L)^{3-d}. \quad (4)$$

Напомним, что полное число частиц-мономеров в кластере связано с  $L$  и  $R$  соотношением [2]

$$N = (L/R)^d. \quad (5)$$

Соответственно число корреляционных блоков в кластере

$$N_b = (L/L_c)^d. \quad (6)$$

Что касается корреляторов, то они вводятся стандартным способом:

$$\begin{aligned} n_0^{-2} f_2(a_1, a_2) &= 1 - g_2(a_1, a_2); \\ n_0^{-3} f_3(a_1, a_2, a_3) &= 1 - g_2(a_2, a_3) - g_2(a_1, a_3) - \\ &- g_2(a_1, a_2) - g_3(a_1, a_2, a_3), \\ &\dots \end{aligned} \quad (7)$$

где  $f_i(a_1, a_2, \dots, a_i)$  — соответствующие многочастичные функции распределения. Одночастичная функция  $f_1$  отождествляется со средней плотностью частиц. В дальнейшем предполагается, что все многочастичные корреляторы сводятся к произведению парных

$$g_N(a_1, a_2, \dots, a_N) = \prod_{i,j} g_2(a_i - a_j). \quad (8)$$

#### Перенормировка длины волны фотона и эффективная диэлектрическая проницаемость фрактального кластера

Дальнодействующие корреляции в расположении частиц ФК, визуально выражаются в связности кластера и наличии в нем большого числа пустот, являются причиной очень эффективного процесса перенормировки длины волны внешнего излучения  $\lambda$  по мере его проникновения в кластер. Длина волны фотона  $\lambda_{int}$  в кластере становится намного меньше  $\lambda$ , но частота фотона  $\omega$  при этом не

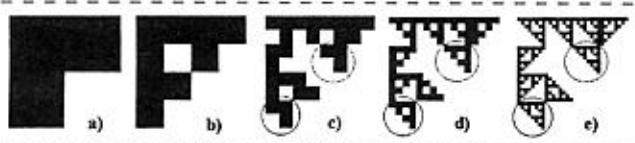


Рис. 1. Устройство фрактального кластера

меняется — уменьшается эффективная скорость фотона  $v$  в соответствии с соотношением  $\omega = 2\pi v/\lambda_{int}$ . (Мы привыкли, что для реального фотона — фотона, испускаемого источником или регистрируемого детектором, частота  $\omega$  и длина волны  $\lambda$  жестко связаны друг с другом соотношением  $\omega = 2\pi c/\lambda$ , где  $c$  — скорость света в вакууме. Для фотона виртуального или пропагаторного, не связанного ни с источником, ни с детектором,  $\omega$  и волновое число  $k = 2\pi/\lambda$  являются двумя независимыми переменными. Для такого фотона при данной частоте длина волны может быть какой угодно.)

Перенормировка  $\lambda$  происходит следующим образом. Пусть падающий на кластер фотон с длиной волны  $\lambda$  порядка характерного размера  $L$  кластера улавливается какой-нибудь достаточно крупной полостью ФК (резонансной полостью). Это улавливание приводит к росту эффективной диэлектрической проницаемости кластера  $\epsilon$ , так как  $\epsilon$  возрастает вблизи любого электромагнитного резонанса [7]. Возрастание  $\epsilon$  инициирует, в свою очередь, уменьшение длины волны фотона, поскольку  $\lambda_{int} = \lambda/\sqrt{\epsilon}$ . Фотон с перенормированной длиной волны  $\lambda_{int}$  находит другую резонансную полость меньшего размера. Новое улавливание вновь стимулирует возрастание  $\epsilon$  и новое уменьшение  $\lambda_{int}$  и т. д. В результате все полости кластера могут заполниться перенормированными виртуальными фотонами, в том числе и теми, чья  $\lambda_{int} \rightarrow 0$ . Их эффективная скорость нулевая. Именно эти фотоны участвуют в антиуановской локализации.

Может сложиться впечатление, что эффективная диэлектрическая проницаемость системы  $\epsilon$  зависит от числа фотонов, находящихся в кластере, т. е. от интенсивности внешнего электромагнитного поля и, тем самым, описание рассматриваемого процесса требует выхода за рамки линейной электродинамики. Это не так. Величина  $\epsilon$  зависит от числа виртуальных фотонов, но не реальных. Ситуацию проясняет пример из электродинамики электронного газа. Как известно, отклик электронного газа на внешнее электромагнитное поле определяется так называемым приводимым поляризационным оператором плотность-плотность [8]. Падающий реальный фотон возбуждает в системе флуктуацию электронной плотности, которая после ряда трансформаций в конечном счете "схлопывается" в вылетающий реальный фотон. Этот процесс изображен на рис. 2, а). Волнистые линии здесь — волновые функции реальных фотонов. Ряд теории возмущений для поляризационного оператора, изображенного темной петлей, представлен на рис. 2, б).

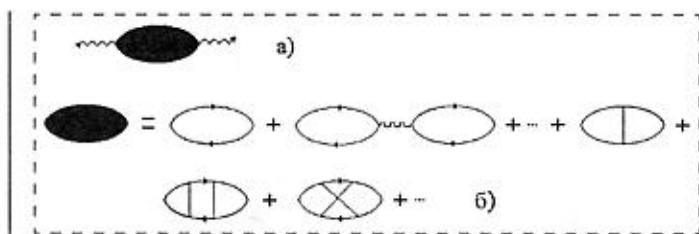


Рис. 2. Возбуждение флюктуаций электронной плотности и ряд теории возмущений для диэлектрической проницаемости электронного газа

электронной плотности, прямые линии — фотонные пропагаторы, описывающие распространение виртуальных фотонов. Диэлектрическая проницаемость электронного газа определяется именно диаграммами рис. 2, б). Она, безусловно, зависит от числа виртуальных фотонов, но никак не зависит от числа волнистых линий реальных фотонов. Тем самым процессы, которые мы намереваемся описать, не требуют привлечения нелинейной электродинамики.

Возможность существования в ФК целого набора различных длин волн  $\lambda_{int}$ , генерируемых фотоном с длиной волны  $\lambda$ , ставит следующую задачу. Можно ли охарактеризовать кластер одной единственной эффективной диэлектрической проницаемостью  $\epsilon$ ? Как оказывается, проблема решается ценой введения целого набора  $\epsilon$ , каждая из которых описывает свою степень перенормировки  $\lambda$ .

Ряд теории возмущений (ТВ) для усредненной  $t$ -матрицы рассеяния фотона на частице-мономере кластера в рамках простейшего приближения когерентного потенциала [9] представлен на рис. 3. Здесь пунктирная линия соответствует потенциальному взаимодействия фотона с частицей; тонкая горизонтальная линия — пропагатор свободного фотона  $D^0$ ; жирная горизонтальная линия — усредненный фотонный пропагатор в кластере  $D$ ; дугобразная линия — парный коррелятор  $g_2$ , с пустым кружком связан множитель  $f$  — фактор упаковки частиц в кластере и он же фактор упаковки во всем пространстве упомянутых в [6] виртуальных частиц. Дело в том, что любая "реальная" частица, по положению которой мы усредняем, например,  $t$ -матрицу, ничем не отличается от виртуальной — ее соединяют с нами только пропагаторные линии виртуальных фотонов (рис. 3). На этом рисунке представлен также ряд ТВ для массового оператора фотона  $\Sigma$ . Входящий в него двухголовый блок  $S$  описывает зацикливание фотона между произвольной парой частиц-мономеров кластера. Оператор фотона  $\Sigma$  в рамках дальнейших приближений также будет описывать зацикливание или движение фотона по замкнутой петле, состоящей из большого числа скоррелированных пар частиц-мономеров. Можно показать, что последняя диаграм-

Рис. 3. Используемая система уравнений

ма во второй строке ряда ТВ для  $t$ -матрицы генерирует те самые антиустановочные кольца на траекториях фотона, о которых говорилось в [6].

Рассмотрим кластер, в котором число частиц-мономеров внутри корреляционного блока совпадает с числом корреляционных блоков в кластере. Соответствующие оценки показывают, что при  $d < 3/2$  чем больше число парных корреляторов приходится на одну голову диаграммы ряда ТВ для  $\Sigma$ , тем больше вклад диаграммы в  $\Sigma$ . Число парных корреляторов в диаграмме с  $n$  головами не превышает значения  $n_{\max} = n(n - 1)/2$ . В ряду ТВ для  $\Sigma$  (и  $t$ -матрицы) мы будем удерживать только те диаграммы, где число корреляторов в точности равно  $n_{\max}$ , т. е. взаимными корреляциями охвачены абсолютно все "частицы" диаграммы. Кроме того, мы будем пренебрегать вкладом диаграмм в  $\Sigma$ , где скоррелированы  $t$ -матрицы, по сравнению с точно такими же диаграммами, где скоррелированы двухголовые блоки  $S$ , введенные на рис. 3. В соответствии с этим ряд ТВ для  $\Sigma$  представлен на рис. 4.

В дальнейшем используются следующие выражения для потенциала взаимодействия фотона со сферической частицей радиуса  $R$ , центрированной в точке  $a$  и фотонного пропагатора свободного фотона в калибровке с нулевым скалярным потенциалом [10, 11]:

$$P_{\alpha\beta}^a(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = \frac{\epsilon(\omega) - 1}{4\pi} \frac{\omega^2}{c^2} \delta_{\alpha\beta} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}') \times \Theta(R - |\mathbf{a} - \mathbf{r}|); \quad (9)$$

$$\Sigma = + \text{[diagram 1]} + \text{[diagram 2]} + \text{[diagram 3]} + \dots$$

Рис. 4. Используемое приближение для массового оператора фотона

$$D_{\alpha\beta}^0(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = \left( \delta_{\alpha\beta} - \frac{c^2}{\omega^2} \nabla_\alpha \nabla'_\beta \right) \times \times \frac{\exp(-i\omega|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|/c)}{|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|}. \quad (10)$$

Здесь  $\omega$  — частота падающего света;  $c$  — скорость света в вакууме;  $\epsilon(\omega)$  — диэлектрическая проницаемость материала частицы;  $\delta_{\alpha\beta}$  — символ Кронекера;  $\delta(r)$  — дельта-функция Дирака;  $\Theta(x)$  — единичная ступенчатая функция Хевисайда.

В режиме сильной перенормировки  $\lambda$  и при  $\omega R/c \ll 1$  решение уравнения Дайсона рис. 4 ищется в виде

$$D_{\alpha\beta}(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = -\frac{c^2}{m\varepsilon} \nabla_\alpha \nabla'_\beta Q(\mathbf{r}, \mathbf{r}'), \quad (11)$$

аналогичном незапаздывающей части пропагатора свободного фотона  $D^0$ :

$$D_{\alpha\beta}^0(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = -\frac{c^2}{m^2} \nabla_\alpha \nabla'_\beta Q(\mathbf{r}, \mathbf{r}'), \quad (12)$$

где  $Q(\mathbf{r}) = |\mathbf{r}|^{-1}$ .

Затем  $t$ -матрица ищется в виде

$$t_{\alpha\beta}^a(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = \frac{\tau}{4\pi} \frac{\omega^2}{c^2} \delta_{\alpha\beta} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}') \Theta(R - |\mathbf{a} - \mathbf{r}|), \quad (13)$$

аналогичном поляризационному оператору (9). Множители  $\hat{\varepsilon}$  и  $\tau$ , фигурирующие в (11) и (13), подлежат определению. Величина  $\hat{\varepsilon}$ , как это следует из выражения (11), имеет смысл эффективной диэлектрической проницаемости кластера, а  $\tau$  отражает характер взаимодействия света с отдельной частицей кластера.

Решение уравнения рис. 3 для оператора  $S$ , описывающего зацикливание фотона между парой частиц, следующее:

$$S_{\alpha\beta}^{a,b}(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = -\Theta(R - |\mathbf{a} - \mathbf{r}|)\Theta(R - |\mathbf{b} - \mathbf{r}'|) \times \\ \times \left( \frac{\omega}{4\pi c} \right)^2 \frac{\tau^4}{\varepsilon(\varepsilon^2 - \tau^2)} \nabla_\alpha \nabla'_\beta Q(\mathbf{r}, \mathbf{r}'). \quad (14)$$

Рассмотрим теперь характерный  $2n$ -головый член ряда ТВ для  $\Sigma$  рис. 3. Его вклад в  $\Sigma$  есть

$$-\frac{\bar{\varepsilon}}{(4\pi)^{2n}} \frac{\omega^2}{c^2} S_0'' \int \xi(r_1, r_2, \dots, r_{2n}) \nabla_{1,\alpha} \nabla_{2,\gamma} \times \\ \times Q(r_1, r_2) \nabla_{2,\gamma} \nabla_{3,\mu} Q(r_2, r_3) \dots \nabla_{2n-1,\mu} \nabla_{2n,\beta} \times \\ \times Q(r_{2n-1}, r_{2n}) dr_2 \dots dr_{2n-1}; \quad (15)$$

где

$$\xi(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \dots, \mathbf{r}_{2n}) = \int \Theta(R - |\mathbf{a}_1 - \mathbf{r}_1|) \Theta(R - |\mathbf{a}_2 - \mathbf{r}_2|) \dots \Theta(R - |\mathbf{a}_{2n} - \mathbf{r}_{2n}|) \frac{1}{\sqrt{2^n}} \prod_{\substack{i < j \\ (i=1)}}^{2n-1} g_2(\mathbf{a}_i - \mathbf{a}_j) \times \prod_{k=1}^{2n} d\mathbf{a}_k \quad (16)$$

и

$$S_0 = -\frac{f^2 \tau^4}{\varepsilon^2 (\varepsilon^2 - \tau^2)}. \quad (17)$$

Воспользуемся следующим представлением выражения (16):

$$\xi \equiv \xi(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \dots, \mathbf{r}_{2n}) = g_2^{n(2n-1)} (L_c) \equiv g_2^{n(2n-1)}. \quad (18)$$

Именно таким образом мы вводим корреляционную длину  $L_c$ , фигурирующую на рис. 1 и в выражении (2) для парного коррелятора. Соотношение (18), как легко видеть, всего лишь определяет характер наших приближений и не позволяет найти  $L_c$  в явном виде. Предполагается, что  $L_c$  и число частиц в корреляционном блоке  $N_c$  связаны соотношением типа (5) и (6), а само число  $N_c$  может быть найдено из анализа фотографий ФК.

Интегрируя нужное число раз по частям в (15) и пренебрегая всякий раз градиентами  $\xi$  по сравнению с сингулярными двойными градиентами функций  $Q$ , перепишем (15) в виде

$$-\left(\frac{\omega}{4\pi c}\right)^2 \bar{\varepsilon} S_0^n \xi \nabla_{1,\alpha} \nabla_{2n,\beta} Q(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_{2n}). \quad (19)$$

Подставим (19) в ряд ТВ для  $\Sigma$  (см. рис. 3), в результате чего получим:

$$\Sigma_{\alpha\beta}(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = \frac{f\tau}{4\pi} \frac{\omega^2}{c^2} \delta_{\alpha\beta} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}') - \left(\frac{\omega}{4\pi c}\right)^2 \bar{\varepsilon} \times \times \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n g_2^{n(2n-1)} S_0^n \nabla_{\alpha} \nabla'_{\beta}(\mathbf{r}, \mathbf{r}'). \quad (20)$$

По мере увеличения числа аргументов в  $\xi(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \dots, \mathbf{r}_{2n})$  или показателя степени в (18) некоторые из корреляторов в (20) "зануляются" и соответствующие "далекие" члены ряда перестают давать вклад в сумму. Мы предполагаем, что среди членов ряда в (20) существует слагаемое, дающее наибольший вклад. Отождествим его номер с максимальным числом частиц в корреляционном блоке  $N_c$  и в дальнейшем сумму ряда в (20) заменим единственным слагаемым с  $n = N_c$ . Таковы наши приближения.

В результате уравнение Дайсона сводится к следующему алгебраическому уравнению, связывающему  $\varepsilon$  и  $\tau$ :

$$\bar{\varepsilon} - 1 = f\tau - \bar{\varepsilon} \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n g_2^{n(2n-1)} S_0^n. \quad (21)$$

Уравнение для  $t$ -матрицы (см. рис. 3) дает еще одно алгебраическое соотношение между  $\varepsilon$  и  $\tau$ :

$$\frac{3\tau}{\varepsilon - 1} = 3 - \frac{\tau}{\varepsilon} + \frac{f\tau^2 g}{\varepsilon^2}. \quad (22)$$

Пара уравнений (21) и (22), где  $S_0$  определяется выражением (17), составляет систему уравнений для нахождения  $\varepsilon$  и  $\tau$ .

