

# ЭЛЕМЕНТЫ МСТ И МИКРОСИСТЕМЫ

УДК 621.372.41

Д. Г. Волгунов, Е. А. Вопилкин, А. Е. Парафин, С. А. Павлов,  
Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород  
Л. И. Пономарев, д-р техн. наук, проф., А. С. Жуков,  
А. Г. Летяго, канд. техн. наук,  
В. В. Паршиков, канд. техн. наук,  
Московский авиационный институт им. С. Орджоникидзе

## ВЫСОКОДОБРОТНЫЙ ПЕРЕСТРАИВАЕМЫЙ КОНТУР ВЧ ДИАПАЗОНА НА ОСНОВЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СВЕРХПРОВОДНИКА YBaCuO

*Рассмотрена возможность создания высокочастотного ( $Q \approx 100\ 000$ ) механически перестраиваемого колебательного контура ВЧ диапазона. Перестраиваемый контур состоит из двух одиночных контуров, изготовленных на пленках высокотемпературного сверхпроводника YBaCuO. Резонансная частота контура перестраивается за счет изменения расстояния между одиночными контурами, осуществляемого пьезодвигателем.*

### Выбор материала подложки и изготовление одиночного контура

Высокое качество устройств на основе пленок высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) определяется малым значением их поверхностного сопротивления. В [1] представлены неперестраиваемые контуры с резонансными частотами от 5 до 35 МГц, изготовленные на подложках алюмината лантана (LaAlO). Добротность контуров составляла около 16 000. В [2] рассмотрены резонатор на частоту 24,5 МГц с ненагруженной добротностью 40 000 и фильтр из трех таких резонаторов. В качестве подложек также использовался LaAlO.

При изготовлении одиночных контуров (ОК) мы рассмотрели два вида подложек: LaAlO и NdGaO (галат неодима), которые наиболее часто применяются для напыления YBaCuO пленок. Пленки YBaCuO наносились методом лазерного напыления [3] и имели типичные параметры:

- толщина  $d \approx 150$  нм;
- температура перехода  $T_c = 88$  К;
- плотность критического тока  $j_c \approx 1$  МА/см<sup>2</sup> (на коротких мостах);
- поверхностное сопротивление  $R_s \approx 1$  мОм ( $f = 10$  ГГц,  $T = 77$  К).

Рисунок по ВТСП пленке создавался методом фотолитографии, травление пленки проводилось в 1 %-ном растворе фосфорной кислоты.

На рис. 1 (см. вторую сторону обложки) видна топология ОК, состоящего из катушки индуктивности и емкостных площадок. Число витков в плоской катушке индуктивности — 20, на фотошаблоне ширина сверхпроводящего полоска катушки составляет 60 мкм, ширина зазора между полосками 40 мкм. Размеры емкостных площадок  $4,6 \times 4,6$  и  $5 \times 8,6$  мм. При травлении рисунка уход размеров составлял 2—3 мкм на сторону.

В табл. 1 приведены результаты измерений резонансных частот  $f_p$  и ненагруженных доброт-

ностей  $Q$  одиночных контуров, изготовленных на подложках алюмината лантана и галата неодима.

Измеренная индуктивность у ОК составила около  $L_{ок} = 3,5$  мкГн, резонансные частоты контуров 67—69 МГц. Таким образом, расчетная емкость ОК  $C_{ок} \approx 1,5$  пФ. Емкость ОК — это межвитковая емкость катушки индуктивности, на ее параметры в сильной степени влияют характеристики подложки. Диэлектрическая проницаемость алюмината лантана и галата неодима лежит в интервале  $\epsilon \approx 20 \div 25$ , тангенс угла диэлектрических потерь  $\text{tg} \delta \approx 10^{-5}$  ( $f = 10$  ГГц) и существенным образом зависит от технологии изготовления материала [4].

Добротность контура определяется сопротивлением сверхпроводящего полоска катушки индуктивности и тангенсом угла диэлектрических потерь подложки. Оценим вклад в потери сверхпроводящего полоска катушки индуктивности, пересчитав поверхностное сопротивление пленки с 10 ГГц на резонансную частоту ОК по закону  $R_s \sim 1/f^2$ , определяющему частотную зависимость поверхностного сопротивления сверхпроводника. На частоте 10 ГГц  $R_s \approx 10^{-3}$  Ом, тогда на 68 МГц поверхностное сопротивление  $R_s \approx 5 \cdot 10^{-8}$  Ом. Умножив поверхностное сопротивление на отношение длины полоска к ширине, получим сопротивление индуктивности  $R_L = 5 \cdot 10^{-4}$  Ом. Добротность контура, определя-

Таблица 1

Тип подложки	$f_p$ , МГц	$\Delta f_p$ , кГц	$Q$
LaAlO	68,6	5	$1,4 \cdot 10^4$
NdGaO	67,1	0,7	$9,5 \cdot 10^4$

мая сопротивлением  $R_L$  и рассчитанная по формуле  $Q = (R_L)^{-1} \times (L/C)^{1/2}$  составит  $3 \cdot 10^6$ , что почти на полтора порядка больше, чем максимальное экспериментальное значение. Таким образом, можно предположить, что добротность ОК в основном определяется  $\text{tg} \delta$  материала подложки.

Различие в добротностях контуров на подложках алюмината лантана (около 15 000 в нашей работе и в [1] и 40 000 в работе [2]) вероятно связано с технологией изготовления материала подложек. Максимальная добротность получена нами на подложках NdGaO. Добротность 95 000 является наибольшей из известных нам для ВТСП контуров рассматриваемого частотного диапазона.

#### Зависимость резонансной частоты контура от расстояния между подложками

Перестраиваемый контур (ПК) (см. рис. 1 на второй странице обложки) состоит из двух подложек, на поверхности которых, обращенных одна к другой, нанесены ОК. Частота ПК перестраивается за счет изменения расстояния между подложками. Для измерения зависимости резонансной частоты ПК от расстояния между ОК подложки сжимались между собой кварцевыми держателями и при погружении в жидкий азот примораживались к ним. Расстояние между держателями изменялось микрометрическим винтом и контролировалось прибором "Микрон 1" с точностью до 1 мкм. Связь с контуром осуществлялась петлями по магнитному полю. Меняя местоположение петель, можно изменять коэффициент связи с контуром. Измерения амплитудно-частотных характеристик контуров проводились на анализаторе спектра СК4-59. Минимальное расстояние, на которое можно сдвинуть одиночные контуры, определяется точностью установки подложек и кривизной их поверхности.

На рис. 2 показан график экспериментальной зависимости резонансной частоты  $f_p$  ПК от изменения расстояния  $d$  между ОК. Максимальная частота ПК равна 63 МГц, минимальная 12 МГц и соответствует касанию подложек. При разведении держателей сначала выбирается их изгиб, а расстояние между подложками практически не меняется, этим объясняется постоянство резонансной частоты в начале кривой.

На рис. 3 (см. вторую сторону обложки) показана эквивалентная схема ПК. Связь между двумя ОК по магнитному полю во время перестройки изменяется. Это приводит к тому, что индуктивность ПК в диапазоне перестройки меняется примерно от  $2L_{ОК}$  до  $4L_{ОК}$ . Частота ПК изменяется более чем в 5 раз, и можно считать, что перестройка частоты происходит в основном за счет изменения емкости между емкостными площадками ( $C_{кп}$ ) [5], которая меняется обратно пропорционально расстоянию между ОК. Такое описание является оценочным, так как не учитывает влияния емкости между витками двух катушек индуктивности.

Как видно из графика (см. рис. 2), на низких частотах происходит очень быстрое изменение резонансной частоты ПК при изменении расстояния меж-

ду ОК. На частоте 30 МГц, половине максимальной частоты ПК, крутизна составляет 100 Гц/нм, т. е. при изменении расстояния между пластинами всего на 3 нм резонансная частота сдвинется на полосу контура. Большое значение крутизны представляет интерес для создания различных датчиков, однако при создании перестраиваемого контура большая крутизна накладывает жесткие требования на его конструкцию.

#### Пьезодвигатель

Чтобы реализовать возможности рассматриваемого контура по перестройке резонансной частоты, необходимо обеспечить точное и жесткое позиционирование подложек, т. е. обеспечить возможность их перемещения и удержания с точностью в десятые доли нанометров. Источником нестабильности могут являться механические воздействия и температурный дрейф.

В [6] представлены механически перестраиваемые контуры и фильтры, работающие при температуре жидкого азота, с диапазоном перестройки около 30 %, перемещение подложек осуществлялось пьезодвигателем, расположенным вне жидкого азота.

Для перемещения подложек с ОК мы также рассмотрели возможность использования пьезо-

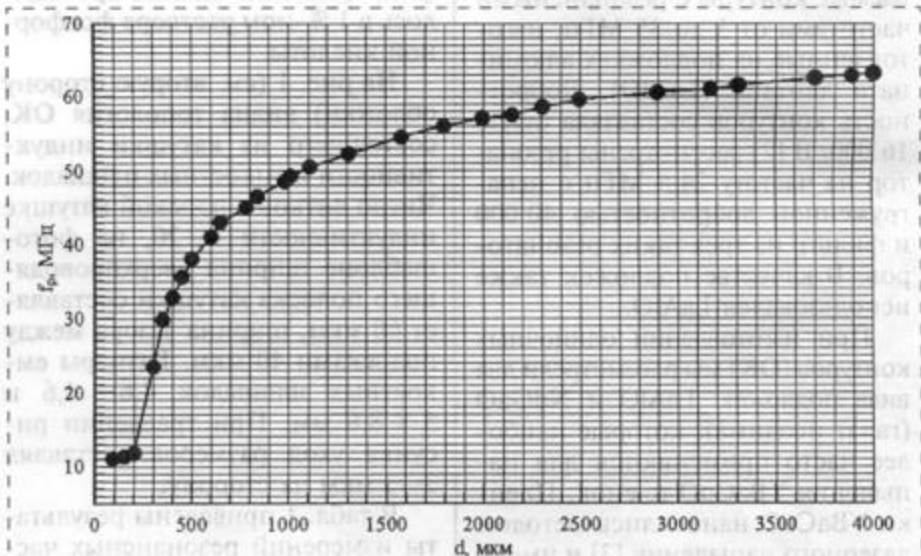


Рис. 2. Зависимость частоты ПК от расстояния между подложками

Таблица 2

$F$ , кГц	54 600	46 000	40 000	36 000	32 000	28 600
"Аналоговый шаг", кГц	1,5	9	20	38	60	100
Шаг вверх по частоте, кГц	0,4	1,9	4,5	9	11	17
Шаг вниз по частоте, кГц	0,8	5	11,5	27	37	50

двигателя, конструкция которого описана в [7, 8]. С учетом того, что характерный коэффициент термического расширения стали составляет  $10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , а кварца —  $10^{-7} \text{ K}^{-1}$ , двигатель был модифицирован для работы при температуре жидкого азота в шаговом и аналоговом режимах. В шаговом режиме на пьезоэлемент подается пилообразное напряжение. Во время плавного нарастания напряжения пьезоэлемент удлиняется и вал двигателя перемещается цангой, закрепленной на пьезоэлементе. При сбросе напряжения пьезоэлемент быстро возвращается в исходное состояние, а вал проскальзывает в цанге и таким образом перемещается на один шаг. В аналоговом режиме на пьезоэлемент подается постоянное напряжение, определяющее смещение вала. Один из ОК закреплялся на валу двигателя, а другой на неподвижном корпусе. Шаговый режим использовался при грубых, а аналоговый при точных перемещениях пластин. Применение пьезодвигателя, работающего при температуре жидкого азота, дает возможность использовать жидкий азот как естественный термостат, а также обеспечивает минимальные размеры устройства и, следовательно, увеличивает его жесткость.