Не прибегая к численному счету, удается получить довольно неплохое представление об интересующих нас величинах. Если предположить, что  $|\bar{\varepsilon}| \gg |\tau|$ , то из (17) следует, что

$$S_0 = f^2 \frac{\tau^4}{\varepsilon^4}. \quad (23)$$

Подставим (23) в уравнение (21), в котором из всей суммы удерживается лишь одно слагаемое с  $n = N_c$ . Если  $|\bar{\varepsilon}| \gg 1$ , то из (21) следует, что  $N_c$  значений  $\varepsilon$  равномерно заполняют окружность радиуса

$$|\bar{\varepsilon}| = |\tau| N_c^{\frac{3-2d}{4d}}.$$

комплексной плоскости  $\text{Re } \bar{\varepsilon}$ ,  $\text{Im } \bar{\varepsilon}$ . Каждое из этих значений описывает свою степень перенормировки длины волны внешнего излучения в соответствии с соотношением

$$\lambda_{int} = \lambda / \sqrt{\varepsilon}.$$

Таким образом, с учетом соотношения  $\tau = \varepsilon - 1$ , следующего из уравнения (22),

$$|\bar{\varepsilon}| = |\varepsilon - 1| N_c^{\frac{3-2d}{4d}}$$

и при  $d < 3/2$  и  $N_c \gg 1$  диэлектрическая проницаемость фрактального кластера становится очень высокой. Выделенность значения  $d = 3/2$  в рассматриваемой модели кластера не случайно [12]. Число частиц в ФК с характерным размером  $r$  растет как  $r^d$ . Число парных корреляторов в используемом приближении растет как  $N_c^2 \sim r^{2d}$  и при  $d > 3/2$  скоррелированные частицы перестают вмещаться в область пространства  $\sim r^3$ .

Аномально высокие значения  $|\bar{\varepsilon}|$  обещают неплохие перспективы использования фрактальных кластеров, например, в качестве конденсаторных материалов или элементов линий задержки света.

## Заключение

Явление локализации, обрисованное в общих чертах (другие свойства локализованного света будут рассмотрены в дальнейшем), привлекательно в следующем отношении. Локализованный свет улавливается системой без его диссипации. "Нульмерных" перенормированных антуановских фотонов с  $\lambda_{int} \rightarrow 0$  в любом микрообмене пространства может накопиться сколько угодно. Возможности практического использования локализованного света будут рассмотрены в следующей статье.

### Список литературы

1. Федор Е. Фракталы. М.: Мир. 1991. 260 с.
2. Смирнов Б. М. Физика фрактальных кластеров. М.: Наука. 1991.

3. Scattering and Localization of Classical Waves in Random Media // World Scientific. Ed by P. Sheng. Singapore. 1990.
4. Lagendijk A., van Tiggelen B. A. Resonant Multiple Scattering of Light // Physics Reports. 1996. V. 270. P. 143.
5. Ping Sheng. Introduction to Wave Scattering, Localization and Mesoscopic Phenomena, Academic, San Diego. 1995.
6. Максименко В. В., Галимов Б. Ш., Мальцев П. П. Фрактальные кластеры и микросистемная техника. Локализация и остановка света в системе непоглощающих наночастиц // Микросистемная техника. 2001. № 7. С. 29–35.
7. Борен С., Хафмен Д. Поглощение и рассеяние света малыми частицами. М.: Мир. 1986.
8. Нозьер Д., Пайнс Ф. Теория квантовых жидкостей. М.: Мир. 1967. 382 с.
9. Займан Д. Модели беспорядка. М.: Мир. 1982. 592 с.
10. Лушников А. А., Максименко В. В. Квантовая оптика металлической частицы // ЖЭТФ. 1993. Т. 103. С. 1010–1044.
11. Максименко В. В., Крикунов В. А., Лушников А. А. Сильная локализация света плотноупакованной гранулированной среды // ЖЭТФ. 1992. Т. 102. С. 1571–1586.
12. Зосимов В. В., Ляминов П. М. Фракталы в волновых процессах // УФН. 1995. Т. 165. С. 361–400.

УДК 621.573 + 621.384.3

Э. А. Демьянов, канд. физ.-мат. наук,  
П. П. Добровольский, канд. физ.-мат. наук,  
П. В. Журавлев, канд. техн. наук, А. А. Сущих,  
Конструкторско-технологический институт  
прикладной микроэлектроники Сибирского отделения РАН,  
г. Новосибирск

## ОСОБЕННОСТИ ПОСТРОЕНИЯ СИСТЕМ КРИОСТАТИРОВАНИЯ НА ОСНОВЕ ГАЗОВЫХ КРИОГЕННЫХ МАШИН

*Рассматриваются базовые варианты построения криостатов для ИК фотоприемников, охлаждаемых с помощью микрокриогенных систем замкнутого типа на основе газовых криогенных машин, работающих по циклу Стирлинга. Приведены формулы для оценки теплопритоков в криостате, указаны пути их уменьшения. Даны рекомендации по выбору конструкции криостатов и микрокриогенных систем.*

В настоящее время для низкотемпературного (60–100 К) охлаждения ИК фотоприемников как за рубежом, так и в России выпускается целый ряд микрокриогенных систем (МКС) на основе газовых криогенных машин (ГКМ), работающих по циклу Стирлинга. Усовершенствованный вариант таких систем, где компрессор и охладитель отделены один от другого и соединены между собой гибким трубопроводом, получил название "Сплит-Стирлинг". Отечественные МКС выпускаются в г. Москве на НПО "Орион" (АОЗТ "ОРЭКС") и в г. Омске на АО "Сибкриотехника" (НТК "Криогенная техника"). Широкое применение сис-

тем криостатирования с использованием ГКМ, работающих в области "азотных" температур по циклу Стирлинга, определяется малыми массой, габаритными размерами и энергопотреблением по сравнению с другими системами охлаждения замкнутого типа.

Сведения, приводимые в рекламных проспектах о характеристиках выпускаемых МКС, часто недостаточны для успешного проектирования систем криостатирования. Естественно, что наиболее оптимальные системы криостатирования можно изготовить, если в рамках одного предприятия разрабатываются и изготавливаются МКС ИК фотоприем-

ники, криостаты и оптические компоненты. Однако такая ситуация уникальна. Чаще встречается ситуация, когда разработчик использует МКС и фотоприемники (ФП) в качестве комплектующих изделий и разрабатывает систему криостатирования для различных оптико-электронных приборов. Надеемся, что рекомендации по выбору конструкций криостатов и МКС, выработанные на основе нашего опыта создания систем криостатирования на основе МКС, выпускаемых АО "Сибкриотехника" и АОЗТ "ОРЭКС", помогут другим разработчикам более успешно преодолеть трудности при проектировании подобных систем.

Исходными данными для разработки системы криостатирования являются следующие характеристики:

- температура криостатирования  $T_{kp}$  и точность ее поддержания  $\Delta T$ ;
- внутреннее тепловидение  $Q_b$ ;
- теплопритоки из окружающей среды  $Q_t$ ;
- минимальная допустимая хладопроизводительность МКС в стационарном режиме, которая определяется суммой тепловых потоков  $Q_o = Q_b + Q_t$ ;
- время выхода на рабочий режим  $t$ ;

## Заключение

Явление локализации, обрисованное в общих чертах (другие свойства локализованного света будут рассмотрены в дальнейшем), привлекательно в следующем отношении. Локализованный свет улавливается системой без его диссипации. "Нульмерных" перенормированных антуановских фотонов с  $\lambda_{int} \rightarrow 0$  в любом микрообмене пространства может накопиться сколько угодно. Возможности практического использования локализованного света будут рассмотрены в следующей статье.

### Список литературы

- Федор Е. Фракталы. М.: Мир. 1991. 260 с.
- Смирнов Б. М. Физика фрактальных кластеров. М.: Наука. 1991.

- Scattering and Localization of Classical Waves in Random Media // World Scientific. Ed by P. Sheng. Singapore. 1990.
- Lagendijk A., van Tiggelen B. A. Resonant Multiple Scattering of Light // Physics Reports. 1996. V. 270. P. 143.
- Ping Sheng. Introduction to Wave Scattering, Localization and Mesoscopic Phenomena, Academic, San Diego. 1995.
- Максименко В. В., Галимов Б. Ш., Мальцев П. П. Фрактальные кластеры и микросистемная техника. Локализация и остановка света в системе непоглощающих наночастиц // Микросистемная техника. 2001. № 7. С. 29–35.
- Борен С., Хафмен Д. Поглощение и рассеяние света малыми частицами. М.: Мир. 1986.
- Нозьер Д., Пайнс Ф. Теория квантовых жидкостей. М.: Мир. 1967. 382 с.
- Займан Д. Модели беспорядка. М.: Мир. 1982. 592 с.
- Лушников А. А., Максименко В. В. Квантовая оптика металлической частицы // ЖЭТФ. 1993. Т. 103. С. 1010–1044.
- Максименко В. В., Крикунов В. А., Лушников А. А. Сильная локализация света плотноупакованной гранулированной среды // ЖЭТФ. 1992. Т. 102. С. 1571–1586.
- Зосимов В. В., Ляминов П. М. Фракталы в волновых процессах // УФН. 1995. Т. 165. С. 361–400.

УДК 621.573 + 621.384.3

Э. А. Демьянов, канд. физ.-мат. наук,  
П. П. Добровольский, канд. физ.-мат. наук,  
П. В. Журавлев, канд. техн. наук, А. А. Сущих,  
Конструкторско-технологический институт  
прикладной микроэлектроники Сибирского отделения РАН,  
г. Новосибирск

## ОСОБЕННОСТИ ПОСТРОЕНИЯ СИСТЕМ КРИОСТАТИРОВАНИЯ НА ОСНОВЕ ГАЗОВЫХ КРИОГЕННЫХ МАШИН

*Рассматриваются базовые варианты построения криостатов для ИК фотоприемников, охлаждаемых с помощью микрокриогенных систем замкнутого типа на основе газовых криогенных машин, работающих по циклу Стирлинга. Приведены формулы для оценки теплопритоков в криостате, указаны пути их уменьшения. Даны рекомендации по выбору конструкции криостатов и микрокриогенных систем.*

В настоящее время для низкотемпературного (60–100 К) охлаждения ИК фотоприемников как за рубежом, так и в России выпускается целый ряд микрокриогенных систем (МКС) на основе газовых криогенных машин (ГКМ), работающих по циклу Стирлинга. Усовершенствованный вариант таких систем, где компрессор и охладитель отделены один от другого и соединены между собой гибким трубопроводом, получил название "Сплит-Стирлинг". Отечественные МКС выпускаются в г. Москве на НПО "Орион" (АОЗТ "ОРЭКС") и в г. Омске на АО "Сибкриотехника" (НТК "Криогенная техника"). Широкое применение сис-

тем криостатирования с использованием ГКМ, работающих в области "азотных" температур по циклу Стирлинга, определяется малыми массой, габаритными размерами и энергопотреблением по сравнению с другими системами охлаждения замкнутого типа.

Сведения, приводимые в рекламных проспектах о характеристиках выпускаемых МКС, часто недостаточны для успешного проектирования систем криостатирования. Естественно, что наиболее оптимальные системы криостатирования можно изготовить, если в рамках одного предприятия разрабатываются и изготавливаются МКС ИК фотоприем-

ники, криостаты и оптические компоненты. Однако такая ситуация уникальна. Чаще встречается ситуация, когда разработчик использует МКС и фотоприемники (ФП) в качестве комплектующих изделий и разрабатывает систему криостатирования для различных оптико-электронных приборов. Надеемся, что рекомендации по выбору конструкций криостатов и МКС, выработанные на основе нашего опыта создания систем криостатирования на основе МКС, выпускаемых АО "Сибкриотехника" и АОЗТ "ОРЭКС", помогут другим разработчикам более успешно преодолеть трудности при проектировании подобных систем.

Исходными данными для разработки системы криостатирования являются следующие характеристики:

- температура криостатирования  $T_{kp}$  и точность ее поддержания  $\Delta T$ ;
- внутреннее тепловидение  $Q_b$ ;
- теплопритоки из окружающей среды  $Q_t$ ;
- минимальная допустимая хладопроизводительность МКС в стационарном режиме, которая определяется суммой тепловых потоков  $Q_o = Q_b + Q_t$ ;
- время выхода на рабочий режим  $t$ ;

- способ стыковки криостата и ГКМ;
- вибронагрузки;
- электромагнитная совместимость МКС и ФП;
- масса и габаритные размеры;
- энергопотребление;
- периодичность обслуживания МКС;
- наработка на отказ;
- способ охлаждения МКС;
- стоимость.

Согласно классификации, принятой на АО "Сибкриотехника", МКС для ИК ФП условно разбиты на четыре класса (см. таблицу). МКС классов 1–3 выпускаются как интегрированными, так и в варианте "Сплит-Стирлинг", в том числе с линейным приводом, МКС класса 4 — интегрированные.

Криостаты по способу стыковки с ГКМ можно разбить на две группы (см. рисунок):

а) криостаты, интегрированные с ГКМ;

б) криостаты автономные, стыкуемые с ГКМ различными способами.

Интегрированные криостаты представляют собой единую, неразъемную конструкцию с ГКМ. Сравнительный анализ различных способов стыковки ГКМ и криостатов приводится в [1]. Следует отметить, что единственным преимуществом интегрированных криостатов по сравнению с автономными — максимальное использование хладопроизводительности ГКМ охлаждаемым объектом. Этот вариант стыковки можно рекомендовать только в том случае, когда энергопотребление и массогабаритные характеристики выступают на первый план. Такой вариант стыковки применяется, например, в ручных тепловизионных камерах. В случаях, когда требуется реализовать предельные фотоэлектрические параметры оптико-электронного прибора, автономные криостаты предпочтительнее.

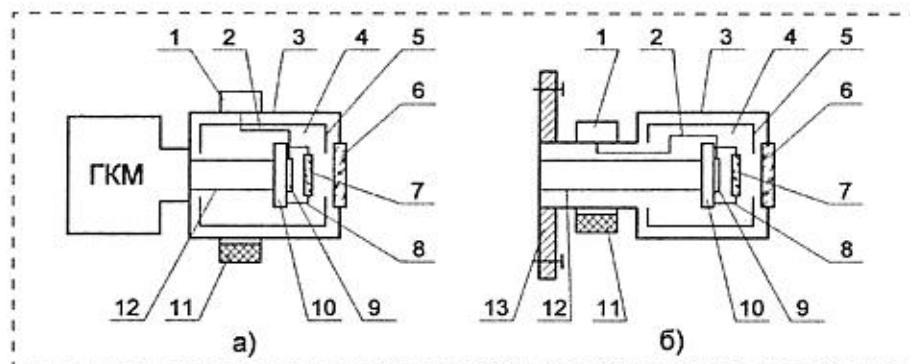
При построении тепловизионной аппаратуры для наземных средств и летательных аппаратов требования к массогабаритным характеристикам и энергопотребле-

нию менее жесткие, чем для ручных тепловизионных камер, поэтому для этих целей можно рекомендовать автономные криостаты, стыкуемые с МКС классов 1–3, которые выпускаются в варианте "Сплит-Стирлинг".

В АО "Сибкриотехника" разработаны и реализованы способы пассивной виброизоляции [2]. Виброизоляция ГКМ от корпуса криостата осуществляется в холодной зоне через демпфирующее устройство, передающее холод от головки охладителя к охлаждаемому пьедесталу, в теплой зоне — сильфоном с малой жесткостью, герметизирующим колодец криостата с охлаждаемой головкой от окружающей среды, и комплектом силовых пружин в зоне стыкованного фланца, который обеспечивает развязку стыковочного фланца ГКМ от корпуса криостата. Испытания пока-

зали, что вибрации на фотоприемнике уменьшились более чем в 2,5 раза, а вибрации на стыковочном фланце — более чем в 4 раза.

МКС с демпфирующим устройством также выпускается АО "Сибкриотехника". Демпфирующее устройство практически не ухудшает теплопередачу при использовании в зоне контакта прослойки из мягких материалов, порошков и масел. При введении в зону контакта прослойки глицерина температурный перепад составляет всего 0,2–0,5 К [1], который компенсируется настройкой МКС на более низкую температуру криостатирования (температуру можно изменить в пределах от 60 до 100 К). Следует отметить, что демпфирующее устройство не только уменьшает вибровоздействия, но и упрощает процесс механической стыковки ГКМ с автономным криостатом.



Схемы интегрированного (а) и автономного (б) криостатов:

1 — герморазъем; 2 — электрические проводники; 3 — корпус криостата; 4 — вакуумный объем; 5 — тепловой экран; 6 — входное окно; 7 — охлаждаемый фильтр; 8 — охлаждаемая диафрагма; 9 — ФП; 10 — охлаждаемый пьедестал; 11 — газопоглотитель; 12 — а) холодный палец ГКМ, б) колодец под холодный палец ГКМ; 13 — стыковочный фланец

Технические характеристики	Модули МКС			
	Класс 1	Класс 2	Класс 3	Класс 4
Диаметр/длина колодца ФП, мм	9/72,5	6/71	6/71	6/71
Максимальная тепловая нагрузка от ФП при температуре 80 ± 2 К, Вт	1,3	0,75	0,4	0,2
Приведенная к температуре криостатирования суммарная охлаждаемая масса ФП, г, не более	10	7	4	1,5
Время выхода на рабочий режим, мин, не более	5	5	5	8
Потребляемая мощность, Вт, не более				
• в пусковом режиме	120 (90)	100	30	12
• в рабочем режиме	70	50	20	8
Питание от сети постоянного тока, В	27 <sup>+2</sup> <sub>-5</sub>	27 <sup>+2</sup> <sub>-5</sub>	12 <sub>-2</sub>	12 <sub>-2</sub>
Средняя наработка на отказ, ч	10000	10000	10000	10000
Размеры компрессора, мм	85×85×250	Ø65×200	Ø50×150	48×101×116
Масса МКС, кг, не более	5	3	1,5	0,6

Точность поддержания температуры криостатирования определяется параметрами электронного блока управления МКС, поставляемого разработчиком этих систем со штатным датчиком температуры или с рекомендацией на допустимые параметры нештатных датчиков, и изменениями внешних температурной и фоновой обстановки. Как правило, точность поддержания температуры  $\Delta T \approx 0,5$  К.

Внутреннее тепловыделение  $Q_{\text{в}}$  определяется типом используемого ФП и для современных приемников не превышает 200 мВт.

Теплопритоки  $Q_{\text{т}}$  из окружающей среды при вакууме в криостате 0,133–0,0133 Па ( $10^{-4}$ – $10^{-5}$  мм рт. ст.) складываются из теплопритоков по электрическим проводникам  $Q_{\text{э}}$  и по тонкостенному колодцу  $Q_{\text{к}}$ , теплопритоков от теплых стенок криостата  $Q_{\text{т.ст}}$  и излучения от входного окна  $Q_{\text{ок}}$ .

Проведем оценки этих теплопритоков и укажем способы их уменьшения. Согласно уравнению теплопроводности теплоприток по одному электрическому проводнику

$$Q_{\text{э}}^1 = \frac{\lambda \Delta TS}{L}, \quad (1)$$

где  $\lambda$  — теплопроводность;  $\Delta T$  — разность температур между горячим и холодным концом проводника;  $S$  — сечение проводника;  $L$  — длина проводника.

Из (1) следует, что нужно выбирать проводники с малыми  $\lambda$ ,  $S$  и по возможности с большей длиной. Используя данные справочника [3], находим, что Ni вполне подходящий материал —  $\lambda$  (80 K) = = 17 Вт·м<sup>-1</sup>·К<sup>-1</sup>;  $\lambda$  (300 K) = = 23 Вт·м<sup>-1</sup>·К<sup>-1</sup>. Принимая, что  $\lambda_{\text{ср}} = 20$  Вт·м<sup>-1</sup>·К<sup>-1</sup>, диаметр  $d = 100$  мкм,  $L = 3,5 \cdot 10^{-2}$  м и  $\Delta T = 220$  К, получаем  $Q_{\text{э}}^1 \approx 1$  мВт. Для матричных ФП число выводов может доходить до 30

и более, а теплопритоки по проводникам  $\geq 30$  мВт.

Использование шлейфов проводников, изготовленных методом фотолитографии на полимерных металлизированных никелевых пленках, при толщине пленки 17 мкм и ширине дорожек 50 мкм обеспечивает уменьшение теплопритоков на порядок. Следует отметить, что значительно уменьшать сечение проводника не следует, так как сопротивление их растет и в ряде случаев необходимо уже учитывать их нагрев. Использование шлейфовых соединений упрощает также борьбу с микрофонным эффектом.

Теплопритоки  $Q_{\text{к}}$  по колодцу, вычисленные по формуле (1), дают  $Q_{\text{к}} \approx 200$  мВт для колодца с диаметром  $d = 10$  мм, толщиной стенки  $\Delta = 0,2$  мм и материалом стенки колодца 12Х18Н10Т и  $Q_{\text{к}} \approx 120$  мВт для  $d = 7$  мкм. Применение более сложных конструкций колодца позволяет уменьшить теплопритоки приблизительно в 2 раза.

Теплоприток  $Q_{\text{т.ст}}$  от теплых стенок криостата можно оценить по формуле [4]

$$Q_{\text{т.ст}} = \sigma A F_e F_a (T^4 - T_1^4), \quad (2)$$

где  $\sigma$  — постоянная Стефана—Больцмана;  $A$  — площадь холодных элементов криостата;  $F_e$  — коэффициент излучательной способности;  $F_a$  — геометрический коэффициент компоновки;  $T, T_1$  — абсолютные температуры стенок криостата и холодных элементов.

Для компоновки, применяемой в криостате, можно считать

$$F_a = 1, \quad F_e = \left[ \frac{1}{\varepsilon} + \frac{A}{A_1} \left( \frac{1}{\varepsilon_1} - 1 \right) \right]^{-1},$$

где  $\varepsilon$  и  $\varepsilon_1$  — интегральные коэффициенты излучения (интегральная степень черноты) для холодных элементов криостата и для теплой стенки соответственно. Подставляя  $F_a$  и  $F_e$  в (2), получим

$$Q_{\text{т.ст}} = \frac{\sigma A (T^4 - T_1^4)}{\frac{1}{\varepsilon} + \frac{A}{A_1} \left( \frac{1}{\varepsilon_1} - 1 \right)}. \quad (3)$$

Точно такая же формула применяется для расчета  $\varepsilon$  калориметрическим методом при стационарном режиме [5]. Для абсолютно черных тел при  $T = 300$  К и  $T_1 = 77$  К имеем

$$\text{ем } \frac{Q_{\text{т.ст}}}{A} \approx 0,45 \text{ мВт/см}^2. \quad \text{Восполь-}$$

зуемся справочными данными [3] для стали 12Х18Н10Т. У электрополированной стали  $\varepsilon_1 = 0,15$  (стенки криостата), у меди полированной (охлаждаемый пьедестал и диафрагма)  $\varepsilon = 0,05$  (при окислении коэффициент излучения меди может увеличиться до 0,43). Обычно  $A/A_1 \approx 1/4$ , удельные теплопритоки при этих условиях от 17 мВт/см<sup>2</sup> при  $\varepsilon = 0,05$  до 65 мВт/см<sup>2</sup> при  $\varepsilon = 0,43$ .

Уменьшить коэффициент излучения холодных деталей криостата до значений, меньших 0,02, трудно, и поэтому целесообразно поставить тепловой экран из многослойной вакуумной изоляции, например майлара. Тогда вместо  $\varepsilon_1$  в формулу (3) согласно [4] будет входить

$$\varepsilon_{\text{эфф}} = \frac{1}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1} \left( \frac{1}{N+1} \right), \quad (4)$$

где  $\varepsilon_1$  и  $\varepsilon_2$  — коэффициенты излучения противоположных поверхностей майлара;  $N$  — число слоев. Для двухстороннего алюминиевого покрытия  $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 0,02$ ,  $N = 10$ . По формуле (3) с учетом

$$(4) \text{ получаем } \frac{Q_{\text{т.ст}}}{A} \approx 1,7 \text{ мВт/см}^2$$

при  $\varepsilon = 0,05$  и  $\frac{Q_{\text{т.ст}}}{A} \approx 1,8 \text{ мВт/см}^2$  при  $\varepsilon = 0,43$ , т. е. это отношение практически не зависит от степени черноты охлаждаемого объекта.

Теплопритоки от окна можно оценить следующим образом. Будем считать, что входное окно смотрит на холодный объект или закрыто блестящей алюминиевой фольгой. Пусть диаметр входного окна  $a$ , охлаждаемого фильтра  $b$ , расстояние между ними  $c$ . При  $a \approx b \approx 10$  см (обычная ситуация)

$F_a \approx 0,9$ ,  $F_e \approx \varepsilon_1 \varepsilon_2$  [4] и при  $T \gg T_1$  формула (2) принимает вид:

$$Q_{t,ct} = \frac{\pi b^2}{4} \varepsilon_1 \varepsilon_2 \sigma T^4.$$

Если, например, для ИК ФП на диапазон 3—5 мкм использовать в качестве материала входного окна и фильтра сапфир, то согласно [5]  $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 0,59$ . При  $b = 2$  см и  $T = 300$  К получим теплоприток на фильтр  $Q_{t,ct} \approx 0,045$  Вт. Просветление окна и интерференционный отрезающий фильтр на 3 мкм практически не изменяют ситуацию, так как основная доля излучения приходится на диапазон 5—16 мкм, где  $\varepsilon_1$  и  $\varepsilon_2$  практически остались прежними.

Это очень большой теплоприток, поэтому желательно использовать материалы для входного окна и фильтра такие, чтобы при просветлении окна и изготовлении интерференционного полосового фильтра (например, Ge), смотрящие друг на друга поверхности имели в диапазоне длин волн от 3 до 16 мкм минимальные коэффициенты излучения. При  $\varepsilon_1 \varepsilon_2 \leq 10^{-2}$  теплопритоки за счет излучения от входного окна малы по сравнению с суммой теплопритоков  $Q_a + Q_b + Q_k$  и не учитываются при определении тепловой нагрузки на ГКМ.

Однако тепловое излучение внутри криостата необходимо сводить к минимально возможным значениям и по другой причине, а именно — для уменьшения внутреннего фонового потока в полосе пропускания фильтра в идеальном случае до значений, когда число фотоносителей в полупроводнике, обусловленных внутренним фоном, меньше или равно числу носителей тока, обусловленных тепловой генерацией, правда, не всегда этого можно добиться.

Время выхода на рабочий режим определяется теплоемкостью и массой охлаждаемых элементов, суммарными теплопритоками и хладопроизводительностью ГКМ в пусковом режиме и приводится разработчиком вместе с условиями, при которых оно получено. Хладопроизводительность

в пусковом режиме обычно в 1,5 раза выше, чем в рабочем режиме.

Выше мы уже говорили о способахстыковки криостата с ГКМ и пассивной виброизоляции криостата. Добавим, что при разработке криостата надо учитывать еще и спектр виброускорений, который проще получить от разработчика МКС, чем самому исследовать этот вопрос. При разработке конструкции криостата следует избегать резонансных явлений. Некоторые сведения о частотном спектре ГКМ, разработанных в АО "Сибирконтакт", приведены в [2]. Сравнительные оценки вибрационной активности отечественных и зарубежных образцов ГКМ типа "Сплит-Стирлинг" приведены в [6]. Следует отметить, что, чем меньше хладопроизводительность ГКМ, тем ниже вибровоздействия.

Электромагнитная совместимость МКС и ФП наиболее просто достигается в варианте ГКМ типа "Сплит-Стирлинг", в этом случае компрессор с электродвигателем и блок управления МКС располагаются вдали от охладителя и криостата с ФП и блоком обработки фотосигнала, при этом их легче разделить электромагнитным экраном. Разработчик МКС может поставить вариант криогенной машины с гальванической связью между корпусом ГКМ и корпусом криостата.

Энергопотребление и массогабаритные характеристики напрямую связаны с хладопроизводительностью (см. таблицу).

Наработка на отказ и периодичность обслуживания связана как с механическим изнашиванием трущихся деталей ГКМ, так и с загрязнением гелия и падением его давления. В настоящее время наиболее отработаны МКС класса 1, они имеют время наработки на отказ не менее 10 000 ч, при этом не требуют обслуживания в течение этого срока. МКС класса 4 имеют время наработки на отказ не более 3000 ч и периодичность замены гелия около полугода.

Отвод теплоты от МКС может осуществляться за счет теплопередачи от компрессора и охладителя

к корпусу ИК системы путем естественной конвекции или, если этого недостаточно, то принудительно — с помощью вентилятора.

\*\*\*

В заключение следует отметить, что расчеты, выполненные по приведенным формулам для оценки теплопритоков, хорошо согласуются с экспериментальными данными, полученными нами на автономных криостатах с использованием МКС НТК "Криогенная техника" (г. Омск) типа МСМГ-5А-1,7/80 и интегрированного криостата с использованием МКС АОЗТ "ОРЭКС" (г. Москва) типа ИСМО с хладопроизводительностью 0,2 Вт.

При современном развитии технологии теплопритоки в системах криостатирования за счет теплового излучения можно свести к нулю по сравнению с внутренним тепловыделением  $Q_b$  и теплопритоком  $Q_k$  по стенкам колодца.

Показано, что автономные криостаты предпочтительнее криостатов, интегрированных с ГКМ, за исключением случая, когда энергопотребление и массогабаритные характеристики являются определяющими.

#### Список литературы

- Грезин А. К., Зиновьев В. С. Микрокриогенная техника. М.: Машиностроение, 1977. С. 171—174.
- Оливер В. И., Атепалихина З. И., Петрова В. А. Снижение вибровоздействия ГКМ Сплит-Стирлинг на охлаждаемую аппаратуру. Криогенное оборудование и криогенные технологии: Сб. научн. тр. Вып. 1. Ч. 1 / Под. ред. А. К. Грезина. Омск: АО "Сибирконтакт". 1977. С. 86—88.
- Кожевников И. Г., Новицкий Л. А. Теплофизические свойства материалов при низких температурах. М.: Машиностроение. 1982. 328 с.
- Справочник по инфракрасной технике / Под. ред. У. Волфа, Г. Цисиса: Пер. с англ. под. ред. Н. В. Васильченко, М. М. Мирошникова. М.: Мир. 1999. Т. 3. С. 355—372.
- Новицкий Л. А., Степанов Б. М. Оптические свойства материалов при низких температурах: Справ. М.: Машиностроение. 1980. 224 с.
- Оливер В. И., Петрова В. А. Сравнительная оценка вибрационной активности отечественных и зарубежных образцов ГКМ Сплит-Стирлинг. Криогенное оборудование и криогенные технологии: Сб. научн. тр. Вып. 1. Ч. 1 / Под. ред. А. К. Грезина. Омск: АО "Сибирконтакт". 1997. С. 89—96.

# МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МСТ

УДК 621.3

**В. В. Старков<sup>1</sup>**, канд. техн. наук,  
**Е. А. Старостина<sup>1</sup>**, **И. Конли<sup>2</sup>**,  
**Х. Престинг<sup>2</sup>**, д-р наук, **У. Кёниг<sup>2</sup>**, проф., д-р наук,

**А. Ф. Вяткин<sup>1</sup>**, д-р физ.-мат. наук,

<sup>1</sup>Институт проблем технологий  
микроэлектроники и особочистых материалов  
Российской АН, пос. Черноголовка,  
Московская область,

<sup>2</sup>Исследовательский центр фирмы Даимлер  
Крайслер, г. Ульм, Германия

## УПОРЯДОЧЕННОЕ ФОРМИРОВАНИЕ МАКРОПОР В КРЕМНИИ *p*-ТИПА\*

Представлены экспериментальные результаты по созданию с помощью процесса глубокого анодного травления упорядоченных макропористых структур на кремни *p*-типа проводимости. Для объяснения механизма процесса предложена двухстадийная схема процесса, включающая процесс самопроизвольного или искусственного формирования затравок и последующее формирование макропор. Показано, что при упорядоченном росте возможно изменение формы пор, а также получение макропор с диаметром, превышающим диаметр пор, самопроизвольно формирующихся в аналогичных условиях.

### Введение

Особый интерес исследователей к изучению макропористых материалов с упорядоченным взаиморасположением пор связан с многообещающими перспективами их практического применения. Авторами работы [1] продемонстрирована возможность изготовления таких пористых слоев путем анодирования алюминия. Полученные при этом пленки обладают высокой плотностью пор ( $\sim 10^{10} \text{ см}^{-2}$ ). Достигнутое при этом высокое аспектное отношение ( $\sim 150$ ), которое обеспечилось двухстадийным процессом анодного травления, позволяет использовать подобные системы в качестве накопителей информации, а также перспективных устройств памяти. В работе [2] показано, что применение фотоанодного травления *n*-типа кремния позволяет создавать на основе периодической пористой струк-

туры двухмерные фотонные кристаллы. Структура с порами глубиной 75 мкм в матрице кремния диаметром пор 2,13 мкм и расстояниями между ними 0,17 мкм обладала фотонной запрещенной зоной с серединой  $\sim 5$  мкм. Авторы работы [3] показали, что периодическая модуляция интенсивности подсветки образца *n*-типа кремния в процессе анодного травления позволяет формировать трехмерные структуры фотонных кристаллов. А в работе [4] достаточно подробно описывается процесс создания матриц короткофокусных линз на основе *n*-типа кремния для жесткого рентгеновского излучения. Параболический профиль травления каждой линзы формировался путем изменения интенсивности подсветки в процессе травления по необходимому закону. Все эти результаты, за исключением алюминия, получены на кремнии *n*-типа. В то же время большое число перспективных задач по применению макропористого материала требует использования кремния *p*-типа проводимости, например, солнечные элементы [7], фотодиоды и т. д.