Ниже приведены перемещения вала в аналоговом режиме при изменении напряжения питания на пьезокерамике (температура, при которой проводились измерения,  $T_{\text{изм}} = 77 \text{ K}$ ):

Напряжение питания $U$ , В	Перемещение пластин $L$ , мкм
0	0
100	0,6
200	1,4
300	2,1
400	2,9
500	3,5

В табл. 2 приведены изменения резонансной частоты ПК в аналоговом режиме и при смещении вала на один шаг для различных резонансных частот (амплитуда пилообразного напряжения в шаговом режиме и напряжение, подаваемое в аналоговом режиме, равны 300 В;  $T_{\text{изм}} = 77 \text{ K}$ ).

В данном случае смещение вверх по частоте соответствует движению вала вверх, поэтому из-за влияния веса вала шаг вверх меньше, чем шаг вниз.

#### Зависимость добротности перестраиваемого контура от частоты

На рис. 4 показана зависимость собственной добротности ПК от частоты. Максимальное значение резонансной частоты ПК составляет 55 МГц, в то время как частота ОК равна 67 МГц (см. табл. 1). Различие в частотах вызвано тем, что ОК наклеены на держатели из LaAlO. Держатели перекрывают значительную площадь ОК, за счет этого увеличивается межвитковая емкость ОК

и снижается его резонансная частота.

Минимальное значение резонансной частоты ПК в данном случае составило 28 МГц (перестройка на октаву), дальнейшее уменьшение частоты было ограничено точностью установки подложек.

Как видно на графике, значение добротности на 55 МГц составляет 34 000, в то время как добротность ОК равна 95 000 (см. табл. 1). Такое различие мы также связываем с держателями из LaAlO, так как  $\text{tg} \delta$  этого материала в нашем случае выше, чем у NdGaO.

Рост добротности ПК с уменьшением его резонансной частоты объясняется следующим образом: полная емкость ПК равна сумме собственных емкостей двух  $C_{\text{ОК}}$  и включенной параллельно им емкости  $C_{\text{кп}}$  (см. рис. 3 на второй странице обложки), образованной контактными площадками ПК. Диэлектриком в  $C_{\text{кп}}$  служит воздушный зазор, поэтому  $\text{tg} \delta$  этой емкости можно принять равным нулю. При уменьшении резонансной частоты происходит сближение ОК и увеличение емкости  $C_{\text{кп}}$  и, следовательно, увеличение тока через нее относительно  $C_{\text{ОК}}$ . Таким образом, усредненный  $\text{tg} \delta$  конденсаторов ПК уменьшается за счет высоко-

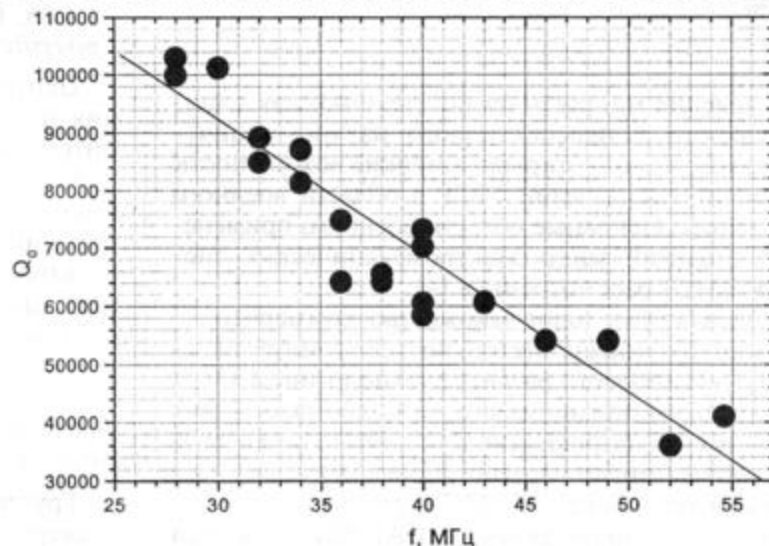


Рис. 4. Зависимость добротности перестраиваемого контура от частоты

добротной емкости пропорционально изменению соотношения токов через  $C_{кп}$  и  $C_{ок}$ .

\*\*\*

Показана возможность создания высокодобротного ( $Q \approx 100\ 000$ ) механически перестраиваемого в широкой полосе частот колебательного контура ВЧ диапазона и пьезодвигателя, работающего в шаговом и аналоговом режимах при температуре жидкого азота, и перспективность его использования для создания перестраиваемого контура. Получена экспериментальная зависимость добротности ПК от

частоты и показано, что в рассмотренном диапазоне перестройки добротность определяется потерями в подложке.

#### Список литературы

1. Withers R. S., Liang G. C., Cole B. F., Johansson M. Thin film hts probe coils for magnetic-resonance imaging // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 1993. Vol. 3. № 1. P. 2450—2453.
2. Gao E., Sahba S., Xu H., Ma Q. Y. A Superconducting RF Resonator in HF Range and its Multi-pole Filter Applications // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 1998. Vol. 9. № 2. P. 3066—3069.
3. Belov R. K., Drozdov Y. N., Gaponov S. V. et al. YBaCuO Thin Films on Sapphire up to 2-inch-diameter for Microwave Applications // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1995. 5 (2). P. 1797—1800.

4. Hollmann E. K., Vendik O. G., Zaitsev A. G., Melekh B. T. Substrates for high- $T_c$  superconductor microwave integrated circuits // Supercond. Sci. Technol. 7 (1994). P. 609—622. Printed in the UK.

5. Воишкин Е. А., Парафин А. Е., Павлов С. А. и др. Высокодобротный перестраиваемый сверхпроводящий контур ВЧ диапазона // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. Вып. 16. С. 90—94.

6. Xu H., Gao E., Ma Q. Y. Active Tuning of High Frequency Resonators and Filters // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2001. Vol. 11. № 1. P. 353—356.

7. Волгунов Д. Г., Гудков А. А., Миросов В. Л. Устройство для микроперемещений объекта по трем некомпланарным осям. А. с. № 1537088 от 15.09.88.

8. Волгунов Д. Г., Гапонов С. В., Дряхлушин В. Ф. и др. Сканирующий комбинированный ближнепольный оптический/туннельный микроскоп // ПТЭ. 1998. № 2. С. 132—137.

УДК 621.3.049.76

Е. С. Горнев, д-р техн. наук,  
Н. А. Зайцев, д-р техн. наук, М. Ф. Равилов,  
И. М. Романов, канд. техн. наук, С. О. Ранчин,  
Д. А. Былинкин  
"НИИМЭ и Микрон"

## АНАЛИЗ РАЗРАБОТАННЫХ ЗАРУБЕЖНЫХ ИЗДЕЛИЙ МИКРОСИСТЕМНОЙ ТЕХНИКИ

*Приведены результаты анализа деятельности компаний и научных лабораторий мира, занимающихся разработкой и производством изделий микросистемной техники.*

Выделение микросистемной техники как самостоятельного и перспективного научно-технического направления открыло широкие возможности для реализации изделий МСТ в области военного применения. Основные области военного применения технологий микроэлектромеханических систем (МЭМС) рассмотрены в [4].

С начала 90-х годов множество коммерческих компаний и университетов по всему миру ведут разработки в области развития технологии МЭМС. В связи с этим появилось огромное количество новых технических решений, а к 1998 г. резко возросло общее число зарегистрированных патентов в области технологий МЭМС и достигло 1000 (из них более 300 принадлежит США). Сейчас в этой области ежегодно регистрируется более 200 патентов [1—4].

### Анализ деятельности компаний и научных лабораторий мира, занимающихся разработкой производством изделий микросистемной техники

*Sandia National Laboratories—Intelligent Micromachine Initiative—MEMS research and development*

Сандийская лаборатория при корпорации Сандия США занимается разработкой систем на чипе, микромашинами и сопутствующими им компонентами (микроприводы, микродатчики), используя при этом технологию поверхностной микромеханики с тремя слоями поликремния и выше.

*Center for Microelectronic Sensors and MEMS, ECECS, College of Engineering, University of Cincinnati*

Центр оснащен оборудованием для исследования и производства структур МСТ и устройств с интегрированными схемами.

Области деятельности: разработка и производство микросенсоров и микроактюаторов; магнитных микроактюаторов на основе LIGA технологии; электростатических актюаторов, сенсоров давления, акселерометров, имплантируемых медицинских устройств, биохимических сенсоров; биочипов и т. д.

*University of Illinois at Urbana-Champaign — Micro Actuators, Sensors and Systems Group (MASS)*

Группа доктора Chang Liu, основанная отделом электрической и компьютерной инженерии, занимается разработкой микрожидкостных, био- и оптических изделий МСТ, радиочастотными при-

добротной емкости пропорционально изменению соотношения токов через  $C_{кп}$  и  $C_{ок}$ .

\*\*\*

Показана возможность создания высокодобротного ( $Q \approx 100\ 000$ ) механически перестраиваемого в широкой полосе частот колебательного контура ВЧ диапазона и пьезодвигателя, работающего в шаговом и аналоговом режимах при температуре жидкого азота, и перспективность его использования для создания перестраиваемого контура. Получена экспериментальная зависимость добротности ПК от

частоты и показано, что в рассмотренном диапазоне перестройки добротность определяется потерями в подложке.