В настоящей статье представлены экспериментальные результаты по контролируемому формированию структуры макропор (включая и форму пор) в процессе глубокого анодного травления (ГАТ), впервые полученные на кремнии *p*-типа.

### Экспериментальная часть

При проведении экспериментов использовалась фторопластовая кассета для травления, конструкция которой достаточно подробно описана в работе [4]. Использовались зеркально полированные кремниевые пластины *p*-типа проводимости с ориентацией поверхности (100) и удельным сопротивлением 5–1000 Ом · см.

В качестве растворов при анодировании использовались растворы на основе плавиковой кислоты (49 %), азотной кислоты (70 %), диметилформамида (ДМФ) и деионизированной воды. Процессы проводились при нормальной температуре.

Формирование *V*-образных обратных пирамид, которые в последующем служили в качестве затравок в процессе ГАТ, осуществлялось путем травления поверхности пластин в щелочном растворе (KOH : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : H<sub>2</sub>O = 89 г : 6,25 мл : 937 мл) при температуре 81–85 °C через маску SiO<sub>2</sub> толщиной 0,4 мкм, сформированную традиционным CVD-методом и стандартной фотолитографией. Размеры элементов задавались топологической маской.

Поверхность образцов после травления исследовалась с помощью растрового электронного (РЭМ), а также атомно-силового (АСМ) микроскопов.

\*Работа выполнена при поддержке РФФИ, проект № 00-02-17-154, а также Минпромнауки, проект 237-2000-Д01.

Толщина пористых слоев определялась по высоте ступенек, образующихся между травленными и не травленными частями пластины, а также по РЭМ-изображениям.

## Результаты

**Травление неструктурированной поверхности (формирование затравок для последующего роста макропор).** Трансформация исходной поверхности кремниевой пластины в результате анодного травления показана на рис. 1 (см. вторую сторону обложки). Представлены изображения фрагментов поверхности зеркально полированной пластины кремния после 30 с — (рис. 1, а) и 60 мин — (рис. 1, б—г) анодного травления. Рис. 1, б—г представляют собой изображения образцов, полученных с помощью РЭМ, рис. 1, в и г характеризуют типичный вид поверхности *p*-типа кремния с ориентацией поверхности (100) после анодного травления в растворе 1 : 10 = HF : ДМФ при нормальной температуре. Удельное сопротивление образцов кремния  $\rho_v = 6 \text{ Ом} \cdot \text{см}$  и  $\rho_v \gg 1000 \text{ Ом} \cdot \text{см}$  (рис. 1, в, г соответственно). АСМ-изображения начальной стадии анодного травления для пластин с различным удельным сопротивлением практически идентичны, типичный фрагмент поверхностей таких пластин показан на рис. 1, а. Анодное травление в своей начальной стадии весьма схоже с процессом так называемого неоднородного химического травления (Stain Etching — SE процесс), в результате которого на полированной поверхности кремния также формируется развитая нанопористая структура. В зависимости от толщины пористого слоя происходит соответствующее окрашивание поверхности [8], эти слои также обладают фотолюминесцирующими [9] и изолирующими свойствами [10], как и пленки соответствующей толщины, полученные анодным травлением.

На рис. 2 представлены зависимости толщины пористой пленки, полученной в процессе SE, от концентрации азотной кислоты, которая является в рассматриваемом случае окислителем кремния в реакции порообразования [11]. Видно, что в зависимости от времени травления толщина нанопористой пленки может изменяться, увеличиваясь до своего максимального значения (кривые 2, 3), затем уменьшаясь вплоть до полного исчезновения, т. е. вытравливания пленки (кривые 1, 4). При некоторой концентрации окислителя в растворе процесс увеличения толщины пленки и ее стравливания может циклически повторяться (кривая 4). Естественно, что при этом происходит углубление той области, которая подвергается травлению. Так, пластина кремния толщиной 480 мкм в растворе HF : HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O = 4 : 1 : 3 претравливается по этому механизму насеквоздь в течение примерно 4 ч.

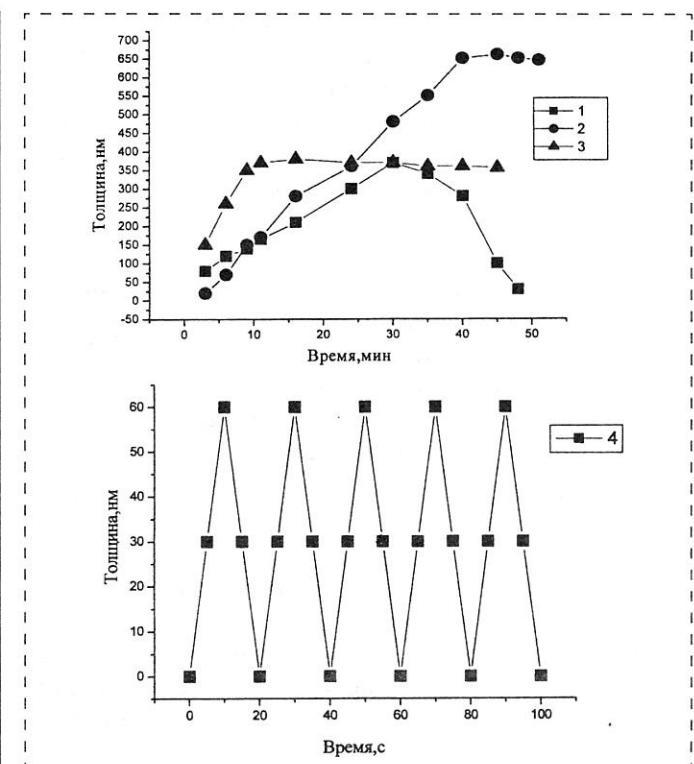


Рис. 2. Зависимость конечной толщины пористой пленки, полученной на пластинах кремния с ориентацией (100), *p*-типа проводимости с  $\rho_v = 7,5 \text{ Ом} \cdot \text{см}$  в различных растворах, от времени SE-процесса:

1 — раствор HF : HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O = 4 : 1 : 5; 2 — раствор HF : HNO<sub>3</sub> = 900 : 1; 3 — HF : HNO<sub>3</sub> = 1200 : 1; 4 — раствор HF : HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O : H<sub>2</sub>O = 1 : 6 : 6

**Анодное травление предварительно структурированной поверхности кремниевых пластин.** Методы структурирования поверхности перед анодным травлением можно разделить на следующие:

- методы, связанные с модификацией локальных участков объема;
- методы, при которых изменяются морфология поверхности, ее шероховатость;
- методы, при которых путем селективного травления создается рельеф определенной формы.

Например, путем имплантации фосфора в кремний *p*-типа локально создавались  $n^+$ -области, которые выполняли роль маски при анодном травлении *p*-типа кремния. Однако трудно локально создать такие достаточно глубокие (порядка нескольких сотен микрон) слои и, как видно из рис. 3 (см. третью сторону обложки) при ГАТ наблюдается подтрав под  $n^-$ -слоем (рис. 3, б).

Аналогичное явление наблюдалось и при попытках использовать нанесенные на поверхность маски SiO<sub>2</sub>, SiN<sub>4</sub> и др. Поэтому при необходимости получения глубоких пор применялись методы модификации поверхности путем формирования тем или иным способом затравочных углублений. В работе [1] такие углубления создавались при

вдавливании в поверхность алюминиевой фольги периодически расположенных пирамидоподобных SiC выступов. После анодирования и последующего проявления поры в матрице наблюдались только в местах предварительно сформированных углублений. Для кремния такие обратные пирамидки удобнее всего создавать анизотропным щелочным травлением поверхности (100) [4].

На рис. 4 представлены РЭМ-изображения, полученные от образцов кремния после подготовки системы упорядоченных обратных пирамид (рис. 4, а), а также после проведения процесса ГАТ в течение 60 мин при плотности тока  $10 \text{ mA/cm}^2$  в растворе  $\text{HF : H}_2\text{O : C}_3\text{H}_7\text{OH} = 5 : 6 : 29$  (рис. 4, б, вид сверху и изображение поперечного скола образца). На рисунке видно, что наряду с макропорами, сформировавшимися на месте ранее созданных обратных пирамид, неупорядоченно растут также макропоры в областях между обратными пирамидами. Однако диаметр этих пор много меньше поперечного размера пор, сформированных на затравочной структуре. Уровень поверхности, с которого начинаются эти поры, расположен заметно ниже исходного уровня поверхности. Кроме этого видно, что развитие упорядоченных макропор в латеральном направлении происходит ориентированно с гранями инверсных пирамид, которые, в свою очередь, при их производстве были ориентированы вдоль основных направлений решетки кремния в пластинках  $p\text{-Si}(100)$ .

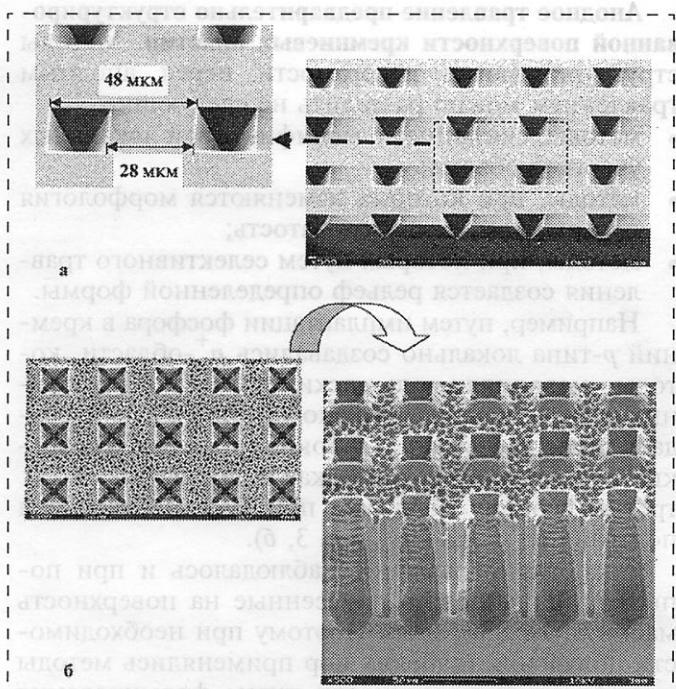


Рис. 4. ГАТ при искусственном и самопроизвольном формировании затравок на поверхности (100)  $p$ -типа кремния

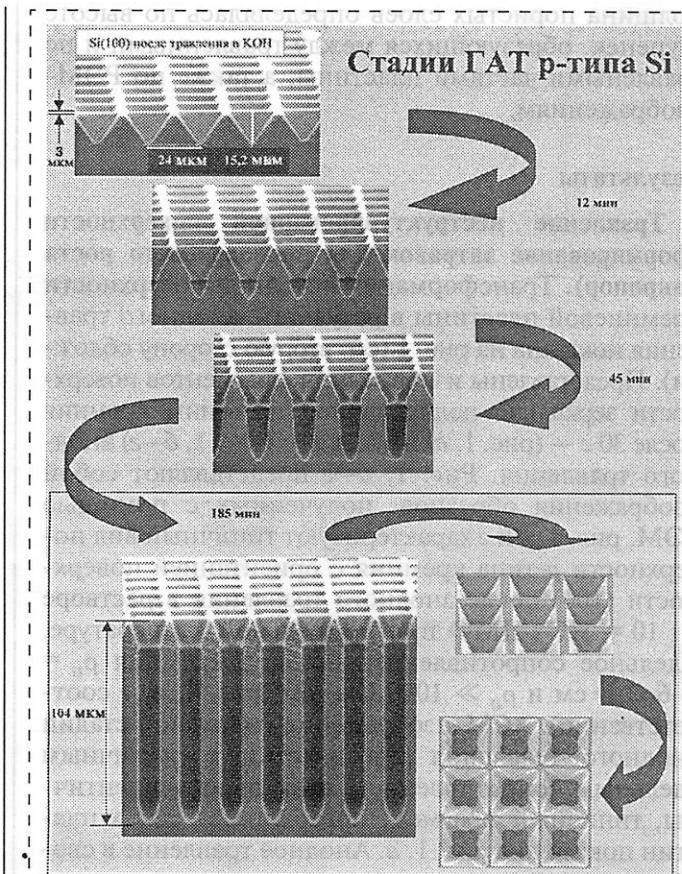


Рис. 5. Стадии ГАТ при упорядоченном формировании макропор

Изменение расстояния между краями инверсных пирамид от 28 мкм, показанными на рис. 4, до 3 мкм, как это показано на рис. 5, значительно изменяет конечный результат травления в электрохимической ячейке. Во-первых, видно, что отсутствуют неупорядоченно растущие поры в областях между упорядоченными порами. Во-вторых, как показано на поперечном сколе образца кремния после 185 мин травления в том же растворе при постоянной плотности тока ( $10 \text{ mA/cm}^2$ ), диаметр растущих микропор остается постоянным по всей глубине пор.

Область между упорядоченными порами остается свободной от произвольно формирующихся пор до некоторого предельного расстояния между краями затравочных пирамид на исходной структуре. Проведенные нами эксперименты, как и данные на рис. 1, в, г и рис. 5, показывают, что это расстояние может быть определено как 1–2 диаметра поры, формирующейся на неструктурированной поверхности в аналогичных режимах анодного травления (см. таблицу). Существенно также то, что в данном случае исходный уровень поверхности остается неизменным, т. е. отсутствует травление поверхности, характерное для стадии самопроизвольного неупорядоченного зарождения макропор.

Средний диаметр пор, мкм

Уд. сопротивление, Ом · см	Травитель	
	HF:ДМФ = 1:10	HF:H <sub>2</sub> O:C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> OH = 1:6:9
6	—	0,9
10	—	1,2
20	3,5	—
23	—	1,7
>1000	10	4,5

## Обсуждение результатов

В работе [12] для объяснения механизма порообразования нами было сделано предположение, что ГАТ является процессом, состоящим из двух стадий:

- саморегулируемое формирование зародышей для роста макропор;
- непосредственно стадия их роста.

Стадию самопроизвольного формирования затравок для макропор можно исключить, заменив ее, например, предварительным созданием *V*-образных канавок. В этом случае при выполнении определенных начальных условий стадия произвольного формирования зародышей может быть полностью исключена из процесса травления. В результате сформируется упорядоченная структура пор, изображенная на рис. 5. Сама по себе возможность исключения из процесса начальной стадии указывает на обоснованность представления процесса ГАТ как двухстадийного. При этом весьма важно обеспечить определенные условия расположения затравок, которые позволяли бы получать в результате упорядоченную структуру макропор.

В [6] методами АСМ исследована трансформация поверхности полированной кремниевой пластины *p*-типа проводимости в результате стандартного анодного травления в водно-спиртовом растворе на основе плавиковой кислоты. Было установлено, что при проведении процесса с течением времени происходит увеличение шероховатости поверхности, и начиная с некоторого момента времени (~10 мин), наблюдаемые с помощью АСТ параметры шероховатости не изменялись. Очевидно, что примерно с этого времени на поверхности пластины начинает развиваться макропористость, которая не фиксируется методом АСТ. Эти результаты совпадают с данными, полученными нами (см. рис. 1 на второй стороне обложки), которые свидетельствуют также о том, что начальная стадия процесса не определяется степенью легирования кремния. Таким образом, начальная стадия ГАТ характеризуется увеличением шероховатости, при которой на поверхности возникают достаточно значительные углубления (см. рис. 1, *a*). При этом с поверхности происходит стравливание образовывающегося нанопористого слоя (см. рис. 4).

В работе [13] показано, что в анодном режиме в системе Si—HF условия протекания тока через границу раздела определяются процессами образо-

вания и последующего стравливания окисного слоя. Характеристики этого слоя (толщина, шероховатость, морфология и др.) связаны с основными параметрами процесса и, в первую очередь, с силой анодного тока травления. Вероятно, по аналогии с циклическими процессами, наблюдаемыми при SE (см. рис. 2), на начальной стадии ГАТ протекают процессы, связанные с образованием и стравливанием оксида в местах протекания анодного тока. Эти процессы приводят к развитию шероховатости на поверхности. Начиная с некоторого момента, когда неоднородности поверхности достигают определенной величины, происходит перераспределение приложенного к образцу тока таким образом, что он протекает лишь в местах расположения наиболее глубоких впадин на поверхности и процесс травления в дальнейшем развивается только в области роста макропоры. Эта ситуация наблюдается на рис. 1, *г*. После формирования развитой структуры поверхности процесс травления может развиваться лишь на части поверхности в местах наибольших углублений (см. рис. 1, *б*). При этом в случае уменьшения проводимости кремния при идентичных условиях ГАТ в процессе развития макропор принимает участие большое количество сформированных на первой стадии затравок (см. рис. 1, *в*), а толщина стенок между порами значительно уменьшается [12]. Увеличение общего тока не сопровождается увеличением диаметра пор, а приводит к уменьшению толщины стенок. Последнее свидетельствует о том, что в травлении принимает участие большее число ранее сформированных затравочных углублений и, в результате, увеличивается лишь плотность пор. Как видно из таблицы, диаметр сформированных таким образом пор изменяется лишь при изменении состава раствора или при изменении проводимости кремния.

Совсем другая картина наблюдается, если затравочные углубления расположены на расстоянии, составляющем 1–2 диаметра произвольно сформированной поры. Отсутствие следов травления поверхности вне мест расположения затравочных пирамид (см. рис. 2) свидетельствует о том, что весь приложенный к образцу ток распределен на дне затравочных пирамид. Аналогичная картина наблюдалась авторами [1] при формировании упорядоченных пор на основе алюминия. Это позволяет сделать вывод о том, что процесс ГАТ связан со своеобразным процессом перераспределения тока в местах наименьшего сопротивления. Об этом же свидетельствуют наблюдаемые нами процессы ГАТ кремния с различной проводимостью (см. рис. 1, *в*, *г*).

Следует отметить, что в случае, когда процесс травления достигает стадии роста макропор (при неупорядоченном росте) или когда изначально весь ток травления равномерно распределен между

соответствующими затравками, его увеличение или уменьшение приводит к соответствующему изменению диаметра поры, как это видно из рис. 6 (см. третью сторону обложки). При проведении ГАТ предварительно структурированной поверхности (по аналогии с рис. 2, а, б) осуществлялось ступенчатое уменьшение тока травления. В результате на поперечном сколе структуры наблюдаются соответствующие участки ступенчатого уменьшения диаметра поры. Факт ступенчатого изменения формы также свидетельствует о справедливости модели [12], согласно которой весь приложенный к пластине ток концентрируется на две затравки или растущей поры.

Аналогичное изменение формы пор наблюдалось [3, 4] при изменении фототока в процессе травления *n*-типа кремния. Необходимо отметить, что рассмотренная схема процесса позволяет формировать упорядоченные поры с диаметром, превышающим диаметр неупорядоченных макропор в самоформирующем процессе ГАТ кремния, как *p*-, так и *n*-типов проводимости.

## Выводы

- При упорядоченном формировании макропор на пластинах кремния *p*-типа с широким диапазоном удельных сопротивлений возможно создавать матрицы макропор с контролируемым профилем травления (формой пор). При этом может быть получен диаметр пор, существенно превышающий диаметр, полученный в аналогичных условиях при неупорядоченном росте макропор.
- ГАТ является двухстадийным процессом, о чем свидетельствует возможность замены стадии неконтролируемого зарождения макропор на процесс упорядоченного формирования затравок. Это, в частности, объясняет неудачу при многочисленных попытках создания модели процесса ГАТ, так как невозможно описать единой моделью процесс самоорганизующегося или искусственного формирования затравок и процесс роста макропор на этих, отдельно расположенных затравках.
- Первая стадия ГАТ связана с условиями формирования затравок. В случае неупорядоченного самоорганизующегося процесса эта стадия определяется, при прочих равных условиях, составом травителя, удельным сопротивлением кремния и плотностью тока травления. Полученный в результате размер макропоры является минимально возможным для выбранного режима и характеризует те условия, которые необходимо учитывать при формировании упорядоченных пор.

- При условии, что расстояние между краями затравки составляет 1–2 диаметра произвольно формирующейся поры, получаемая структура упорядоченных макропор свободна от произвольно формирующихся макропор в областях между растущими упорядоченными макропорами. Стадия неупорядоченного самопроизвольного формирования затравок для роста макропор в этом случае отсутствует.
- Экспериментальные результаты по росту макропор удовлетворительно объясняются в рамках модели, предполагающей локализацию всего тока, который поставляется к пластине из внешней цепи, на дне растущих макропор.
- Предложен и экспериментально продемонстрирован механизм травления поверхности кремния при неупорядоченном формировании затравок, при котором циклическое увеличение и уменьшение толщины нанопористой структуры на начальной стадии ГАТ связан с травлением этой поверхности и увеличением ее шероховатости.

## Список литературы

- Masuda H., Yamada H., Satoh M. et al. Highly ordered nanochannel-array architecture in anodic alumina // Appl. Phys. Lett. 1997. 71 (19). P. 2770–2772.
- Gruning U., Lehmann V., Ottow S. et al. Macroporous silicon with a complete two-dimensional Photonic band gap centred at 5 μm // Appl. Phys. Lett. 1996. 68 (6). P. 747–749.
- Aristov V. V., Magniskii S. F., Starkov V. V. et al. Silicon photonic band-gap structures // Controlling light pulses and beams. Laser Physics. 1999. Vol. 9. No 6. P. 1–6.
- Aristov V. V., Starcov V. V., Shabel'nikov L. G. et al. Short-focus silicon parabolic lenses for hard X-rays // Opt. Commun. 1999. 161. P. 203–208.
- Rifai M., Christophersen M., Ottow S. et al. Dependence of Macropore formation in *n*-Si on Potential, Temperature, and Doping // J. of The Electrochemical Society. 2000. 147 (2). P. 627–635.
- Happo N., Fujiwara M., Iwamatsu M. and Horii K. Atomic Force Microscopy Study of Self-Affine Fractal roughness of Porous Silicon Surface // Jpn. J. Appl. Phys. 1998. Vol. 37. P. 3951–3953.
- Presting H., Gruhle D., Starkov V. V., Vyatkin A. F. Solarzelle und Verfahren zu deren Herstellung // Deutsche Patentanmeldung DE 42 364.7. 30.08.2000.
- Zhang X. G., Collins S. D. and Smith R. L. Porous Silicon Formation and Electropolishing of Silicon by Anodic Polarization in HF Solution // J. of The Electrochemical Society. 1989. 136 (5). P. 1561–1565.
- Kidder J. N., Williams Jr., P. S., Pearsall T. P. et al. Comparison of light emission from stain-etch and anodic-etch silicon films // Appl. Phys. Lett. 1992. 61 (24). P. 2896–2898.
- Starkov V. V., Starostina E. A., Vyatkin A. F. and Volkov V. T. Dielectric porous layer formation in Si and Si/Ge by local stain etching // Phys. Stat. Sol. (a). 2000. 182. P. 93–96.
- Archer R. J., Stain Films on Silicon // J. Phys. Chem. Solids. 1960. Vol. 14. P. 104–110.
- Vyatkin A. F., Starkov V. V., Tzeitlin V. M., König U., Konle I. and Presting H. Random and ordered macropore formation in *p*-type silicon. Be published // Electrochim. Soc. 2000.
- Hasse G., Carstensen J., Popkirov G., Foll H. Current transient analysis of the oxidizing process in the compleat anodic regime of the Si-Hf system // Materials Science and Engineering, B69–70. 2000. P. 188–193.

УДК 548.73

**В. В. Аристов, чл.-корр. РАН, Л. Г. Шабельников,  
В. В. Старков, канд. техн. наук, В. М. Цейтлин, С. М. Кузнецов,  
М. В. Григорьев,**  
Институт проблем технологий микроэлектроники и особо чистых  
материалов (ИПТМ) РАН, пос. Черноголовка, Московская обл.,  
**А. Снигирев, д-р наук, И. Снигирева, д-р наук, К. Рай,**  
Европейский Центр синхротронного излучения (ЕСРФ),  
Гренобль, Франция

## МАТРИЦЫ КОРОТКОФОКУСНЫХ ПАРАБОЛИЧЕСКИХ ЛИНЗ ДЛЯ ЖЕСТКОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ\*

*По технологии глубокого фотоанодного травления кремния путем формирования каналов травления с управляемым профилем созданы матрицы короткофокусных параболических линз. Фокусные расстояния, полученные экспериментально, составляют от 2 см для излучения с энергией 8 кэВ до 6,5–9,5 см для излучения с энергией 17 кэВ. Проведены наблюдения фокусирующих свойств матриц линз на синхротронном излучении ускорителя ЕСРФ (Гренобль, Франция) в диапазоне энергий 12–30 кэВ. Кооперативные свойства матрицы линз обеспечивают возможности проявления интерференционных эффектов: билинзовой интерференции и эффекта самореконструкции периодических объектов (эффекта Тальбота). Обсуждаются практические пути реализации многолинзовых систем формирования пучка для методов локальной структурной диагностики и рентгеновской микроскопии.*

### Введение

Рентгеновские фокусирующие элементы (РФЭ), основанные на принципах дифракционной Френелевской оптики [1, 2], имеют ограничения для жесткого рентгеновского излучения со стороны высоких энергий, поэтому весьма заманчивым является построение преломляющих РФЭ. Однако ввиду крайне малого значения декремента показателя преломления  $1 - n = \delta \approx 10^{-6}$  необходимо формировать преломляющий профиль с радиусом кривизны в вершине порядка единиц микрометров [3]. Реализация преломляющих РФЭ в виде набора цилиндрических линз [4, 5] и линз с профилем параболоида вращения [6, 7], позволяя существенно упростить изготовление РФЭ, указывает на необходимость поиска новых технологий и материалов.

Развитые ранее [8] критерии отбора позволяют указать в качестве одного из таких материалов кремний, для которого существуют уникальные технологии микроструктурирования. Здесь необходимо выделить процессы фотоанодного травления Si *n*-типа, применение которых позволяет формировать близкие к параболическому профилю травления с экстремально малыми радиусами кривизны.

Изучение фокусирующих свойств таких короткофокусных параболических линз [11, 12] оказалось практически возможным на матрице с периодом  $d = 8$  мкм, сформированной из единичных линз с апертурой  $A = 5$  мкм. Выполненные эксперименты на лабораторном источнике и теоретические оценки показали достаточно высокое качество изготовленных линз. Оказалось также, что для системы из двух матриц линз, аналогичной известному в оптике видимого диапазона конденсору, расходимость выходящего пучка составляет 1–2".

Изготовленная матрица линз представляет собой новый объект преломляющей оптики, обладающей свойствами двумерной периодической системы. Уникальные дифракционные характеристики таких систем были наиболее полно рассмотрены в монографии [2]. Наиболее интересным для них является проявление эффекта саморепродукции (эффекта Тальбота) периодических изображений. Эффект Тальбота был экспериментально изучен в диапазоне мягкого рентгеновского излучения на поглощающих двух периодических транспарантах [2]. В диапазоне жесткого рентгеновского излучения, где длина поглощения заметно превосходит требуемые значения периода, наблюдение указанного эффекта возможно на прозрачных фазосдвигающих объектах. В качестве такого объекта в [13] была использована одномерная периодическая решетка.

Матрицы короткофокусных линз позволяют создать нетрадиционные системы преобразования изображений на основе подходов, предложенных в [2]. Для этих целей представляется необходимым проведение экспериментов на источнике излучения с высокой степенью когерентности.

В настоящей статье рассмотрены фокусирующие свойства квадратной матрицы параболических линз из кремния на синхротронном излучении.

### Теоретическая часть

Рассмотрим вначале оптические свойства единичных параболических линз в изготовленной матрице (рис. 1, см. четвертую сторону обложки) на основе развитого в [5–7] подхода. Пропускание интенсивности линзы с аксиальной симметрией определяется соотношением

$$T = \frac{1 - \exp(-a(R_0/R)^2)}{a(R_0/R)^2},$$

где  $R = A/2$ ;  $R_0$  — радиус кривизны параболического профиля;  $a$  — апертура линзы.

\* Работа поддержана грантами РФФИ 98-02-16341, Миннауки по подпрограмме "Синхротронное Излучение. Лучевые Применения" и ИНТАС 99-0469

Величина параметра  $a$  определяется поглощением в материале линзы и случайными сбоями фазы на несовершенствах преломляющего профиля:

$$a = \mu R + 2\left(\frac{\pi\sigma}{L_\pi}\right),$$

где  $\mu$  — линейный коэффициент ослабления;  $\sigma$  — среднее квадратическое отклонение профиля линзы от параболического;  $L_\pi = \lambda/(2\delta)$  — длина сдвига фазы на  $\pi$  [8];  $\lambda$  — длина волны излучения;  $\delta$  — действительная часть коэффициента преломления.

Глубина резкости короткофокусных линз ввиду их малой апертуры значительно превышает, как отмечено в [11, 12], значения для составных преломляющих линз [5, 6]. Для ее вычисления могут быть использованы приведенные в [7] выражения, описывающие полуширину профиля интенсивности вдоль оптической оси линзы:

$$B_I = \frac{F^2 \lambda}{\pi R^2} \sqrt{aa_v},$$

где  $F$  — фокусное расстояние; фактор  $a_v = a + 8\pi^2 \left(\frac{R\delta}{L\lambda}\right)^2$  введен для учета геометрических параметров схемы — размера  $s$  источника и расстояния до него  $L$ .

Результаты расчетов для короткофокусных линз сведены в таблицу. Расчет коэффициента усиления интенсивности  $G$  и полуширины профиля FWHM проведены с помощью методов компьютерного моделирования [11]. Высокие значения пропускания  $T$  делают рассматриваемые рентгеновские линзы наиболее близкими аналогами линз видимого диапазона.

Кооперативные свойства матрицы линз определяют возможности наблюдения на ней интерференционных эффектов. Рассмотрим интерференцию от двух соседних рядов линз, действующих как билинза Бийе в оптике видимого диапазона (рис. 2). Анализ

#### Основные параметры короткофокусных параболических линз

Оптические характеристики линз	Энергия излучения $E$ , кэВ		
	12	17	30
Фокусное расстояние, см (эксперим.)	3,9	7,2	25,5
Усиление в фокальном пятне $G$ , отн. ед. (расчет)	4	3,5	2,3
Полуширина профиля FWHM, мкм (расчет)	1,1	1,2	1,7
Глубина резкости, см (расчет)	0,26	0,82	4,8
Пропускание $T$ , % (расчет)	98,9	99,3	99,9

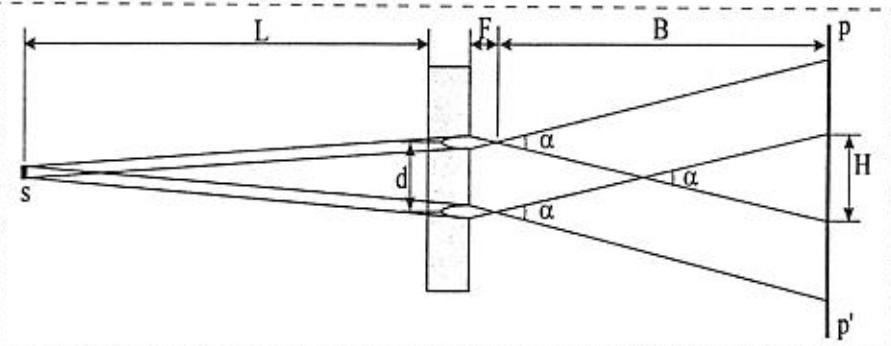


Рис. 2. Оптическая схема наблюдения интерференционной картины для двух соседних рядов линз в матрице

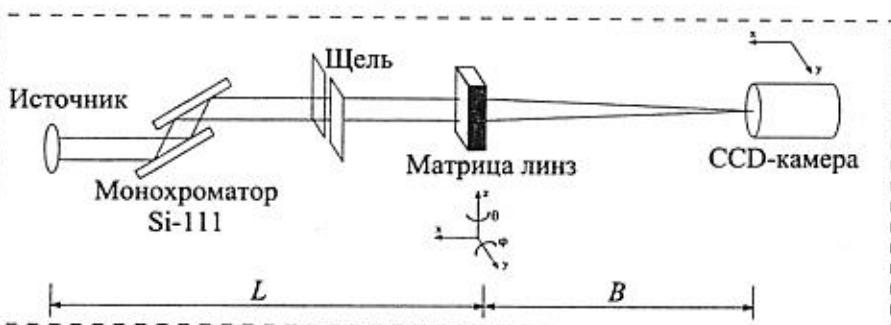


Рис. 3. Экспериментальная схема наблюдения фокусирующих свойств матрицы на синхротронном излучении линии BM-5

схемы показывает, что ширина полосы интерференции составляет

$$b_{1/2} = B\lambda/d,$$

где  $B$  — расстояние линза—плоскость регистрации;  $d$  — период матрицы.

Размер области перекрытия лучей от соседних линз составляет

$$H = \frac{(B-F)A}{F}.$$

Фурье-изображения, получаемые за счет эффекта Тальбота, могут быть зарегистрированы на расстоянии  $D_T = 2d^2/\lambda$ , разрешение в получаемом Фурье-изображении  $\Delta$  определяется расстояни-

ем  $D_T$  и длиной пространственной когерентности  $L_{coh}$ :

$$\Delta = \frac{D_T \lambda}{\pi L_{coh}}.$$

#### Экспериментальная часть

Эксперименты на когерентном синхротронном излучении были проведены на оптической станции BM-5 ускорителя ESRF с использованием высокоразрешающей ПЗС-камеры (размер элемента изображения 0,6 мкм, поле зрения 600 мкм в диаметре). Схема расположения основных узлов приведена на рис. 3. Изображения матрицы линз, состоящее из

квадратной сетки фокальных пятен с периодом 8 мкм были зарегистрированы в диапазоне энергий пучка 12–30 кэВ.