#### Список литературы

1. Withers R. S., Liang G. C., Cole B. F., Johansson M. Thin film hts probe coils for magnetic-resonance imaging // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 1993. Vol. 3. № 1. P. 2450—2453.
2. Gao E., Sahba S., Xu H., Ma Q. Y. A Superconducting RF Resonator in HF Range and its Multi-pole Filter Applications // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 1998. Vol. 9. № 2. P. 3066—3069.
3. Belov R. K., Drozdov Y. N., Gaponov S. V. et al. YBaCuO Thin Films on Sapphire up to 2-inch-diameter for Microwave Applications // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1995. 5 (2). P. 1797—1800.

4. Hollmann E. K., Vendik O. G., Zaitsev A. G., Melekh B. T. Substrates for high- $T_c$  superconductor microwave integrated circuits // Supercond. Sci. Technol. 7 (1994). P. 609—622. Printed in the UK.

5. Воишкин Е. А., Парафин А. Е., Павлов С. А. и др. Высокодобротный перестраиваемый сверхпроводящий контур ВЧ диапазона // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. Вып. 16. С. 90—94.

6. Xu H., Gao E., Ma Q. Y. Active Tuning of High Frequency Resonators and Filters // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2001. Vol. 11. № 1. P. 353—356.

7. Волгунов Д. Г., Гудков А. А., Миронов В. Л. Устройство для микроперемещений объекта по трем некомпланарным осям. А. с. № 1537088 от 15.09.88.

8. Волгунов Д. Г., Гапонов С. В., Дряхлушин В. Ф. и др. Сканирующий комбинированный ближнепольный оптический/туннельный микроскоп // ПТЭ. 1998. № 2. С. 132—137.

УДК 621.3.049.76

Е. С. Горнев, д-р техн. наук,  
Н. А. Зайцев, д-р техн. наук, М. Ф. Равилов,  
И. М. Романов, канд. техн. наук, С. О. Ранчин,  
Д. А. Былинкин  
"НИИМЭ и Микрон"

## АНАЛИЗ РАЗРАБОТАННЫХ ЗАРУБЕЖНЫХ ИЗДЕЛИЙ МИКРОСИСТЕМНОЙ ТЕХНИКИ

*Приведены результаты анализа деятельности компаний и научных лабораторий мира, занимающихся разработкой и производством изделий микросистемной техники.*

Выделение микросистемной техники как самостоятельного и перспективного научно-технического направления открыло широкие возможности для реализации изделий МСТ в области военного применения. Основные области военного применения технологий микроэлектромеханических систем (МЭМС) рассмотрены в [4].

С начала 90-х годов множество коммерческих компаний и университетов по всему миру ведут разработки в области развития технологии МЭМС. В связи с этим появилось огромное количество новых технических решений, а к 1998 г. резко возросло общее число зарегистрированных патентов в области технологий МЭМС и достигло 1000 (из них более 300 принадлежит США). Сейчас в этой области ежегодно регистрируется более 200 патентов [1—4].

### Анализ деятельности компаний и научных лабораторий мира, занимающихся разработкой производством изделий микросистемной техники

*Sandia National Laboratories—Intelligent Micromachine Initiative—MEMS research and development*

Сандийская лаборатория при корпорации Сандия США занимается разработкой систем на чипе, микромашинами и сопутствующими им компонентами (микроприводы, микродатчики), используя при этом технологию поверхностной микромеханики с тремя слоями поликремния и выше.

*Center for Microelectronic Sensors and MEMS, ECECS, College of Engineering, University of Cincinnati*

Центр оснащен оборудованием для исследования и производства структур МСТ и устройств с интегрированными схемами.

Области деятельности: разработка и производство микросенсоров и микроактюаторов; магнитных микроактюаторов на основе LIGA технологии; электростатических актюаторов, сенсоров давления, акселерометров, имплантируемых медицинских устройств, биохимических сенсоров; биочипов и т. д.

*University of Illinois at Urbana-Champaign — Micro Actuators, Sensors and Systems Group (MASS)*

Группа доктора Chang Liu, основанная отделом электрической и компьютерной инженерии, занимается разработкой микрожидкостных, био- и оптических изделий МСТ, радиочастотными при-

менениями МСТ, моделированием МСТ изделий в САПР.

#### Управление перспективных разработок (DARPA) при МО США

Это управление занимается разработкой устройств защиты и разведки, применением изделий МСТ там, где требуется уменьшить риск для человеческой жизни.

#### Center for Space Microelectronic Technology при NASA

Направления разработок:

- High Energy Collimator Grid Technology — значительное уменьшение размеров и стоимости планарных устройств для наблюдения за Солнцем.
- CMOS Active Pixel Technology for "Camera-on-a-Chip" — создание камер на чипе.
- Techniques and Technologies for Magnetospheric Imaging — техника и технология для "магнотсферического наблюдения".
- Станции микроклимата.
- Микросейсмометры и микроакселерометры.

#### The Micromechanical Transducers Group (MicMec)

Группа MicMec, возглавляемая профессором M. Elwenspoek, является частью University of Twente. Это одна из лидирующих групп в мире в области технологий МСТ.

Направления исследований группы MicMec:

- микросенсоры;
- микрожидкостные устройства для химического анализа;
- микроактюаторы и микроботы.

#### The Berkeley Sensor & Actuator Center (BSAC)

BSAC является исследовательским центром, основанным Национальной Научной Ассоциацией и консорциумом корпораций и правительственных агентств. Центр занимается разработкой сенсоров и миниатюрных подвижных частей для изделий

МСТ. Большинство проектируемых изделий производится в UC Berkeley Microfabrication Laboratory. Лаборатория находится в отделе Электронной инженерии при Калифорнийском университете в Беркли.

#### Analog Devices Inc

Занимается производством микромашинных компонентов по технологии поверхностной микромеханики для автомобильной индустрии и других коммерческих применений.

По информации из журнала European Semiconductor за январь 2001 г., фирма VCO Technologies of Hannahstown Hill, Belfast, разработала новую технологию для микромеханики "кремний на изоляторе", основанную на бондинге подложки, точном "истончении" слоя кристалла и глубоком травлении кремния (SOL based MEMS technology). Преимущества данной технологии по сравнению с технологией объемной поверхностной микромеханики в том, что с ее помощью можно создавать относительно тонкие слои с малыми напряжениями для активных механических структур.

#### Обзор фирм-производителей, исследовательских институтов и компаний, занимающихся исследованиями и производством изделий МСТ

Информация получена на Интернет-сайте компании European Microsystem Technology On-line. На этой странице существует своего рода база данных об учреждениях, которые занимаются проблемами МСТ. На сегодняшний момент в базе есть записи о 267 фирмах, институтах и компаниях. Среди них были отобраны те, которые занимаются разработкой, исследованиями и/или производством оптических переключателей и микрогироскопов МСТ, и сведены в таблицу, приведенную ниже. Здесь также доступна информация о других изделиях МСТ, производимых этими компаниями, и о технологиях, которыми они владеют.

Название учреждения	Статус	Области индустрии	Род занятий/предоставляемые услуги	Разрабатываемые/производимые изделия	Используемые технологии	Особая роль в МСТ-сообществе, профилирующее направление
IntelliSense Corporation (США)	Не указан	Автоматизация производства и контроля, производственное и научное оборудование, телекоммуникации, аэрокосмические приложения, контроль среды	Производитель, исследовательская лаборатория, центр разработки, обучение и стажировка специалистов, разработка САПР для МЭМС	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле гироскопы Микромоторы Микронасосы Микрозеркала Дисплеи	Технология • объемной микромеханики, подложка: Si; стекло; керамика; кварц; • поверхностной микромеханики, подложка: Si; • поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*	Предоставляет поддержку организациям по всему миру в разработке изделий МСТ, поставя средства разработки, моделирования, создания прототипов

Название учреждения	Статус	Области индустрии	Род занятий/предоставляемые услуги	Разрабатываемые/производимые изделия	Используемые технологии	Особая роль в MCT-сообществе, профилирующее направление
XACTIX, Inc. (США)	Частная коммерческая организация	Телекоммуникации, медицинские применения МЭМС, производственное и исследовательское оборудование	Производитель, производитель оборудования, исследовательская лаборатория, центр разработки	Сенсоры давления Сенсоры ускорения  Переключатели  Реле Микрозеркала	Технология • объемной микро-механики, подложка: Si; кварц; стекло; керамика; эл-ты III—V гр; • поверхностной микро-механики, подложка: Si; эл-ты III—V гр; • поверхностной микро-механики, активный слой: Si; Si*; Si/Ge	Производитель оборудования для MCT, биомедицинские приложения МЭМС
Center for Automation Technologies (США)	Частная коммерческая организация	Телекоммуникации, медицина, аэрокосмические исследования, автоматизация контроля и производства	Исследовательская лаборатория, обучение и стажировка специалистов	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле Микрозеркала Дисплеи Микромоторы Микронасосы	Для упаковки и соединений: Стандартные ИС  Микросборка 3D-упаковка	Не указано
Piezo Solutions (США)	Не указано	Телекоммуникации, медицина, аэрокосмические исследования, автоматизация контроля и производства, научное и производственное оборудование	Исследовательская лаборатория, центр разработки, поставщик оборудования и материалов, разработка САПР для МЭМС, анализ надежности и отказа, тестирование	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы  Переключатели Реле Микрозеркала  Дисплеи Микромоторы Микронасосы	Технология • объемной микро-механики, подложка: Si, керамика; • поверхностной микро-механики, подложка: пьезоэлектрическая керамика; • поверхностной микро-механики, активный слой: пьезоэлектрическая керамика	Консультант по разработке и производству различных изделий с использованием керамики и пьезоэлектрических материалов
Univ. Of So. Florida/Center for Ocean Technology (США)	Вуз	Научное и производственное оборудование, медицина, контроль среды	Исследовательская лаборатория, центр разработки, тестирование	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле Микрозеркала Дисплеи Микромоторы Микронасосы	Не указано	Океанография, медицинская масспектрометрия
Analog Devices Inc. (Великобритания)	Общественная коммерческая организация	Автоматизация производства и контроля, производственное и научное оборудование, телекоммуникации, аэрокосмические приложения, контроль среды	Производитель, исследовательская лаборатория, центр разработки; проводит исследования и анализ надежности и отказа	Сенсоры ускорения Гироскопы  Переключатели  Реле Микрозеркала	Технология • объемной микро-механики, подложка: Si; • поверхностной микро-механики, подложка: Si; • поверхностной микро-механики, активный слой: Si, Si*	Оптические приложения МЭМС