При передвижении камеры вдоль оптической оси наблюдалась характерная для всех значений энергии эволюция изображения матрицы. При минимальном расстоянии  $B = 1,2$  см была четко видна сетка, сформированная входными апертурами линз. При дальнейшем увеличении расстояния до фокусного расстояния регистрировался набор фокальных пятен, размер которых не превосходил 1,8 мкм. При дальнейшем удалении камеры из фокальной плоскости наблюдалось уширение фокальных пятен с заметным одновременным уменьшением их интенсивности. Изображение фокальных пятен, зарегистрированное при максимальной энергии 30 кэВ и расстоянии  $B = 25,2$  см приведено на рис. 4 (см. четвертую сторону обложки).

Следует отметить, что изменение полуширины фокальных пятен не определялось только геометрическим фактором уменьшения схемы  $L/B$ , что указывает на наличие вклада, обусловленного дифракцией на входной апертуре линз.

Данные по фокусирующим свойствам линз приведены в таблице. Расчет коэффициента усиления интенсивности в фокальном пятне и полуширины профилей интенсивности был проведен с помощью развитых ранее методов компьютерного моделирования [11]. Заметим, что наблюдаемая глубина резкости линз превышает расчетные значения.

В эксперименте по наблюдениям билинзовой интерференции два соседних ряда линз были выделены щелью. Изображения их фокальных пятен показаны на рис. 5 (вставка, см. четвертую сторону обложки). На расстоянии  $B = 80$  см заметны полосы на изображении, обусловленные интерференцией пучков от соседних линз. Расстояние между ними для использованных условий состав-

ляет примерно 8 мкм. Отметим, что видимые на рис. 5 максимумы наблюдаются в достаточно узкой области шириной около 80 мкм.

Интенсивность полос уменьшается от центра к периферии и имеет огибающую кривую  $V(x)$ . Точный расчет формы этой функции с учетом геометрических размеров источника и его когерентных свойств является возможным решением обратной задачи и выделения  $V(x)$  из интегрального уравнения типа свертки. В качестве достаточно точной аппроксимации ее может быть принята использованная в [13] функция Гаусса  $V(x) = \exp[-x^2/2w^2]$ , дисперсия  $w$  которой определяется длиной пространственной когерентности  $L_{coh} = L\lambda/s = 2,235w$ . Оцениваемое из геометрических параметров схемы значение  $L_{coh} = 33$  мкм для  $\lambda = 1/\Lambda$  дает форму кривой  $V(x)$ , которая находится в хорошем согласии с наблюдаемыми изображениями (рис. 5).

В эксперименте по наблюдениям эффекта Тальбота были выбраны два значения энергии  $E_1 = 17$  кэВ и  $E_2 = 12$  кэВ ( $\lambda = 1/\Lambda$ ). Более четкие изображения (рис. 6, см. четвертую сторону обложки) были получены при  $E_2$ . В фокальной плоскости ( $B = 3,2$  см) был зарегистрирован набор фокальных пятен (рис. 6, a), которые становятся дефокусированными в промежуточном положении камеры (рис. 6, б). На расстоянии  $B = 68,5$  см появляется четкое изображение сетки пятен (рис. 6, в), что соответствует Фурье-изображению фокальной плоскости. При дальнейшем отодвигании камеры до максимального значения  $B = 80$  см (рис. 6, г) наблюдаемое изображение исчезает.

Таким образом, полученная серия снимков демонстрирует эффект самореконструкции двумерно-периодического объекта, которым в данном случае является набор фокальных пятен линз. Свойства этого Фурье-изображения описываются распределением интенсивности  $I(x, y)$ , приве-

денным выше. Разрешение в этом изображении  $\Delta$  определяется расстоянием  $D$  и длиной когерентности  $L_{coh}$ , как это было показано выше. С учетом полученного из эксперимента по билинзовой интерференции значения  $L_{coh}$  разрешение оценивается как  $\Delta \approx 0,65$  мкм.

## Выводы

С помощью технологии глубокого фотоанодного травления кремния получены параболические линзы с короткими фокусными расстояниями. Проведенные разработки технологии фотоанодного травления позволяют получить профили глубиной до 100–120 мкм, что обеспечивает увеличение апертуры линз при сохранении их фокусных расстояний.

Нами сформирован новый тип РФЭ, представляющий собой квадратную матрицу параболических линз. Обладая коротким фокусным расстоянием, каждая из них может быть использована в комбинации с длиннофокусными РФЭ [5–8], имеющими значительно большую апертуру. Компоновка линз в виде матрицы при их значительной глубине резкости являются весьма полезными свойствами при комбинировании с другими РФЭ.

Таким образом, при построении систем РФЭ, аналогичных оптическим системам видимого диапазона, могут быть созданы принципиально новые устройства формирования пучка, предназначенные, в частности, для локальных дифракционных измерений. Кооперативные свойства матрицы линз обеспечивают возможности проявления интерференционных эффектов: билинзовой интерференции и эффекта самореконструкции периодических объектов (эффекта Тальбота).

Обсуждаются практические пути реализации многолинзовых систем формирования пучка для методов локальной структурной диагностики и рентгеновской микроскопии. Отметим, что проведенные наблюдения интерфе-

ренционных эффектов рассеяния на матрице линз, характеризующейся малыми радиусами кривизны и соответствующими малыми значениями периода, проведены впервые для двумерного фазово-контрастного объекта и могут служить обоснованием для разработки схем получения Фурье-изображений на эффекте Тальбота.

#### Список литературы

1. Vidal B., Erko A. I., Aristov V. V. Diffraction X-ray optics, Institute of Physics Publ., Bristol & Philadelphia. 1966. 385 p.

2. Аристов В. В., Ерко А. И. Рентгеновская оптика. М.: Наука. 1991. 155 с.
3. Yang B. X. Nuclear Instr. & Meth. (A). 1993. 328. 578 р.
4. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B. Nature. 1996. 384. 49 р.
5. Lengeler B., Tummler J., Snigirev A., Snigireva I. and Raven C. // J. Appl. Phys. 1998. 84. 5855 р.
6. Lengeler B., Schroer C., Tummler J., Benner B., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I. and Drakopoulos M. // J. Synchrotron Rad. 1999. 6. 1153 р.
7. Lengeler B., Schroer C., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I. // Appl. Phys. Lett. 1999. 74. 3924 р.
8. Аристов В. В., Шабельников Л. Г., Шулаков Е. В., Кузнецов С. М., Юнкин В. А., Григорьев М. В., Зайцев С. И. // Поверхность. 1999. № 1. С. 7.
9. Старков В. В., Старостина Е. А., Коили И., Престинг Х., Кёниг У., Вяткин А. Ф. Упорядоченное формирование макропор в кремнии *p*-типа // Микросистемная техника. 2001. № 8. С. 34–38.
10. Старков В. В., Цейтлин В. М., Коили Х., Кёниг У., Вяткин А. Ф. Неупорядоченное формирование макропор в кремнии *p*-типа // Микросистемная техника. 2001. № 7. С. 35–39.
11. Аристов В. В., Шабельников Л. Г., Цейтлин В. М., Старков В. В., Кузнецов С. М., Григорьев М. В. // Поверхность. 2000. № 1. С. 71.
12. Aristov V. V., Starkov V. V., Shabellnikov L. G., Kuznetsov S. M., Ushakova A. P., Grigoriev M. V., Tsaitlin V. M. // Opt. Comm. 1998. 151. P. 203.
13. Cloetens P., Guigay J. P., De Martini C. and Baruchel J. // Optics Letts. 1997. 22. 1059 р.

## РФФИ СТРАНИЧКА РФФИ

*В этом номере мы продолжаем публикацию аннотационных отчетов, полученных в инициативных научных проектах в области математики, информатики, механики и поддержанных РФФИ по итогам конкурса 1997 г. (начало см. в №1–7, 2001 г.). Данные по исполнителям проектов можно найти в "Информационном бюллетене РФФИ" № 5 за 1997 г.*

<http://intra.rfbr.ru>

## АННОТАЦИОННЫЕ ОТЧЕТЫ ПО ТЕМАМ РФФИ

### Молекулярное моделирование связи структура — активность с учетом трехмерности структур и их способности к образованию водородных связей

Номер проекта: 97-03-33068-а

Год предоставления отчета: 1997

Используя оригинальный подход к проблеме количественной связи "структура — активность", на базе разработанного в нашей лаборатории программного комплекса МОЛТРА (МОЛекулярный ТРАнсформер) были найдены регрессионные зависимости противовирусной (анти-ВИЧ-1, вирус иммунодефицита человека, тип-1) активности для производных порфирина. На базе полученных уравнений сформулированы рекомендации для модификации пространственной структуры порфиринов в целях увеличения эффективности их анти-ВИЧ-1 активности.

Путем комбинирования методов нелинейной и линейной оптимизации получена простая матема-

тическая модель, связывающая нормальные точки кипения органических соединений, которые не способны к образованию самоассоциатов по типу водородной связи, с их молекулярными свойствами: поляризуемостью, дипольным моментом, равновесным межмолекулярным расстоянием. В качестве исходной выборки для получения модели послужил набор, содержащий около 200 соединений, представляющих основные классы органических соединений, за исключением протонодоноров. Полученный ряд характеризовался большой вариацией физико-химических свойств: температура кипения изменялась в пределах от 112 до 632 К, поляризуемость 2,6–37,5 Å<sup>3</sup>, дипольный момент 0,0–4,8 Д, равновесные межмолекулярные расстояния 4,0–12,0 Å. Мерой вклада водородной связи в нормальную точку кипения предложено рассматривать разность между экспериментальными и рассчитанными значениями температур кипения с учетом принципиальной возможности образования Н-комплексов и статистических характеристик полученной математической модели.

ренционных эффектов рассеяния на матрице линз, характеризующейся малыми радиусами кривизны и соответствующими малыми значениями периода, проведены впервые для двумерного фазово-контрастного объекта и могут служить обоснованием для разработки схем получения Фурье-изображений на эффекте Тальбота.

#### Список литературы

1. Vidal B., Erko A. I., Aristov V. V. Diffraction X-ray optics, Institute of Physics Publ., Bristol & Philadelphia. 1966. 385 p.

2. Аристов В. В., Ерко А. И. Рентгеновская оптика. М.: Наука. 1991. 155 с.
3. Yang B. X. Nuclear Instr. & Meth. (A). 1993. 328. 578 р.
4. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B. Nature. 1996. 384. 49 р.
5. Lengeler B., Tummler J., Snigirev A., Snigireva I. and Raven C. // J. Appl. Phys. 1998. 84. 5855 р.
6. Lengeler B., Schroer C., Tummler J., Benner B., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I. and Drakopoulos M. // J. Synchrotron Rad. 1999. 6. 1153 р.
7. Lengeler B., Schroer C., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I. // Appl. Phys. Lett. 1999. 74. 3924 р.
8. Аристов В. В., Шабельников Л. Г., Шулаков Е. В., Кузнецов С. М., Юнкин В. А., Григорьев М. В., Зайцев С. И. // Поверхность. 1999. № 1. С. 7.
9. Старков В. В., Старостина Е. А., Коили И., Престинг Х., Кёниг У., Вяткин А. Ф. Упорядоченное формирование макропор в кремнии *p*-типа // Микросистемная техника. 2001. № 8. С. 34–38.
10. Старков В. В., Цейтлин В. М., Коили Х., Кёниг У., Вяткин А. Ф. Неупорядоченное формирование макропор в кремнии *p*-типа // Микросистемная техника. 2001. № 7. С. 35–39.
11. Аристов В. В., Шабельников Л. Г., Цейтлин В. М., Старков В. В., Кузнецов С. М., Григорьев М. В. // Поверхность. 2000. № 1. С. 71.
12. Aristov V. V., Starkov V. V., Shabelnikov L. G., Kuznetsov S. M., Ushakova A. P., Grigoriev M. V., Tsaitlin V. M. // Opt. Comm. 1998. 151. P. 203.
13. Cloetens P., Guigay J. P., De Martini C. and Baruchel J. // Optics Letts. 1997. 22. 1059 р.

## РФФИ СТРАНИЧКА РФФИ

*В этом номере мы продолжаем публикацию аннотационных отчетов, полученных в инициативных научных проектах в области математики, информатики, механики и поддержанных РФФИ по итогам конкурса 1997 г. (начало см. в №1–7, 2001 г.). Данные по исполнителям проектов можно найти в "Информационном бюллетене РФФИ" № 5 за 1997 г.*

<http://intra.rfbr.ru>

## АННОТАЦИОННЫЕ ОТЧЕТЫ ПО ТЕМАМ РФФИ

### Молекулярное моделирование связи структур — активность с учетом трехмерности структур и их способности к образованию водородных связей

Номер проекта: 97-03-33068-а

Год предоставления отчета: 1997

Используя оригинальный подход к проблеме количественной связи "структура — активность", на базе разработанного в нашей лаборатории программного комплекса МОЛТРА (МОЛекулярный ТРАнсформер) были найдены регрессионные зависимости противовирусной (анти-ВИЧ-1, вирус иммунодефицита человека, тип-1) активности для производных порфирина. На базе полученных уравнений сформулированы рекомендации для модификации пространственной структуры порфиринов в целях увеличения эффективности их анти-ВИЧ-1 активности.

Путем комбинирования методов нелинейной и линейной оптимизации получена простая матема-

тическая модель, связывающая нормальные точки кипения органических соединений, которые не способны к образованию самоассоциатов по типу водородной связи, с их молекулярными свойствами: поляризуемостью, дипольным моментом, равновесным межмолекулярным расстоянием. В качестве исходной выборки для получения модели послужил набор, содержащий около 200 соединений, представляющих основные классы органических соединений, за исключением протонодоноров. Полученный ряд характеризовался большой вариацией физико-химических свойств: температура кипения изменялась в пределах от 112 до 632 К, поляризуемость 2,6–37,5 Å<sup>3</sup>, дипольный момент 0,0–4,8 Д, равновесные межмолекулярные расстояния 4,0–12,0 Å. Мерой вклада водородной связи в нормальную точку кипения предложено рассматривать разность между экспериментальными и рассчитанными значениями температур кипения с учетом принципиальной возможности образования Н-комплексов и статистических характеристик полученной математической модели.

## Гребнеобразные жидкокристаллические полимеры и дендримеры с сильными внутри- и межмолекулярными взаимодействиями. Конформация молекул и ориентационная релаксация в растворах и расплавах

Номер проекта: 97-03-32704-а

Год предоставления отчета: 1997

Исследованы конформационные, электрооптические и динамические характеристики ионогенных гребнеобразных сополимеров, содержащих различное число цианобифенильных боковых радикалов и функциональных COOH-групп. Определены молекулярно-массовые характеристики макромолекул исследованных полимеров и показано, что при изменении в составе сополимера доли COOH-групп конформация его макромолекул остается близкой к палочкообразной. Установлено, что возрастание в составе сополимера доли COOH-групп приводит к уменьшению его постоянной Керра в тетрагидрофуране. Последнее можно связывать с влиянием состава сополимера на дипольную геометрию и оптические свойства макромолекул. Обнаружены две области релаксации электрического двойного лучепреломления (ЭДЛ) в изотропном расплаве ионогенных сополимеров вблизи точки фазового перехода изотропная жидкость — жидкий кристалл. Установлено, что первый (быстрый) релаксационный процесс вызван мелкомасштабной ориентацией мезогенных цианобифенильных групп в электрическом поле, а второй обусловлен надмолекулярной релаксацией флуктуаций ориентационного параметра порядка в окрестности температуры фазового превращения. Обнаружено резкое возрастание времени надмолекулярной релаксации эффекта Керра при увеличении в его составе доли COOH-групп. Замена функциональных COOH на COOCH<sub>3</sub>-группы приводит к исчезновению зависимости времени надмолекулярной релаксации ЭДЛ от состава сополимера. Сделан вывод, что резкая зависимость времени надмолекулярной релаксации ЭДЛ от состава сополимера может быть вызвана образованием в его расплавах физической сетки зацеплений за счет замыкания межмолекулярных водородных связей. Проведены предварительные исследования молекулярных характеристик карбосилановых дендримеров различной генерации с цианобифенильными концевыми группами. На основании данных о вязкости и коэффициенте поступательного трения дендримеров с 8 и 32 концевыми группами установлено, что плотность элементов в объеме их макромолекул одинакова. Изучены молекулярно-массовые зависимости постоянной Керра и времени ориентационной релаксации в растворах алкилен-ароматических полиэфиров с фторированными спайсерами.

## Конформационные переходы макромолекул, адсорбированных внутри полимерного монослоя

Номер проекта 97-03-32661-а

Год предоставления отчета: 1997

Макромолекулы, прикрепленные одним концом к твердой поверхности или к поверхности раздела жидкость—жидкость, при достаточно большой плотности пришивки образуют полимерный монослой. Такие монослои имеют широкое технологическое применение, а понимание их структуры представляет фундаментальный интерес для проблемы полимерных материалов. К настоящему времени хорошо изучены равновесные свойства однородных монослоев, состоящих из макромолекул одинаковой химической структуры, инертных по отношению к поверхности прививки. Целью данного проекта является исследование микрогетерогенных полимерных монослоев, содержащих небольшое число примесных макромолекул, отличающихся от основных цепей монослоя как по своей длине, так и по химическому строению. Мы исследовали случай, когда примесные макромолекулы содержали сорбционно-активные группы, вследствие чего такие молекулы, в отличие от основных цепей монослоя, были способны адсорбироваться на поверхности раздела.

С использованием метода самосогласованного поля было смоделировано поведение примесных цепей внутри регулярного монослоя при различной сорбционной активности таких молекул и при их разной контурной длине. Оказалось, что по мере ослабления адсорбционных взаимодействий короткие примесные цепи внутри монослоя совершили кооперативный, диффузный переход из адсорбированного в клубкообразное состояние. Вместе с тем, примесные цепи, длина которых превышала длину основных цепей монослоя, вели себя совершенно иначе — они переходили в десорбированное состояние резко, скачкообразно, образуя при этом своеобразную, неоднородную конформацию "цветка", состоящего из ножки, находящейся внутри монослоя, и шапочки, расположенной выше границы монослоя. Распределение концов примесных макромолекул по высоте обладало ярко выраженной бимодальностью. Поэтому мы полагаем, что конформационный переход длинных примесных молекул естественно трактовать как фазовый переход первого рода.

Исследована зависимость точки перехода от размеров монослоя. Получено, что характерная температура фазового перехода определяется соотношением длин примесной цепи и основных цепей монослоя, а также зависит от плотности монослоя. Показано, что при небольшой фиксированной энергии адсорбции короткие примесные макромолекулы находятся внутри монослоя в адсорбированном состоянии, в то время как длинные при-

месные цепи при той же энергии адсорбции находятся в десорбированном состоянии. Критическая длина, при которой происходит отрывание макромолекулы от слабо адсорбирующей поверхности, пропорциональна длине основных цепей монослоя.

## **Использование частичного ориентирования биологических макромолекул в электрическом и магнитном полях для исследования их пространственной структуры и динамики методом ядерного магнитного резонанса**

Номер проекта 97-03-33742-а

Год предоставления отчета: 1997

В 1997 году в рамках проекта была разработана конструкция измерительной ячейки для ориентации белков в электрическом поле, удовлетворяю-

щая требованиям ЯМР (однородность магнитного поля, однородность радиочастотного поля и уровень радиочастотных наводок). Создан интерфейс для интеграции данной ячейки с ЯМР спектрометром, обеспечивающий синхронизацию включения электрического поля в ячейке с импульсными последовательностями ЯМР спектроскопии. Был проведен сравнительный анализ различных методик измерения констант диполь-дипольного и спин-спинового взаимодействия. Было разработано программное обеспечение для расчета дипольных моментов белков, исходя из известной пространственной структуры. Несколько большее внимание, чем предполагалось планом, было уделено использованию магнитного поля для достижения частичной ориентации макромолекул. Были получены обнадеживающие результаты по ориентированию белков и белок-белковых комплексов при их взаимодействии с ориентированными в магнитном поле дискоидными мицеллами.

# **ФЛОВОСТИ НАНОТЕХНОЛОГИЙ\***

### **Изготовление ориентированных кремниевых нанокристаллитов при облучении низкоэнергетическими ионами**

Группа исследователей из Instituto de Ciencia (Мадрид, Испания) сообщила о получении ориентированных групп кремниевых наноструктур при облучении Si (100) подложки ионами Ar<sup>+</sup> (1,2 кэВ) при угле падения 90°. ACM- и ПЭМ-исследования таких структур показали, что кремниевые образования являются кристаллическими, однородны по высоте и самопроизвольно выстраиваются в гексагональную структуру ближнего порядка. После продолжительного облучения (до 16 ч) все характеристики точек в большинстве своем остаются неизменными. Образование этих точек интерпретируется как результат нестабильности, связанной с зависимостью коэффициента рассеяния от локальной кривизны поверхности.

*Applied Physics Letters — May 21, 2001 — Volume 78, Issue 21. P. 3316-3318*

### **Прямое трехмерное нанесение рисунка с использованием наноимпринт-литографии**

Разработчики из Princeton University (Нью-Джерси, США) продемонстрировали, что наноимпринт-литография (НИЛ) может создавать трех-

мерные рисунки, суб-40-нанометровые Т-образные затворы и висячие структуры в одношаговом импринтинге (впечатывании) в полимере и металле при взрывной литографии. Метод, основанный на электронно-лучевой литографии и реактивном ионном травлении, был усовершенствован для создания НИЛ-форм с трехмерным рельефом. Низкая цена и высокая производительность наноимпринт-литографии для 3D-наноструктур имеет множество приложений, таких как монолитные микроволновые интегральные схемы и наноэлектромеханические системы.

*Applied Physics Letters — May 21, 2001 — Volume 78, Issue 21. P. 3322-3324*

### **Перенос заряда на одиночный Si нанокристалл с помощью ACM**

Сотрудники California Institute of Technology использовали проводящую иглу атомно-силового микроскопа для электронного зондирования кремниевых нанокристаллов на диэлектрической подложке. Нанокристаллические образцы были получены методом распыления с сортировкой по размеру частиц. Размер нанокристаллов контролировался в диапазоне 2–50 нм с погрешностью менее 10%. Заряд с проводящей иглой был добавлен прямо в нанокристалл и наблюдалась последующая его утечка. Оценка этого заряда может быть сделана путем сравнения данных полуконтактной моды

\* По материалам из Интернет.

месные цепи при той же энергии адсорбции находятся в десорбированном состоянии. Критическая длина, при которой происходит отрывание макромолекулы от слабо адсорбирующей поверхности, пропорциональна длине основных цепей монослоя.

## **Использование частичного ориентирования биологических макромолекул в электрическом и магнитном полях для исследования их пространственной структуры и динамики методом ядерного магнитного резонанса**

Номер проекта 97-03-33742-а

Год предоставления отчета: 1997

В 1997 году в рамках проекта была разработана конструкция измерительной ячейки для ориентации белков в электрическом поле, удовлетворяю-

щая требованиям ЯМР (однородность магнитного поля, однородность радиочастотного поля и уровень радиочастотных наводок). Создан интерфейс для интеграции данной ячейки с ЯМР спектрометром, обеспечивающий синхронизацию включения электрического поля в ячейке с импульсными последовательностями ЯМР спектроскопии. Был проведен сравнительный анализ различных методик измерения констант диполь-дипольного и спин-спинового взаимодействия. Было разработано программное обеспечение для расчета дипольных моментов белков, исходя из известной пространственной структуры. Несколько большее внимание, чем предполагалось планом, было уделено использованию магнитного поля для достижения частичной ориентации макромолекул. Были получены обнадеживающие результаты по ориентированию белков и белок-белковых комплексов при их взаимодействии с ориентированными в магнитном поле дискоидными мицеллами.

# **ФЛОВОСТИ НАНОТЕХНОЛОГИЙ\***

### **Изготовление ориентированных кремниевых нанокристаллитов при облучении низкоэнергетическими ионами**

Группа исследователей из Instituto de Ciencia (Мадрид, Испания) сообщила о получении ориентированных групп кремниевых наноструктур при облучении Si (100) подложки ионами Ar<sup>+</sup> (1,2 кэВ) при угле падения 90°. ACM- и ПЭМ-исследования таких структур показали, что кремниевые образования являются кристаллическими, однородны по высоте и самопроизвольно выстраиваются в гексагональную структуру ближнего порядка. После продолжительного облучения (до 16 ч) все характеристики точек в большинстве своем остаются неизменными. Образование этих точек интерпретируется как результат нестабильности, связанной с зависимостью коэффициента рассеяния от локальной кривизны поверхности.

*Applied Physics Letters — May 21, 2001 — Volume 78, Issue 21. P. 3316-3318*

### **Прямое трехмерное нанесение рисунка с использованием наноимпринт-литографии**

Разработчики из Princeton University (Нью-Джерси, США) продемонстрировали, что наноимпринт-литография (НИЛ) может создавать трех-

мерные рисунки, суб-40-нанометровые Т-образные затворы и висячие структуры в одношаговом импринтинге (впечатывании) в полимере и металле при взрывной литографии. Метод, основанный на электронно-лучевой литографии и реактивном ионном травлении, был усовершенствован для создания НИЛ-форм с трехмерным рельефом. Низкая цена и высокая производительность наноимпринт-литографии для 3D-наноструктур имеет множество приложений, таких как монолитные микроволновые интегральные схемы и наноэлектромеханические системы.

*Applied Physics Letters — May 21, 2001 — Volume 78, Issue 21. P. 3322-3324*

### **Перенос заряда на одиночный Si нанокристалл с помощью ACM**

Сотрудники California Institute of Technology использовали проводящую иглу атомно-силового микроскопа для электронного зондирования кремниевых нанокристаллов на диэлектрической подложке. Нанокристаллические образцы были получены методом распыления с сортировкой по размеру частиц. Размер нанокристаллов контролировался в диапазоне 2–50 нм с погрешностью менее 10%. Заряд с проводящей иглой был добавлен прямо в нанокристалл и наблюдалась последующая его утечка. Оценка этого заряда может быть сделана путем сравнения данных полуконтактной моды

\* По материалам из Интернет.

АСМ с электростатическими силами, наводимыми хранящимся зарядом.

*Applied Physics Letters — May 14, 2001 — Volume 78, Issue 20. P. 3133-3135*

### Исследование электрических свойств самоорганизованных слоев Au (111)

Немецкими учеными была исследована зависимость емкостных токов от локального напряжения в различных самоорганизующихся монослоях поверхности Au (111). Исследования проводили спектроскопическим методом с использованием модифицированного атомно-силового микроскопа. Потенциалы подложки и данных  $C/z$ , (где  $C$  — емкость системы зонд — подложка,  $z$  — расстояние между ними) определялись как функции приложенных модулированного и постоянного напряжений между зондом и образцом. На отожженных золотых поверхностях сигнал  $C/z$  абсолютно не зависел от напряжения. Амплитуды сигналов на атомно-алканоиновых слоях меняются на переменном и постоянном напряжениях. Полученные данные  $C/z(U_{dc})$  показывают энергетическую зависимость плотности состояний исследуемого поверхностного слоя. Кроме того, была воспроизведена зависимость электрических свойств кластеров от их размеров.

*Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics) Print Issue of 15 May 2001*

*Phys. Rev. B 63, 205403 (2001) (5 pages)*

### Оптически накачиваемое параметрическое усиление для микромеханических осцилляторов

Исследователи Нью-Йоркского университета сформировали микромеханические осцилляторы в форме кремниевых дисков, поддерживаемые в центре трубками из  $\text{SiO}_2$ . Низкоэнергетический лазерный пучок ( $P_{\text{laser}} \approx 100 \text{ мВт}$ ), сфокусированный по периметру диска, является причиной значительного изменения эффективной константы жесткости, вызывая сдвиг частоты  $f$  ( $df/f \approx 10^{-4}$ ). Высокая добротность  $Q$  дискового осциллятора ( $Q \approx 10^4$ ) позволяет реализовать параметрическое усиление колебания диска при модуляции на удвоенной частоте лазерного излучения. Был продемонстрирован рост амплитуды в 30 раз с дальнейшим увеличением, ограниченным нелинейным поведением и самогенерацией. Также наблюдалась фазовая зависимость, которая свойственна ухудшению параметрического усиления. Авторы надеются, что применяя эту технологию, можно будет существенно расширить диапазон использования малых сил.

*Applied Physics Letters — May 14, 2001 — Volume 78, Issue 20. P. 3142-3144*

В. К. Неволин, д-р физ.-мат. наук, проф.,  
И. И. Бобринецкий, Э. А. Снисаренко

E-mail: vkn@miee.ru

<http://www.miee.ru/m/projects/ntmdt/>

## ИНФОРМАЦИЯ

**СИСТЕМА СЕРТИФИКАЦИИ  
РАДИОЭЛЕКТРОННОЙ  
АППАРАТУРЫ,  
ЭЛЕКТРОРАДИОИЗДЕЛИЙ  
И МАТЕРИАЛОВ ВОЕННОГО  
НАЗНАЧЕНИЯ  
"ВОЕНЭЛЕКТРОНСЕРТ",  
Учебно-научное объединение  
"Электроника" при Московском  
государственном институте  
радиотехники, электроники  
и автоматики (технический  
университет)**

Сертификация систем качества и производств на соответствие стандартам серии ИСО 9000 и документам системы сертификации "Военэлектрон-

серт" — наиболее эффективный способ управления качеством продукции и обеспечение ее конкурентоспособности. Гарантией качества и конкурентоспособности продукции, свидетельством надежности и устойчивости предприятия является сертификат на систему качества. Одно из основных условий создания и успешного функционирования и сертификации системы качества — подготовленные с учетом специфики предприятия специалисты по менеджменту качества и эксперты систем качества. Возможность разработки системы качества и вовлечение в работу по управлению качеством продукции всех сотрудников на предприятии открывается с подготовкой специалистов, знакомых с принципами, методами и средствами всеобщего управления качеством, нормативными документами по сертификации, стандартизации и управлению качеством продукции. Подготовленные специалисты на основании правил и процедур сертификации, международных и национальных нормативных документов по сертификации, стан-

АСМ с электростатическими силами, наводимыми хранящимся зарядом.

*Applied Physics Letters — May 14, 2001 — Volume 78, Issue 20. P. 3133-3135*

### Исследование электрических свойств самоорганизованных слоев Au (111)

Немецкими учеными была исследована зависимость емкостных токов от локального напряжения в различных самоорганизующихся монослоях поверхности Au (111). Исследования проводили спектроскопическим методом с использованием модифицированного атомно-силового микроскопа. Потенциалы подложки и данных  $C/z$ , (где  $C$  — емкость системы зонд — подложка,  $z$  — расстояние между ними) определялись как функции приложенных модулированного и постоянного напряжений между зондом и образцом. На отожженных золотых поверхностях сигнал  $C/z$  абсолютно не зависел от напряжения. Амплитуды сигналов на атомно-алканоиновых слоях меняются на переменном и постоянном напряжениях. Полученные данные  $C/z(U_{dc})$  показывают энергетическую зависимость плотности состояний исследуемого поверхностного слоя. Кроме того, была воспроизведена зависимость электрических свойств кластеров от их размеров.

*Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics) Print Issue of 15 May 2001*

*Phys. Rev. B 63, 205403 (2001) (5 pages)*

### Оптически накачиваемое параметрическое усиление для микромеханических осцилляторов

Исследователи Нью-Йоркского университета сформировали микромеханические осцилляторы в форме кремниевых дисков, поддерживаемые в центре трубками из  $\text{SiO}_2$ . Низкоэнергетический лазерный пучок ( $P_{\text{laser}} \approx 100 \text{ мВт}$ ), сфокусированный по периметру диска, является причиной значительного изменения эффективной константы жесткости, вызывая сдвиг частоты  $f$  ( $df/f \approx 10^{-4}$ ). Высокая добротность  $Q$  дискового осциллятора ( $Q \approx 10^4$ ) позволяет реализовать параметрическое усиление колебания диска при модуляции на удвоенной частоте лазерного излучения. Был продемонстрирован рост амплитуды в 30 раз с дальнейшим увеличением, ограниченным нелинейным поведением и самогенерацией. Также наблюдалась фазовая зависимость, которая свойственна ухудшению параметрического усиления. Авторы надеются, что применяя эту технологию, можно будет существенно расширить диапазон использования малых сил.

*Applied Physics Letters — May 14, 2001 — Volume 78, Issue 20. P. 3142-3144*

В. К. Неволин, д-р физ.-мат. наук, проф.,  
И. И. Бобринецкий, Э. А. Снисаренко

E-mail: vkn@miee.ru

<http://www.miee.ru/m/projects/ntmdt/>

## ИНФОРМАЦИЯ

**СИСТЕМА СЕРТИФИКАЦИИ  
РАДИОЭЛЕКТРОННОЙ  
АППАРАТУРЫ,  
ЭЛЕКТРОРАДИОИЗДЕЛИЙ  
И МАТЕРИАЛОВ ВОЕННОГО  
НАЗНАЧЕНИЯ  
"ВОЕНЭЛЕКТРОНСЕРТ",  
Учебно-научное объединение  
"Электроника" при Московском  
государственном институте  
радиотехники, электроники  
и автоматики (технический  
университет)**

Сертификация систем качества и производств на соответствие стандартам серии ИСО 9000 и документам системы сертификации "Военэлектрон-

серт" — наиболее эффективный способ управления качеством продукции и обеспечение ее конкурентоспособности. Гарантией качества и конкурентоспособности продукции, свидетельством надежности и устойчивости предприятия является сертификат на систему качества. Одно из основных условий создания и успешного функционирования и сертификации системы качества — подготовленные с учетом специфики предприятия специалисты по менеджменту качества и эксперты систем качества. Возможность разработки системы качества и вовлечение в работу по управлению качеством продукции всех сотрудников на предприятии открывается с подготовкой специалистов, знакомых с принципами, методами и средствами всеобщего управления качеством, нормативными документами по сертификации, стандартизации и управлению качеством продукции. Подготовленные специалисты на основании правил и процедур сертификации, международных и национальных нормативных документов по сертификации, стан-

дартизации и метрологии разработают систему качества Вашего предприятия, проведут внутренний аудит, в составе комиссии в качестве экспертов проведут ее сертификацию.