Название учреждения	Статус	Области индустрии	Род занятий/предоставляемые услуги	Разрабатываемые/производимые изделия	Используемые технологии	Особая роль в МСТ-сообществе, профилирующее направление:
Defense Evaluation and Research Agency (Великобритания)	Государственная организация	Телекоммуникации, аэрокосмические приложения, медицинские применения МЭМС, производственное и исследовательское оборудование	Производитель, исследовательская лаборатория, центр разработки, обучение и стажировка специалистов	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле Микрозеркала Микронасосы Дисплеи	Технология • объемной микромеханики, подложка: Si, кварц, стекло; • поверхностной микромеханики, подложка: Si; КНИ; кварц; стекло; • поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*; Si/Ge; КНИ	Решения для коммерческих и военных применений МСТ от идей до прототипов и производства. Поддержка разработки и производства. Оптические МЭМС
Applied Microengineering Ltd. (Великобритания)	Частная коммерческая организация	Телекоммуникации, медицинские применения МЭМС, производственное и исследовательское оборудование	Исследовательская лаборатория, центр разработки, разработка САПР для МЭМС	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле	Технология • объемной микромеханики, подложка: Si; кварц; стекло; • поверхностной микромеханики, подложка: Si; • поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*	Независимая организация, занимающаяся разработками изделий МСТ и МЭМС
Walsin Lihwa Corp. (Taiwan)	Международная организация	Телекоммуникации, медицинские приборы, производство ИС	Производитель, лаборатория по исследованию и разработке; осуществляет анализ надежности	Сенсоры давления (поставляет) Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле	Технология • объемной микромеханики, подложка: Si; эл-ты гр. III—V; стекло, металлы; • поверхностной микромеханики, подложка: Si; эл-ты гр. III—V; • поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*; эл-ты гр. III—V	Разработка высоких технологий для оптических и п/п компонентов, создание своей МСТ лаборатории
National Tsing Hua University (Taiwan)	Государственный вуз	Автоматизация производства и контроля, производственное и научное оборудование, мониторинг среды	Исследовательская лаборатория, обучение и стажировка специалистов	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Переключатели Реле Микрозеркала	Технология • объемной микромеханики, подложка: Si; • поверхностной микромеханики, подложка: Si; • поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*	Создание техники исследования и разработки изделий МСТ, техническая поддержка для нужд исследователей
ASM Lithography (Нидерланды)	Общественная коммерческая организация	Телекоммуникации, медицинские приборы, аэрокосмические приложения, производство ИС	Завод, производитель оборудования	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле Микрозеркала Дисплеи	Технология • поверхностной микромеханики, подложка: Si; эл-ты гр. III—V; • поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*; a-Si; эл-ты гр. III—V	Решения для микролитографии в производстве МСТ изделий



Название учреждения	Статус	Области индустрии	Род занятий/предоставляемые услуги	Разрабатываемые/производимые изделия	Используемые технологии	Особая роль в МСТ-сообществе, профилирующее направление:
Institute of Electron Technology (Польша)	Исследовательский центр	Производство ИС	Исследовательская лаборатория, производитель изделий МСТ, разработка САПР для МЭМС, тестирование, обучение и стажировка специалистов	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Переключатели Реле Микромоторы Микронасосы Микрозеркала	Технология <ul style="list-style-type: none"> <li>• объемной микромеханики, подложка: Si;</li> <li>• поверхностной микромеханики, подложка: Si;</li> <li>• поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*</li> </ul>	Не указано
Cooperative Research Center For MicroTechnology (Австралия)	Исследовательский центр	Автоматизация производства и контроля, производственное и научное оборудование, телекоммуникации, аэрокосмические приложения, контроль среды, системы безопасности	Исследовательская лаборатория, центр разработки, обучение и стажировка специалистов	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Переключатели Реле Гироскопы Микромоторы Микронасосы Микрозеркала Дисплеи	Технология <ul style="list-style-type: none"> <li>• объемной микромеханики, подложка: Si; эл-ты гр. III—V; стекло; металлы; керамика; кварц;</li> <li>• поверхностной микромеханики, подложка: Si; эл-ты гр. III—V;</li> <li>• поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*; эл-ты гр. III—V; a-Si; Si/Ge</li> </ul>	Тесное сотрудничество с производителями, исследования в различных областях МСТ
Royal Philips Electronics N. V. (Нидерланды)	Частная коммерческая организация	Телекоммуникации, компьютерная периферия, медицинские приложения	Исследовательская лаборатория	Сенсоры ускорения Переключатели	Технология <ul style="list-style-type: none"> <li>• объемной микромеханики, подложка: Si; стекло; керамика; кварц;</li> <li>• поверхностной микромеханики, подложка: Si;</li> <li>• поверхностной микромеханики, активный слой: Si*</li> </ul>	Создание новых электронных продуктов с высокой степенью интеграции на основе технологии тонких и толстых полимеров, МСТ переключателей
Yokogawa Electric Corporation (Япония)	Частная коммерческая организация	Автоматизация контроля и производства, производственное и научное оборудование, телекоммуникации, контроль среды, оборудование для офисов и компьютерная периферия	Производитель МСТ, производитель оборудования	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле Микрозеркала Дисплеи	Технология <ul style="list-style-type: none"> <li>• объемной микромеханики, подложка: Si;</li> <li>• поверхностной микромеханики, подложка: Si;</li> <li>• поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*</li> </ul>	Разработка кремниевых датчиков давления для коммерческих применений на протяжении 10 лет
Saab MicroTech AB (Швеция)	Частная коммерческая организация	Телекоммуникации, аэрокосмические приложения, медицинские применения МЭМС	Производитель, исследовательская лаборатория, центр разработки, проводит исследования и анализ надежности и отказа, обучение и стажировка специалистов	Сенсоры давления Сенсоры ускорения Гироскопы Переключатели Реле Микрозеркала Дисплеи	Технология <ul style="list-style-type: none"> <li>• объемной микромеханики, подложка: Si; эл-ты гр. III—V; стекло;</li> <li>• поверхностной микромеханики, подложка: Si;</li> <li>• поверхностной микромеханики, активный слой: Si; Si*; эл-ты гр. III—V</li> </ul>	Разработка изделий МСТ для телекоммуникаций, поддержка проектов от идеи до окончательного продукта

Выделить лидера из перечисленных выше организаций пока не представляется возможным из-за нехватки объективной информации, такой как объемы продаж изделий МСТ, номенклатура выпускаемых или разрабатываемых изделий. Так же сложно определить критерии, по которым следует выделять лидера. Из вышеперечисленных организаций следует уделить больше внимания следующим компаниям США: IntelliSense Corporation, Center for Automation Technologies и Великобритании: Analog Devices Inc. Applied Microengineering Ltd, поскольку у этих организаций имеются свои

разработки в области МСТ и они являются производителями изделий МСТ.

#### Список литературы

1. Климов Д. М., Васильев А. А., Лучинин В. В., Мальцев П. П. Перспективы развития микросистемной техники в XXI веке // Микросистемная техника. 1999. № 1. С. 3—6.
2. Peterson K. E. // Proc / IEEE. 1982. № 70. P. 420—457.
3. NEXUS. Market analysis for microsystems, 1996—2002 // MST News. 1998. № 3. P. 38—41.
4. Бочаров Л. Ю., Мальцев П. П. Состояние и перспективы развития микроэлектромеханических систем за рубежом. Микросистемная техника. 1999. № 1. С. 41—46.

## МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МСТ

УДК 548.25

**В. С. Аврутин**, канд. физ.-мат. наук,  
**В. Г. Бешенков**, канд. физ.-мат. наук,  
**А. Ф. Вяткин**, д-р физ.-мат. наук,  
**А. Г. Знаменский**,  
**Н. Ф. Изюмская**, канд. физ.-мат. наук,  
**В. А. Марченко**, канд. физ.-мат. наук,  
**О. А. Солтанович**,

Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особо чистых материалов РАН  
(Московская обл., п. Черноголовка)

### ЭПИТАКСИАЛЬНЫЕ СТРУКТУРЫ КРЕМНИЙ-НА-ДИЭЛЕКТРИКЕ С ИЗОЛЯТОРОМ ИЗ ОКСИДА ЦИРКОНИЯ, СТАБИЛИЗИРОВАННОГО ИТТРИЕМ

*Разработана технология эпитаксиального роста структур  $Si/YSZ/Si(100)$  и  $Si/YSZ/SiO_2/Si(100)$ . Проведены исследования их диэлектрических свойств. Обнаружено, что создание прослойки  $SiO_2$  между эпитаксиальным слоем фианита и кремниевой подложкой существенно улучшает диэлектрические характеристики структур кремний-на-диэлектрике. Напряжение пробоя для структур  $YSZ/SiO_2/Si(100)$  (40 нм YSZ, 80 нм  $SiO_2$ ) увеличивалось до 30 В для площадки 1 мм<sup>2</sup> по сравнению с 5 В для структур  $Si/YSZ/Si(100)$ .*

Структуры кремний-на-диэлектрике вызывают значительный интерес в связи с развитием трехмерных БИС, высокоскоростных приборов и приборов, работающих в экстремальных условиях. В

качестве изолятора в структурах кремний-на-диэлектрике представляется перспективным использовать эпитаксиальный оксид циркония, стабилизированный оксидом иттрия (фианит — YSZ). Преимущества такого подхода состоят, прежде всего, в совместимости со стандартной кремниевой технологией и возможностью выращивать эпитаксиальные структуры Si/YSZ/Si при относительно низких температурах.

Эпитаксиальные пленки фианита были выращены методом внеосевого высокочастотного магнетронного распыления монокристаллической фианитовой мишени ( $ZrO_2 + 12\%$  мол.  $Y_2O_3$ ) на подложках Si(100). Легированный оксидом иттрия оксид циркония стабилен в кубической фазе и имеет более близкий к кремнию параметр решетки, чем чистый оксид циркония. Ранее нами было обнаружено [1], что эпитаксиальное зарождение пленок фианита на Si(100) возможно только при наличии на поверхности подложки тонкого оксидного слоя. В случае осаждения сразу в смеси  $Ag + O_2$  на кремний с поверхностью, очищенной от оксида, эпитаксиального роста не происходит.

Были исследованы два типа оксидных пленок — естественные и химически выращенные слои толщиной 2—3 и 1—2 нм соответственно. Эпитаксиальный рост YSZ проводили в два этапа. На первом этапе тонкий (0,6 нм) слой YSZ осаждали на подложку в атмосфере Ag при ~800 °С для раскисления слоя  $SiO_2$  металлическими атомами мишени. На этом этапе атомы металла взаимодействуют со слоем  $SiO_2$  по реакции типа  $Zr + SiO_2 \rightarrow ZrO_2 + ZrSi_2$ . Длительность первого этапа (напыление с недостатком кислорода) зависит от толщины оксида на поверхности кремния: необходимо удалить слой  $SiO_2$ , но не допустить существенного взаимодейст-

Выделить лидера из перечисленных выше организаций пока не представляется возможным из-за нехватки объективной информации, такой как объемы продаж изделий МСТ, номенклатура выпускаемых или разрабатываемых изделий. Так же сложно определить критерии, по которым следует выделять лидера. Из вышеперечисленных организаций следует уделить больше внимания следующим компаниям США: IntelliSense Corporation, Center for Automation Technologies и Великобритании: Analog Devices Inc. Applied Microengineering Ltd, поскольку у этих организаций имеются свои

разработки в области МСТ и они являются производителями изделий МСТ.

#### Список литературы

1. Климов Д. М., Васильев А. А., Лучинин В. В., Мальцев П. П. Перспективы развития микросистемной техники в XXI веке // Микросистемная техника. 1999. № 1. С. 3—6.
2. Peterson K. E. // Proc / IEEE. 1982. № 70. P. 420—457.
3. NEXUS. Market analysis for microsystems, 1996—2002 // MST News. 1998. № 3. P. 38—41.
4. Бочаров Л. Ю., Мальцев П. П. Состояние и перспективы развития микроэлектромеханических систем за рубежом. Микросистемная техника. 1999. № 1. С. 41—46.

## МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МСТ

УДК 548.25

**В. С. Аврутин**, канд. физ.-мат. наук,  
**В. Г. Бешенков**, канд. физ.-мат. наук,  
**А. Ф. Вяткин**, д-р физ.-мат. наук,  
**А. Г. Знаменский**,  
**Н. Ф. Изюмская**, канд. физ.-мат. наук,  
**В. А. Марченко**, канд. физ.-мат. наук,  
**О. А. Солтанович**,  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особо чистых материалов РАН  
(Московская обл., п. Черноголовка)

### ЭПИТАКСИАЛЬНЫЕ СТРУКТУРЫ КРЕМНИЙ-НА-ДИЭЛЕКТРИКЕ С ИЗОЛЯТОРОМ ИЗ ОКСИДА ЦИРКОНИЯ, СТАБИЛИЗИРОВАННОГО ИТТРИЕМ

*Разработана технология эпитаксиального роста структур  $Si/YSZ/Si(100)$  и  $Si/YSZ/SiO_2/Si(100)$ . Проведены исследования их диэлектрических свойств. Обнаружено, что создание прослойки  $SiO_2$  между эпитаксиальным слоем фианита и кремниевой подложкой существенно улучшает диэлектрические характеристики структур кремний-на-диэлектрике. Напряжение пробоя для структур  $YSZ/SiO_2/Si(100)$  (40 нм YSZ, 80 нм  $SiO_2$ ) увеличивалось до 30 В для площадки 1 мм<sup>2</sup> по сравнению с 5 В для структур  $Si/YSZ/Si(100)$ .*

Структуры кремний-на-диэлектрике вызывают значительный интерес в связи с развитием трехмерных БИС, высокоскоростных приборов и приборов, работающих в экстремальных условиях. В

качестве изолятора в структурах кремний-на-диэлектрике представляется перспективным использовать эпитаксиальный оксид циркония, стабилизированный оксидом иттрия (фианит — YSZ). Преимущества такого подхода состоят, прежде всего, в совместимости со стандартной кремниевой технологией и возможностью выращивать эпитаксиальные структуры  $Si/YSZ/Si$  при относительно низких температурах.

Эпитаксиальные пленки фианита были выращены методом внеосевого высокочастотного магнетронного распыления монокристаллической фианитовой мишени ( $ZrO_2 + 12\%$  мол.  $Y_2O_3$ ) на подложках  $Si(100)$ . Легированный оксидом иттрия оксид циркония стабилен в кубической фазе и имеет более близкий к кремнию параметр решетки, чем чистый оксид циркония. Ранее нами было обнаружено [1], что эпитаксиальное зарождение пленок фианита на  $Si(100)$  возможно только при наличии на поверхности подложки тонкого оксидного слоя. В случае осаждения сразу в смеси  $Ag + O_2$  на кремний с поверхностью, очищенной от оксида, эпитаксиального роста не происходит.

Были исследованы два типа оксидных пленок — естественные и химически выращенные слои толщиной 2—3 и 1—2 нм соответственно. Эпитаксиальный рост YSZ проводили в два этапа. На первом этапе тонкий (0,6 нм) слой YSZ осаждали на подложку в атмосфере  $Ag$  при  $\sim 800^\circ C$  для раскисления слоя  $SiO_2$  металлическими атомами мишени. На этом этапе атомы металла взаимодействуют со слоем  $SiO_2$  по реакции типа  $Zr + SiO_2 \rightarrow ZrO_2 + ZrSi_2$ . Длительность первого этапа (напыление с недостатком кислорода) зависит от толщины оксида на поверхности кремния: необходимо удалить слой  $SiO_2$ , но не допустить существенного взаимодейст-

вия металлических компонентов YSZ с неокисленным кремнием. На втором этапе слой YSZ выращивали путем распыления YSZ мишени в кислородсодержащей атмосфере ( $\text{Ar} + \text{O}_2$ ) при температуре подложки  $780\text{--}800\text{ }^\circ\text{C}$ , давлении  $\text{Ar}$   $0,5\text{ МПа}$  и парциальном давлении кислорода  $3 \cdot 10^{-2}\text{ Па}$ . Предполагается, что на ранней стадии в начале данного этапа происходит окисление образовавшегося ранее силицида с уменьшением его толщины, что и допускает передачу кристаллической информации от кремния к растущей пленке. Однако для прояснения механизма эпитаксиального роста YSZ на кремнии требуются дальнейшие исследования.

Элементный состав поверхности, однородность распределения элементов в пленке, элементный состав и ширина границы раздела определялись методом оже-спектроскопии (спектрометром JAMP-10S). Совершенство кристаллической структуры получаемых пленок фианита контролировалось методом дифракции быстрых электронов на отражение, реализуемом на электронографе ЭР-100. Полученные структуры исследовали также методами оптической и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Обнаружено, что пленки YSZ, выращенные на Si-подложках с натуральным оксидом, содержат неоднородности размерами порядка нескольких микрон и не отличаются высоким структурным совершенством. Мы предполагаем, что эти дефекты образуются в результате взаимодействия атомов Zr и Y с Si-подложкой, так как естественный оксид очень неоднороден по толщине. Напротив, использование подложек, покрытых слоем химического оксида, приводит к значительному уменьшению концентрации этих дефектов. Пленки фианита, выращенные на таких подложках, обладают хорошим кристаллическим совершенством и гладкой поверхностью (рис. 1, а, см. третью сторону обложки). Поэтому в дальнейших исследованиях мы использовали только пленки YSZ, выращенные на подложках с химическим оксидом. Были выращены пленки толщиной 40 и 80 нм.

Изготовленные таким образом структуры YSZ/Si(100) переносились в ростовую камеру установки молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ). Для очистки поверхности перед эпитаксиальным ростом структуры обезгаживались в сверхвысоком вакууме ( $\sim 1,3 \cdot 10^{-8}\text{ Па}$ ) при температуре  $550\text{--}580\text{ }^\circ\text{C}$

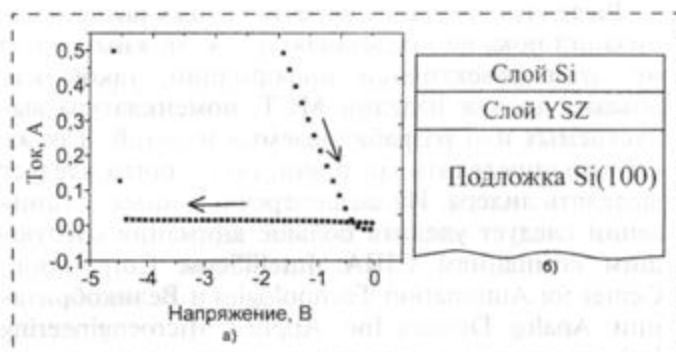


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики (а) и схематическое изображение структуры Si/YSZ/Si(100) (б). Измерения проводились на площадке

в течение 2—3 ч и затем прогревались при  $\sim 1000\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 2 мин. Более длительное время прогрева приводило к испарению пленки YSZ. Пленки Si толщиной 100—300 нм были выращены при скорости напыления  $1,5\text{--}2\text{ нм/мин}$ . Давление остаточных газов во время роста составляло менее  $1,3 \cdot 10^{-6}\text{ Па}$ . Чтобы найти режимы МЛЭ, оптимальные с точки зрения получения пленок Si с хорошим кристаллическим совершенством и гладкой поверхностью, температура подложки варьировалась в диапазоне от  $530\text{ до }760\text{ }^\circ\text{C}$ . Исследование полученных слоев методом дифракции быстрых электронов (ДБЭ) показало, что все пленки Si, выращенные на YSZ/Si(100) подложках, являются монокристаллическими (рис. 1, б, см. третью сторону обложки) и что чем ниже температура роста, тем более гладкая получается поверхность пленки.

Были проведены исследования диэлектрических свойств полученных образцов [3]. Измерения вольт-амперных характеристик (ВАХ) структур YSZ/Si(100) и Si/YSZ/Si(100) проводились в точке и на площадке, т. е. использовались два типа контактов к верхним сторонам структур:

- тонкая золотая проволока;
- контактная площадка диаметром  $1\text{ мм}^2$ , представляющая собой Al пленку, напыленную через Ta маску.

Контакты к обратным сторонам кремниевых пластин в обоих случаях изготавливались из эвтектического In-Ga сплава. Напряжения пробоя, измеренные на структурах YSZ/Si(100) и Si/YSZ/Si(100), были одинаковы. В качестве примера на рис. 2 по-

Электрические характеристики структур YSZ/Si(100) и YSZ/SiO<sub>2</sub>/Si(100)

Образец	Электрод	Общая толщина, нм	Напряжение пробоя, В	Напряженность электрического поля пробоя, В/см	Сопротивление утечки, определенное из положительного участка ВАХ, ГОм
YSZ/Si	Точка	40	16	$4,0 \cdot 10^6$	30
YSZ/Si	Площадка	40	5	$1,25 \cdot 10^6$	2
YSZ/SiO <sub>2</sub> /Si	Точка	120	80	$6,67 \cdot 10^6$	30
YSZ/SiO <sub>2</sub> /Si	Площадка	120	30	$2,5 \cdot 10^6$	10

казаны ВАХ одной из структур, а напряжения пробоя, измеренные в точке и на площадке, приведены в таблице.