В соответствии с Федеральным Законом РФ "О сертификации продукции и услуг" и постановлениями Правительства о лицензировании деятельности предприятий установлен порядок подготовки и выдачи документов, удостоверяющих наличие и эффективность систем качества (СК) предприятий-разработчиков (поставщиков) продукции. Установление соответствия СК предприятий-разработчиков и поставщиков электрорадиоизделий (ЭРИ), радиоэлектронной аппаратуры (РЭА) и материалов для них требованиям ГОСТ Р ИСО 9001—9004 и стандартам СРПП ВТ поручено "Военэлектронсерт".

Центральный орган "Военэлектронсерт" — 22 ЦНИИ МО РФ — совместно с учебно-научным объединением "Электроника" (УНО "Электроника") при МИРЭА проводят подготовку специалистов, имеющих высшее образование и опыт работы в области управления качеством продукции по программам: "Менеджмент качества" и "Сертификация систем качества, производств и продукции".

В программе подготовки — принципы всеобщего управления качеством, правила и процедуры сертификации, квалиметрия и вопросы управления качеством продукции, нормативные документы, регламентирующие сертификацию систем качества, продукции, производств, вопросы метрологического обеспечения качества, экономические проблемы, включая оценку затрат на качество и эффективность работ по качеству, вопросы экономической устойчивости предприятий. Ос-

новное внимание уделяется нормативным документам и требованиям к системам качества предприятий со стороны систем сертификации "Военэлектронсерт", "Военный Регистр", "Оборонсертифида", вопросам сертификации систем качества и продукции военного назначения, международным стандартам серии ИСО 9000 в редакции 2000 г.

Преподавание ведут квалифицированные, имеющие многолетний научный и практический опыт специалисты — ведущие эксперты систем сертификации "Военэлектронсерт", "Военный Регистр", "Оборонсертифида", ГОСТ Р, "СовАсК".

Прошедшем обучение и успешно сдавшим экзамены выдаются аттестаты менеджеров по качеству и экспертов-стажеров системы "Военэлектронсерт". Эксперты-стажеры вносятся в реестр системы "Военэлектронсерт" и получают право участия в работе комиссий по сертификации СК, производств и продукции. Менеджеры по качеству получают знания, необходимые для разработки и внедрения на предприятиях систем качества в соответствии с международными стандартами серии ИСО 9000 и отечественными военными стандартами.

Занятия проводятся в Московском государственном институте радиотехники, электроники и автоматики (техническом университете) по адресу:

117454, Москва, проспект Вернадского, 78  
Телефон для справок: 434-92-76, А. А. Чекмазова  
Факс для заявок: 434-86-65

Начальник 22 ЦНИИ МО РФ  
канд. техн. наук Ю. И. Степанов,  
и.о. директора УНО "Электроника" при МИРЭА,  
д-р физ.-мат. наук, проф. А. Г. Васильев

## КОНФЕРЕНЦИЯ "МЕХАТРОНИКА И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА"

13—14 марта 2001 г. в Санкт-Петербурге состоялась научно-техническая конференция "Мехатроника и микросистемная техника", посвященная 50-летию Кафедры мехатроники Санкт-Петербургского государственного института точной механики и оптики (технического университета), в которой приняли активное участие представители Санкт-Петербургского государственного технического университета (быв. ЛПИ), Балтийского государственного технического университета — "Военмех" (СПб), Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета), Московского государственного технического университета им. Н. Э. Баумана, Российской государственной академии приборостроения и информатики, Института проблем машиноведения РАН (СПб), Института механики металлокомпозитных

систем НАН Беларуси (Гомель), ГНЦ РФ — "ЦНИИ Электроприбор", ОАО "Измерон", НПО "Скала", НПП "Росспецприбор", "НПК "Оазис" и журналов "Мехатроника", "Микросистемная техника", "Датчики и системы", "Известия вузов. Приборостроение", "Сборка в машиностроении, приборостроении".

Доклады были посвящены:

- разработкам мехатронных объектов различных уровней иерархии (универсальные показывающие и регистрирующие приборы, оснащенные датчиками, контроллерами и исполнительными механизмами; сканирующие лазерные стимуляторы с биологической обратной связью, приборы для трибологических испытаний конструктивных элементов);
- проблемам создания микроизделий (в частности, особенностям динамики и технологий производства, расчетам упругих элементов микромеханических гироскопов);

дартизации и метрологии разработают систему качества Вашего предприятия, проведут внутренний аудит, в составе комиссии в качестве экспертов проведут ее сертификацию.

В соответствии с Федеральным Законом РФ "О сертификации продукции и услуг" и постановлениями Правительства о лицензировании деятельности предприятий установлен порядок подготовки и выдачи документов, удостоверяющих наличие и эффективность систем качества (СК) предприятий-разработчиков (поставщиков) продукции. Установление соответствия СК предприятий-разработчиков и поставщиков электрорадиоизделий (ЭРИ), радиоэлектронной аппаратуры (РЭА) и материалов для них требованиям ГОСТ Р ИСО 9001—9004 и стандартам СРПП ВТ поручено "Военэлектронсерт".

Центральный орган "Военэлектронсерт" — 22 ЦНИИ МО РФ — совместно с учебно-научным объединением "Электроника" (УНО "Электроника") при МИРЭА проводят подготовку специалистов, имеющих высшее образование и опыт работы в области управления качеством продукции по программам: "Менеджмент качества" и "Сертификация систем качества, производств и продукции".

В программе подготовки — принципы всеобщего управления качеством, правила и процедуры сертификации, квалиметрия и вопросы управления качеством продукции, нормативные документы, регламентирующие сертификацию систем качества, продукции, производств, вопросы метрологического обеспечения качества, экономические проблемы, включая оценку затрат на качество и эффективность работ по качеству, вопросы экономической устойчивости предприятий. Ос-

новное внимание уделяется нормативным документам и требованиям к системам качества предприятий со стороны систем сертификации "Военэлектронсерт", "Военный Регистр", "Оборонсертифида", вопросам сертификации систем качества и продукции военного назначения, международным стандартам серии ИСО 9000 в редакции 2000 г.

Преподавание ведут квалифицированные, имеющие многолетний научный и практический опыт специалисты — ведущие эксперты систем сертификации "Военэлектронсерт", "Военный Регистр", "Оборонсертифида", ГОСТ Р, "СовАсК".

Прошедшем обучение и успешно сдавшим экзамены выдаются аттестаты менеджеров по качеству и экспертов-стажеров системы "Военэлектронсерт". Эксперты-стажеры вносятся в реестр системы "Военэлектронсерт" и получают право участия в работе комиссий по сертификации СК, производств и продукции. Менеджеры по качеству получают знания, необходимые для разработки и внедрения на предприятиях систем качества в соответствии с международными стандартами серии ИСО 9000 и отечественными военными стандартами.

Занятия проводятся в Московском государственном институте радиотехники, электроники и автоматики (техническом университете) по адресу:

117454, Москва, проспект Вернадского, 78  
Телефон для справок: 434-92-76, А. А. Чекмазова  
Факс для заявок: 434-86-65

Начальник 22 ЦНИИ МО РФ  
канд. техн. наук Ю. И. Степанов,  
и.о. директора УНО "Электроника" при МИРЭА,  
д-р физ.-мат. наук, проф. А. Г. Васильев

## КОНФЕРЕНЦИЯ "МЕХАТРОНИКА И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА"

13—14 марта 2001 г. в Санкт-Петербурге состоялась научно-техническая конференция "Мехатроника и микросистемная техника", посвященная 50-летию Кафедры мехатроники Санкт-Петербургского государственного института точной механики и оптики (технического университета), в которой приняли активное участие представители Санкт-Петербургского государственного технического университета (быв. ЛПИ), Балтийского государственного технического университета — "Военмех" (СПб), Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета), Московского государственного технического университета им. Н. Э. Баумана, Российской государственной академии приборостроения и информатики, Института проблем машиноведения РАН (СПб), Института механики металлокомпозитных

систем НАН Беларуси (Гомель), ГНЦ РФ — "ЦНИИ Электроприбор", ОАО "Измерон", НПО "Скала", НПП "Росспецприбор", "НПК "Оазис" и журналов "Мехатроника", "Микросистемная техника", "Датчики и системы", "Известия вузов. Приборостроение", "Сборка в машиностроении, приборостроении".

Доклады были посвящены:

- разработкам мехатронных объектов различных уровней иерархии (универсальные показывающие и регистрирующие приборы, оснащенные датчиками, контроллерами и исполнительными механизмами; сканирующие лазерные стимуляторы с биологической обратной связью, приборы для трибологических испытаний конструктивных элементов);
- проблемам создания микроизделий (в частности, особенностям динамики и технологий производства, расчетам упругих элементов микромеханических гироскопов);

- некоторым аспектам интеллектуальных технологий (нечетким регуляторам, законам движения сканирующих узлов приборов, параметрами движения плottерных систем при решении траекторных задач);
- вопросам терминологии мехатроники.

Конференция на базе университета ИТМО проводится второй год подряд. Идея ее проведения стала последним весомым вкладом в развитие новых научно-технических направлений чл.-корр. РАН, директора Института аналитического приборостроения РАН, члена Президиума Санкт-Петербургского научного центра РАН, лауреата Государственных премий России и Украины, заслуженного деятеля науки РФ, доктора технических наук, профессора Н. И. Комяка, который был председателем оргкомитета первой межвузовской конференции.

Николай Иванович Комяк являлся первым деканом Факультета точной механики и технологий и заведующим Кафедры материаловедения ИТМО, многие годы был профессором Кафедры рентге-

носспектроскопии ЛЭТИ, выпускником которого он являлся, а в ЛИАПе им была создана Кафедра научного приборостроения.

Выдвинуто предложение придать конференции "Мехатроника и микросистемная техника" статус регулярной, всероссийской с международным участием, посвятить ее памяти Н. И. Комяка и сделать заявку на проведение конференции по линии грантов РАН и Минобразования РФ.

За год, прошедший с начала первой конференции, состав участников конференции значительно расширился, укрепились связи между ее участниками. К тематике конференции проявили интерес работники промышленности, как разработчики, так и потребители объектов мехатронной и микросистемной техники.

Зам. декана Факультета точной механики и технологий университета ИТМО,  
доцент Кафедры мехатроники  
Е. В. Шалобаев

## РОССИЙСКИЙ ФОНД ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО РАЗВИТИЯ (РФТР) Министерства промышленности науки и технологий Российской Федерации ОБЪЯВЛЯЕТ КОНКУРС ПО ТЕМАТИКЕ

### **"Разработка приборов нового поколения на базе микроэлектромеханических систем (микросистемы и микромашины)"**

Заявки на участие в конкурсе на финансирование из средств РФТР принимаются от юридических лиц независимо от формы собственности, способных доказать наличие научно-инженерного потенциала, опыта, положительной репутации, необходимых трудовых ресурсов и материально-технической базы, а также исполнение своих обязательств по уплате налогов и обязательных платежей.

К участию в конкурсе приглашаются реально работающие коллективы, ориентированные на разработку конечной продукции, предназначеннной для решения конкретных проблем у потенциальных потребителей, имеющие опыт работы в данной области не менее 2 лет и не имеющие задолженности по платежам в бюджеты всех уровней и задолженности перед РФТР.

Конкурс проводится по следующим направлениям:

1. Микромашины — источники энергии и движения, силовые приводы и механизмы.

2. Микробиохимические системы — микродозаторы, микронасосы, микроклапаны, микрореакторы и микроферментаторы.

3. Микротелекоммуникационные системы — управляемые микроэлектромеханические радио-

компоненты, адаптивная микроэлектрооптомеханическая "скамья".

#### **4. Аналитические микросистемы.**

Разрабатываемые приборы предназначаются для использования в медицине и биохимии, телекоммуникациях, промышленной автоматике, аэрокосмической промышленности, автомобильном транспорте, мониторинге окружающей среды.

Срок представления проектов на участие в конкурсе — не позднее 90 дней после опубликования данного объявления в "Российской газете".

Документацию по правилам оформления проектов и условиям проведения конкурса можно получить по адресу:

**103905, Москва,**

**Брюсов пер., 21, стр. 1,**

**Российский фонд технологического развития.**

**Телефоны для справок — 229-8514, 229-4687.**

**E-mail: gubarev@minstpr.ru**

Представленные на конкурс материалы авторам не возвращаются. Проекты, оформленные не по правилам или представленные по истечении указанного срока, не регистрируются и не рассматриваются.

- некоторым аспектам интеллектуальных технологий (нечетким регуляторам, законам движения сканирующих узлов приборов, параметрами движения плottерных систем при решении траекторных задач);
- вопросам терминологии мехатроники.

Конференция на базе университета ИТМО проводится второй год подряд. Идея ее проведения стала последним весомым вкладом в развитие новых научно-технических направлений чл.-корр. РАН, директора Института аналитического приборостроения РАН, члена Президиума Санкт-Петербургского научного центра РАН, лауреата Государственных премий России и Украины, заслуженного деятеля науки РФ, доктора технических наук, профессора Н. И. Комяка, который был председателем оргкомитета первой межвузовской конференции.

Николай Иванович Комяк являлся первым деканом Факультета точной механики и технологий и заведующим Кафедры материаловедения ИТМО, многие годы был профессором Кафедры рентге-

носспектроскопии ЛЭТИ, выпускником которого он являлся, а в ЛИАПе им была создана Кафедра научного приборостроения.

Выдвинуто предложение придать конференции "Мехатроника и микросистемная техника" статус регулярной, всероссийской с международным участием, посвятить ее памяти Н. И. Комяка и сделать заявку на проведение конференции по линии грантов РАН и Минобразования РФ.

За год, прошедший с начала первой конференции, состав участников конференции значительно расширился, укрепились связи между ее участниками. К тематике конференции проявили интерес работники промышленности, как разработчики, так и потребители объектов мехатронной и микросистемной техники.

Зам. декана Факультета точной механики и технологий университета ИТМО,  
доцент Кафедры мехатроники  
Е. В. Шалобаев

## РОССИЙСКИЙ ФОНД ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО РАЗВИТИЯ (РФТР) Министерства промышленности науки и технологий Российской Федерации ОБЪЯВЛЯЕТ КОНКУРС ПО ТЕМАТИКЕ

### **"Разработка приборов нового поколения на базе микроэлектромеханических систем (микросистемы и микромашины)"**

Заявки на участие в конкурсе на финансирование из средств РФТР принимаются от юридических лиц независимо от формы собственности, способных доказать наличие научно-инженерного потенциала, опыта, положительной репутации, необходимых трудовых ресурсов и материально-технической базы, а также исполнение своих обязательств по уплате налогов и обязательных платежей.

К участию в конкурсе приглашаются реально работающие коллективы, ориентированные на разработку конечной продукции, предназначеннной для решения конкретных проблем у потенциальных потребителей, имеющие опыт работы в данной области не менее 2 лет и не имеющие задолженности по платежам в бюджеты всех уровней и задолженности перед РФТР.

Конкурс проводится по следующим направлениям:

1. Микромашины — источники энергии и движения, силовые приводы и механизмы.

2. Микробиохимические системы — микродозаторы, микронасосы, микроклапаны, микрореакторы и микроферментаторы.

3. Микротелекоммуникационные системы — управляемые микроэлектромеханические радио-

компоненты, адаптивная микроэлектрооптомеханическая "скамья".

#### **4. Аналитические микросистемы.**

Разрабатываемые приборы предназначаются для использования в медицине и биохимии, телекоммуникациях, промышленной автоматике, аэрокосмической промышленности, автомобильном транспорте, мониторинге окружающей среды.

Срок представления проектов на участие в конкурсе — не позднее 90 дней после опубликования данного объявления в "Российской газете".

Документацию по правилам оформления проектов и условиям проведения конкурса можно получить по адресу:

**103905, Москва,**

**Брюсов пер., 21, стр. 1,**

**Российский фонд технологического развития.**

**Телефоны для справок — 229-8514, 229-4687.**

**E-mail: gubarev@minstpr.ru**

Представленные на конкурс материалы авторам не возвращаются. Проекты, оформленные не по правилам или представленные по истечении указанного срока, не регистрируются и не рассматриваются.