Для увеличения напряжения пробоя исследуемых структур были изготовлены структуры, содержащие слой  $\text{SiO}_2$ , расположенный между слоем YSZ и Si-подложкой. Достаточно высокая ионная проводимость фианита при температурах роста позволяет в процессе его осаждения проводить анодно-плазменное окисление кремния под растущей пленкой, подавая на подложку смещение, более положительное, чем плазменный потенциал (около 3 В) и обеспечивающее движение отрицательных ионов кислорода сквозь выращенную пленку фианита в направлении кремниевой подложки [2]. Были получены структуры  $\text{YSZ/SiO}_2/\text{Si}(100)$  и  $\text{Si/YSZ/SiO}_2/\text{Si}(100)$  как с использованием плазменного анодирования, так и обычным термическим окислением на воздухе при температуре 1000 °С в течение 20 мин. Во всех случаях толщина "вложенного" слоя  $\text{SiO}_2$  составляла 80 нм. Кристаллическая структура верхнего слоя фианита при этом не ухудшается.

На рис. 3 (см. третью сторону обложки) приведена ВАХ структуры с "вложенным" оксидным слоем, полученным методом плазменного анодирования. Видно, что слой  $\text{SiO}_2$ , сформированный между фианитовой пленкой и подложкой, значительно улучшает диэлектрические свойства структуры. В таблице суммируются результаты анализа ВАХ структур обоих типов. Следует отметить, что диэлектрические характеристики структур, полученные при измерении на площадке, хуже, чем характеристики, полученные при измерении в точке. Это можно объяснить наличием дефектов в пленке YSZ, которые образуют "слабые" места. Электрод в виде контактной площадки диаметром 1 мм<sup>2</sup> обычно накрывает несколько дефектов, тогда как точечный контакт может попасть в бездефектное место. На рис. 4 (см. третью сторону обложки) показано изображение поверхности пленки YSZ, содержащей такие дефекты, полученное в сканирующем электронном микроскопе. По нашему мнению, эти

дефекты образуются в результате загрязнения поверхности кремниевых подложек или/и из-за образования зерен силицида на начальной стадии роста фианитовой пленки. Создание подслоя  $\text{SiO}_2$  изолирует дефектный слой YSZ от подложки, что приводит к улучшению диэлектрических характеристик.

\*\*\*

Таким образом, была разработана технология эпитаксиального роста структур  $\text{Si/YSZ/Si}(100)$  и  $\text{Si/YSZ/SiO}_2/\text{Si}(100)$ . Проведены исследования диэлектрических свойств этих структур. Обнаружено, что создание прослойки  $\text{SiO}_2$  между эпитаксиальным слоем фианита и кремниевой подложкой существенно улучшает диэлектрические характеристики структур кремний-на-диэлектрике. Электрические измерения композиций  $\text{YSZ/SiO}_2/\text{Si}$  при толщине дополнительного слоя  $\text{SiO}_2$  80 нм продемонстрировали рост пробивных напряжений. Этот эффект объясняется наличием дефектов в пленках фианита, которые образуются из-за загрязнения поверхности кремниевых подложек или/и из-за образования зерен силицида на начальной стадии роста фианитовой пленки. Создание подслоя  $\text{SiO}_2$  изолирует дефектный слой фианита от подложки, что приводит к улучшению диэлектрических характеристик структуры.

Данная работа была выполнена в рамках контракта с Министерством Промышленности и Науки № 204-3(00)-П.

#### Список литературы

1. Beshenkov V. G., Znamenskii A. G. and Marchenko V. A. Perfect Fianit Films ( $\text{ZrO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3$ ) on Silicon (100) // Surface Investigation. 1998. V. 14. P. 61–65.
2. Beshenkov V. G., Marchenko V. A. and Znamenskii A. G. Silicon Anodic-Plasma Oxidation During Magnetron Sputtering of Yttria-Stabilized Zirconia // Appl. Phys. Lett. 1994. V. 65. P. 156–158.
3. Beshenkov V. G., Marchenko V. A., Znamenskii A. G., Vyatkin A. F., Avrutin V. S. and et. MBE Growth of the Top Layer in  $\text{Si/YSZ/Si}$  Structure // NATO Workshop "Progress in Semiconductor-On-Insulator Structures and Devices Operating at Extreme Conditions" at Kyiv, Ukraine, October 15–20, 2000.

## INTERMATIC—2002

### МЕЖДУНАРОДНАЯ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ "МАТЕРИАЛЫ, КОМПОНЕНТЫ И ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ"

Конференция состоялась 5–8 июня 2002 г. (Москва)

#### Организаторы:

МОСКВСКИЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ ПРОМЫШЛЕННЫЙ ФОРУМ "MIIF—2002"; РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК;  
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ИНСТИТУТ РАДИОТЕХНИКИ, ЭЛЕКТРОНИКИ И АВТОМАТИКИ  
(ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ)

#### Заседания проводились по секциям:

- Новые материалы и компоненты твердотельной электроники.
  - Электронные компоненты, датчики и приборы,
  - Высокие технологии, оборудование и диагностика.

УДК 541.64

**М. А. Брук**, д-р хим. наук, проф.,  
**Е. Н. Жихарев\***, **А. В. Спириин**,  
**В. А. Кальнов\***, канд. техн. наук,  
 Государственный научный центр РФ  
 Научно-исследовательский физико-химический  
 институт им. Л. Я. Карпова,  
 \*Физико-технологический институт РАН, Москва

## СУХОЙ ОДНОСТАДИЙНЫЙ МЕТОД НАНЕСЕНИЯ ТОНКИХ ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК НА ПОДЛОЖКИ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ ПУТЕМ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ МОНОМЕРОВ ИЗ ПАРОВОЙ ФАЗЫ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ЭЛЕКТРОННОГО ЛУЧА

*Рассмотрен метод нанесения тонких полимерных пленок на поверхность твердых подложек путем полимеризации мономеров из паровой фазы под действием пучка электронов с энергией 1–100 кэВ. Получены однородные сплошные пленки из полиметилметакрилата, полиметилакрилата, политетрафторэтилена, полистирола, полибутадиена различной толщины (0,1–10 мкм) на пластинах кремния, нитрида кремния, золота и других подложках.*

Тонкие (микрометровые) и сверхтонкие (нанометровые) полимерные слои на твердых подложках (в дальнейшем TPL — Thin Polymer Layers) находят все более широкое применение в науке и технологии. Области их использования охватывают микроэлектронику (полимерные резисты в производстве интегральных схем, диэлектрические, защитные и другие функциональные слои), сенсорные технологии, нелинейную оптику и т. д.

Сравнительно новым, весьма перспективным направлением нанесения TPL является полимеризация мономеров непосредственно на поверхности твердых подложек. В данной статье рассматриваются процессы нанесения TPL методом полимеризации из паровой фазы под действием электронного луча при энергии электронов в пучке 1–100 кэВ. Ниже этот метод будем называть методом E-VDP (E-beam Vapour Deposition Polymerization).

Из технологических особенностей этого метода можно отметить: 1) отсутствие органических растворителей; 2) возможность нанесения полимерного слоя избирательно, лишь на те участки поверхности подложки, которые экспонированы иницирующим пучком; 3) широкие возможности автоматического управления параметрами электронного пучка и, соответственно, скоростью на-

несения, топологией и свойствами формирующихся полимерных слоев.

Прикладные задачи, для решения которых можно эффективно использовать процессы E-VDP, целесообразно разделить на два основных направления: 1) нанесение на подложки сплошных полимерных слоев с нужными свойствами; 2) нанесение по заданной программе линий (или точек) для получения изображения литографической маски или других функциональных слоев, а также изображения в системах записи информации.

Основной задачей работ по первому направлению, по-видимому, является получение технологических и иных преимуществ перед традиционными методами нанесения TPL, в частности, растворными. Значительные технологические отличия метода E-VDP от традиционных не требуют комментариев. Особо отметим, что методом E-VDP могут быть получены TPL из тех полимеров, для которых растворные методы нанесения неприменимы, например из политетрафторэтилена (ПТФЭ), нерастворимого в обычных растворителях. В то же время TPL на основе ПТФЭ, обладающего уникальным комплексом свойств и, в частности, сочетающего предельно низкую диэлектрическую проницаемость ( $\epsilon = 1,9 \div 2,0$ ) с высокой хемо- и термостойкостью, представляют значительный практический интерес, в частности, для получения межслоевой изоляции в многослойных изделиях микроэлектроники и в некоторых других областях.

Использование метода E-VDP в работах по второму направлению — для нанесения изображения в микролитографии и при других применениях позволяет сделать этот процесс сухим и одностадийным и, по-видимому, позволит получить разрешения 0,05–0,07 мкм.

Сколько-нибудь систематические исследования процессов нанесения TPL методом E-VDP нам неизвестны. В то же время очевидно, что создание парофазной полимеризационной технологии нанесения TPL (как в виде сплошных пленок, так и в виде изображения с высоким разрешением), принципиально отличающейся от традиционных, может открыть значительные новые возможности в ряде областей техники.

Нанесение сплошных TPL путем VDP, инициируемой УФ-светом, изучалось в серии работ, результаты которых рассмотрены в обзоре [1] и в работе [2]. Были получены TPL на основе ряда виниловых и диеновых мономеров. Скорости роста пленок обычно не превышали 10–50 нм/мин. Толщина пленок составляла обычно 100–1000 нм. При приемлемых скоростях роста для большинства систем характерен весьма сильный разогрев подложек, достигающий 100 °C и более. Соответственно, без специального охлаждения подложек скорости роста пленок были обычно весьма малы.

Мы полагаем, что использование для иницирования VDP электронного луча открывает значительные новые возможности для полимеризационного синтеза TPL как в виде сплошных пленок, так и при нанесении высокоразрешающего изображения.

В данной статье рассматриваются результаты по нанесению методом E-VDP сплошных TPL на подложки различных типов.

### Методика эксперимента

Синтез TPL проводили в металлической вакуумной ячейке, помещенной непосредственно в камеру сканирующего электронного микроскопа "Camscan". Электроны с энергией 20 или 40 кэВ вводили в ячейку через тонкую (0,5 мкм) полимерную мембрану размером  $2 \times 2$  мм в виде расходящегося пучка. Условия эксперимента обеспечивали эффективный сток заряда с поверхности пластины, на которую наносили полимерную пленку. Откачку ячейки с пластиной до вакуума  $10^{-4}$  Торр и процесс полимеризации проводили при комнатной температуре. Пары мономера вводили в ячейку из питателя с жидким мономером, температура которого была ниже комнатной. Давление паров мономера (1–30 Торр) и ток в пучке электронов (1–6 мкА) в ходе опыта оставались постоянными. Полимерный слой на пластине формировался в виде пятна диаметром 4–5 или 8–10 мм в зависимости от расстояния между пластиной и мембраной. В центральной части пятна диаметром 2–3 мм плотность потока падающего излучения была максималь-

ной и распределялась достаточно однородно (в различных опытах она составляла от 0,5 до 10 Вт/см<sup>2</sup>).

По окончании облучения пластину с образовавшейся на ней полимерной пленкой вынимали из ячейки и снова помещали в электронный микроскоп Camscan и интерференционный микроскоп для исследования структуры пленки и определения ее толщины по высоте стенки предварительно нанесенной царапины.

В качестве подложек использовали пластины из монокристаллического Si или Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, пластины из Si с поверхностным слоем SiO<sub>2</sub> толщиной около 0,1 мкм, те же пластины с напыленным на них слоем металла (Au, W и др.) толщиной около 0,1 мкм. В качестве мономеров использовали метилметакрилат (ММА), стирол (С), метилакрилат (МА), тетрафторэтилен (ТФЭ), бутадиев (БД), метакриловую кислоту (МАК) и др.

### Результаты и обсуждение

С использованием рассмотренной выше методики нами были синтезированы TPL из полиметилметакрилата (ПММА), полиметилакрилата (ПМА), полистирола (ПС), политетрафторэтилена (ПТФЭ), полибутадиев (ПБ) и др. толщиной 0,1–10 мкм на различных твердых подложках из перечисленных выше. В подавляющем большинстве экспериментов нанесенные TPL представляли собой сплошные, довольно однородные полимерные пленки (рис. 1, а–в).

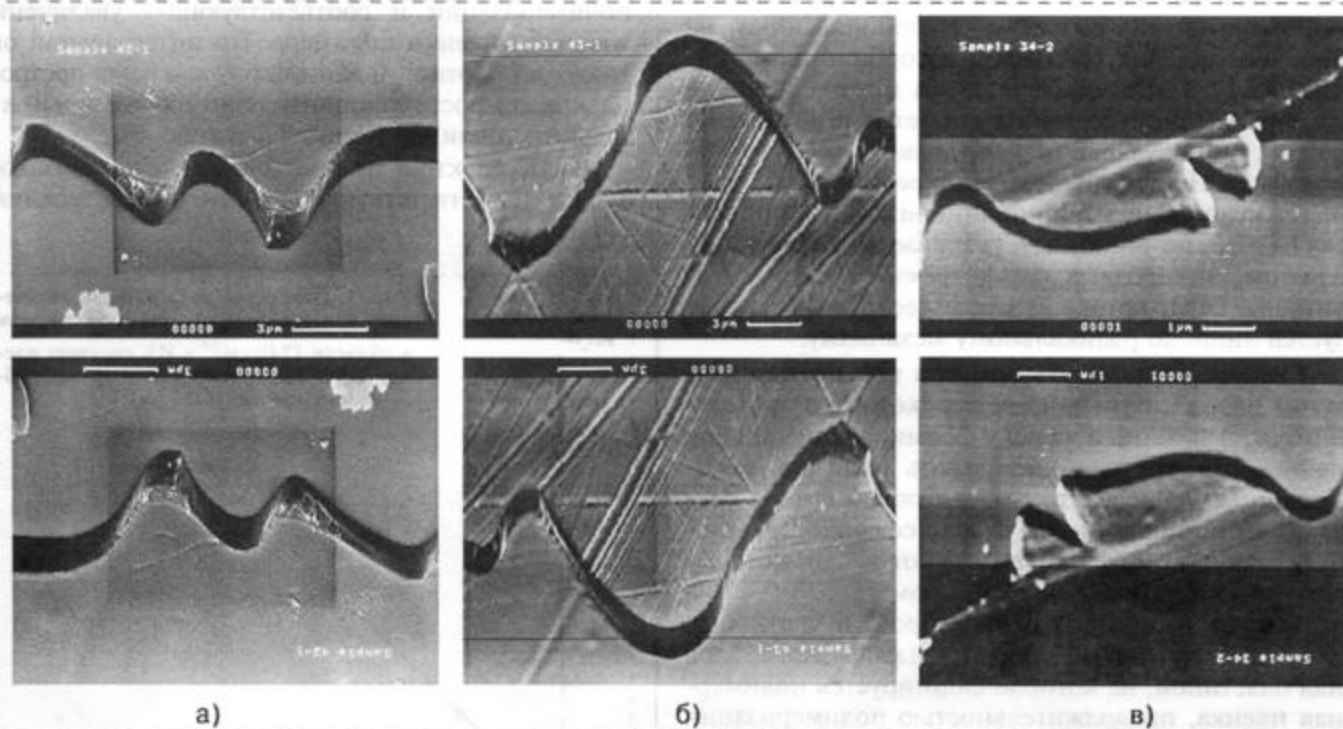


Рис. 1. Электронные микрофотографии поверхности и скела полимерных пленок, нанесенных методом E-VDP: а — политетрафторэтилен на пластине кремния; б — политетрафторэтилен на пластине нитрида кремния с нанесенным на нее слоем золота; в — полиметилметакрилат на пластине кремния

## Средние скорости роста полимерных пленок в процессах E-VDP

Мономер	Давление паров, Торр	Ток в пучке, мкА	Энергия электронов, кэВ	Толщина пленки, мкм	Средняя скорость роста пленки, нм/(мкА · мин)
MMA	10	1	40	0,15	6,5
"—"	10	2	20	0,15	6,5
MA	10	6	20	4	56
C	5	6	40	2	8
БД	20	5	40	0,6	6
ТФЭ	7	6	20	0,85	6,7

Примерные скорости роста пленок  $W_p$  приведены в таблице. Во всех случаях  $W_p$  увеличиваются с возрастанием давления паров мономера ( $p$ ) и плотности потока электронов в пучке ( $i$ ) и слабо зависят от природы подложки. Было установлено, что для изученных процессов E-VDP характерно наличие начального участка автоускорения (индукционного периода), продолжительность которого уменьшается с ростом  $p$  и  $i$ . Последующий рост пленок протекает с примерно постоянной скоростью.

Хотя специального изучения механизма процессов E-VDP в данной работе не проводилось, можно полагать, что в изученных нами условиях полимеризация инициируется в основном радикальными центрами и протекает по адсорбционно-му (сорбционному) механизму [3].

Для адсорбционного механизма полимеризации характерно присоединение к находящемуся на поверхности растущему активному центру молекул мономера, предварительно адсорбированных на поверхности. Альтернативой адсорбционному является так называемый ударный механизм, когда молекула мономера присоединяется к активному центру при соударении непосредственно из газовой фазы. На преимущественно радикальную природу активных центров полимеризации в процессах E-VDP, по-видимому, указывает ингибирующее влияние кислорода, а также эффективная полимеризация ТФЭ, который, как известно, полимеризуется лишь по радикальному механизму.

Следует подчеркнуть, что при повышении давления паров мономеров сверх некоторого предельного ( $p_{пр}$ ) заметный вклад в формирование пленок на поверхности начинает давать полимер, образующийся непосредственно в газовой фазе и оседающий на поверхность в виде сферических глобул, размер которых колеблется от нескольких десятых долей до нескольких микрометров. Значения  $p_{пр}$  определяются рядом факторов, в частности, природой мономера, высотой газовой фазы над пластиной, на которой формируется полимерная пленка, продолжительностью полимеризации и обычно составляет 10–20 Торр. В данной статье преимущественно рассматриваются результаты, полученные в условиях, когда газозапасный полимер



Рис. 2. ИК-спектры пропускания пленок политетрафторэтилена, нанесенных на поверхность пластины кремния ( $D$  — оптическая плотность;  $\lambda$  — волновое число). Спектры 1, 2, 3 соответствуют временам облучения 8, 16 и 28 мин

не давал сколько-нибудь заметного вклада в формирование пленок на поверхности пластины.

Для пленок из ПТФЭ, полученных методом E-VDP, были сняты ИК-спектры (рис. 2). В спектрах пропускания видна широкая полоса в области 1150–1350  $\text{см}^{-1}$  с максимумом 1230–1250  $\text{см}^{-1}$ , соответствующая валентным колебаниям связей C—F в  $\text{CF}_2$ -группах полимера. Интенсивность этой полосы возрастает при увеличении времени полимеризации и соответствующем увеличении толщины пленки полимера. По интегральной оптической плотности данной полосы была построена кривая роста толщины полимерной пленки в процессе полимеризации ТФЭ (рис. 3).

В ИК-спектрах на рис. 2 заметна также полоса 980  $\text{см}^{-1}$ , соответствующая валентным колебаниям

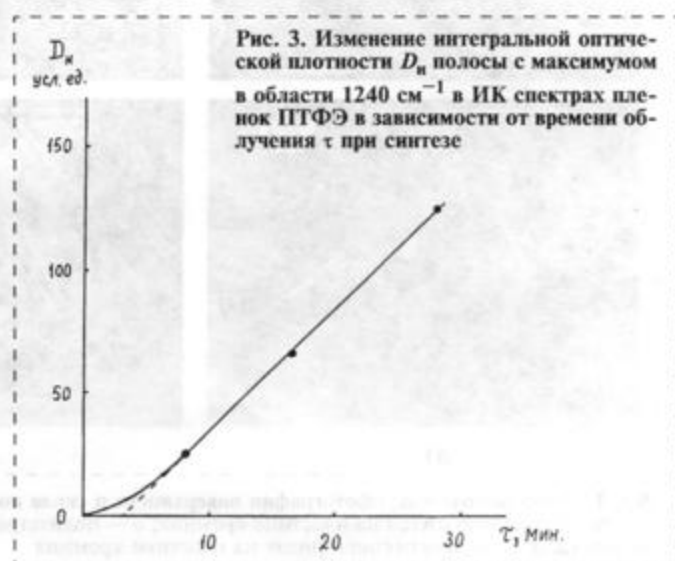


Рис. 3. Изменение интегральной оптической плотности  $D_\lambda$  полосы с максимумом в области 1240  $\text{см}^{-1}$  в ИК спектрах пленок ПТФЭ в зависимости от времени облучения  $\tau$  при синтезе



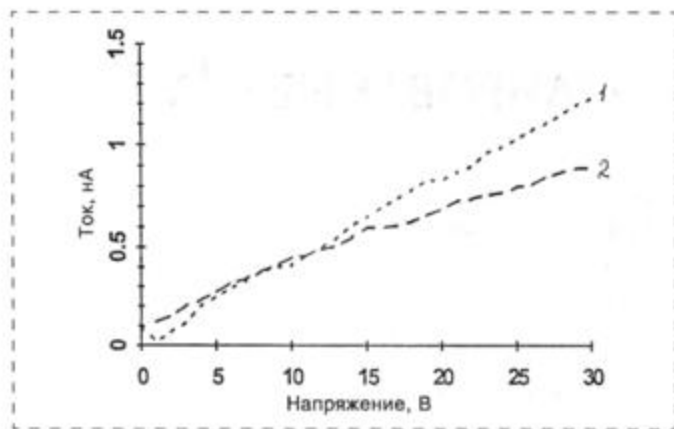


Рис. 4. Вольт-амперные характеристики в вакууме пленок политетрафторэтилена, нанесенных на поверхность пластины кремния: 1 и 2 — образцы 67 и 66; толщина пленок в обоих образцах около 1 мкм

C—F в  $CF_3$ -группах полимера. Заметим, что в образцах ПТФЭ с молекулярной массой  $10^6$ – $10^7$  полоса  $980\text{ см}^{-1}$  обычно не наблюдается. Наличие ее в регистрируемых нами ИК спектрах указывает, по всей вероятности, на низкую молекулярную массу образующегося полимера с концевыми  $CF_3$ -группами. Этот вывод подтверждается независимыми экспериментами по тренировке образующихся пленок ПТФЭ при повышенных температурах в вакууме. Оказалось, что уже при температуре  $300\text{ }^\circ\text{C}$  полимер почти полностью сублимирует с подложки.

Отсутствие в ИК спектрах пленок ПТФЭ полос, характерных для аморфной фазы ПТФЭ ( $778\text{ см}^{-1}$ ), по-видимому, указывает на высокую степень кристалличности полимера в пленках. Наблюдающийся дихроизм полосы в области  $1150$ – $1350\text{ см}^{-1}$  связан, по всей вероятности, с ориентацией кристаллитов в пленках.

Для пленок ПТФЭ толщиной около 1 мкм, нанесенных методом E-VDP на пластины из низкоомного кремния, были сняты вольт-амперные характеристики (ВАХ). При этом на пленку методом вакуумного напыления наносили тонкий слой вольфрама в виде квадрата размером  $2 \times 2\text{ мм}$ , служивший одним из электродов. Вторым электродом служила пластина кремния. ВАХ образцов ПТФЭ в вакууме приведены на рис. 4. Рассчитанное по этим данным значение удельного сопротивления пленок  $\rho$  составило приблизительно  $10^{16}\text{ Ом}\cdot\text{см}$ , что близко к значениям  $\rho$  для блочного ПТФЭ ( $10^{16}$ – $10^{17}\text{ Ом}\cdot\text{см}$ ).

В настоящее время кинетическая модель формирования и роста TPL в процессах E-VDP отсутствует. В общем случае такая модель должна вклю-

чать по крайней мере две стадии: 1) начальную нестационарную стадию роста, начинающуюся в слое мономера, адсорбированного непосредственно на поверхности подложки, и заканчивающуюся формированием сплошного полимерного слоя некоторой толщины; эта стадия может протекать с автоускорением; 2) стационарную стадию последующего роста пленки, в ходе которой толщина активной зоны реакции и скорость процесса VDP (и роста толщины пленки) не изменяются.

Следует сказать, что конформации макромолекул и многие свойства тонких слоев полимеров на поверхности могут существенно отличаться от свойств соответствующих полимеров в блоке. В некоторых системах обнаруживаются драматические изменения структуры и морфологии при изменении эффективной толщины слоя. В ряде работ установлены значительные (на десятки градусов Цельсия) смещения температуры стеклования  $T_g$  полимеров в тонких слоях. Зависимость  $T_g$  от толщины слоя и характеристик адсорбционного взаимодействия на границе с твердым телом является самостоятельной проблемой, привлекающей в последнее время значительное внимание исследователей [4]. В связи со сказанным выше можно ожидать значительных различий в сорбционно-диффузионных свойствах TPL по сравнению с полимерами в блоке, что непосредственным образом должно влиять и на процессы их формирования методом E-VDP.

\*\*\*

В заключение отметим, что в данной работе предложен "сухой" одностадийный метод нанесения тонких полимерных слоев на подложки различной природы непосредственно из мономера. Важно подчеркнуть при этом, что химический состав и свойства этих слоев задаются главным образом выбором мономера. При этом, конечно, следует учесть возможные изменения свойств этих слоев под влиянием радиолитического воздействия, которому они подвергаются в процессе нанесения.

#### Список литературы

1. Wright A. N. Photopolymerization at Surfaces. In: Polymer Surfaces. Ed. by Clark D. T. and Feast W. J. John Wiley & Sons: Chichester, 1978. P. 155–184.
2. Inoue M., Fujioka H., Sorita T., Tanaka T. Thin film formation by photoinduced vapor-phase polymerization of organic compounds. Polymer Preprints. 1987. Vol. 28. N 2. P. 332.
3. Брук М. А., Павлов С. А. Полимеризация на поверхности твердых тел. М.: Химия, 1990.
4. Forrest J. A., Dalnoki-Veress K. The Glass Transition in Thin Polymer Films. Advances of Colloid Interface Science. 2001.

# КОНСТРУИРОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ МСТ

УДК 539.219.3:620.186.84:539.373

**В. Н. Чувильдеев**, д-р физ.-мат. наук, проф.,  
**О. Э. Пирожникова**, канд. физ.-мат. наук,  
**А. В. Петряев**,  
 Нижегородский государственный университет  
 им. Н. И. Лобачевского

## МИКРОМЕХАНИЗМЫ ЗЕРНОГРАНИЧНОГО ВОЗВРАТА ПРИ ОТЖИГЕ ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИИ. ВОЗВРАТ ДИФФУЗИОННЫХ СВОЙСТВ ГРАНИЦ ЗЕРЕН

*Построена модель, позволяющая описывать наблюдаемые экспериментально изменения энергии активации зернограничной диффузии мелкозернистых поликристаллических металлов в условиях отжига после деформации. В основе модели лежат развитые авторами ранее представления теории неравновесных границ зерен. Показано, что изменения характеристик зернограничной диффузии мелкозернистых материалов связаны с "уходом" из границ зерен дефектов, внесенных в границы зерен при предварительной деформации. Получены уравнения, позволяющие описывать зависимость диффузионных характеристик границ зерен от времени и температуры отжига, а также структурных параметров материалов.*

### Введение

В серии наших работ [1–3] была предложена полуфеноменологическая теория, позволяющая описывать диффузионные свойства равновесных и неравновесных границ зерен. В работе [3] описана модель, позволяющая рассчитывать изменения диффузионных свойств границ зерен при попадании в них решеточных дислокаций. Было показано, что параметры зернограничной диффузии в границах зерен зависят от плотности накапливающихся в границе дислокаций ориентационного несоответствия и продуктов их делокализации.

В работе [4] на основе представлений, развитых в [1–3], были рассчитаны изменения диффузионных параметров границ зерен при их бомбардировке решеточными дислокациями, осуществляющими внутризеренную деформацию в условиях структурной сверхпластичности. Естественным развитием подхода [1–4] является рассмотрение задачи о диффузионном перераспределении (возврате) дефектов в границах зерен при отжиге деформиро-

ванных поликристаллов и влиянии этого процесса на физико-механические свойства металлов.

В первой части работы рассмотрены процессы возврата диффузионных свойств границ зерен.

Во второй части проанализированы закономерности возврата механических свойств при отжиге деформированных поликристаллов.

### Диффузионные свойства неравновесных границ

В работе [1] было показано, что коэффициент зернограничной диффузии  $D_b$  зависит от свободного объема границ  $\alpha$  и термодинамических констант материала:

$$D_b = D_{b0} \exp\left(-\frac{Q_b}{kT}\right); \quad (1)$$

$$Q_b = A\left(\frac{\alpha^*}{\alpha} - 1\right) + B\left(\left(\frac{\alpha^*}{\alpha}\right)^{1/2} - 1\right) + Q_L; \quad (2)$$

$$D_{b0} = \varphi D_{L0} \exp\left(C\left(\frac{\alpha^*}{\alpha} - 1\right) + F\left(\left(\frac{\alpha^*}{\alpha}\right)^{1/2} - 1\right)\right). \quad (3)$$

Здесь  $A = 2\pi(\lambda\rho b^3 + \gamma_{S/L}^0 + \gamma_0 b^2/2)/(kT_m)$ ;

$B = 4\pi\gamma_{S/L}^0 b^2/k$ ;  $C = 2\pi(\lambda\rho^3/T_m + S_{S/L} b^2)/k$ ;

$F = 4\pi S_{S/L} b^2/k$ ;  $\varphi = 0,1$ . Расшифровка обозначений и характерные числовые значения термодинамических констант материалов, входящих в соотношения (1)–(3), приведены в табл. 1.

Относительный свободный объем  $\alpha$  определяется по формуле

$$\alpha = V_b/V_m,$$

где  $V_b$  — свободный объем границ зерен в процентах;  $V_m$  — изменение объема при плавлении [1–3].

При вычислении параметров самодиффузии в равновесных границах используется значение равновесного свободного объема  $\alpha$  [1–2]. В [2, 3] было показано, что при взаимодействии границ зерен с другими дефектами свободный объем границ изменяется. В частности, при попадании в границы зерен решеточных дислокаций и делокализации их ядер в границах возникает избыточный свободный объем  $\Delta\alpha$ , пропорциональный плотности дислокаций ориентационного несоответствия  $\rho_b$  и плотности скользящих компонентов делокализованных дислокаций  $w_l$  [3]:

$$\Delta\alpha = (\rho_b \Delta b + w_l)/w_0, \quad (4)$$

Значения параметров, используемых при расчетах

Параметры	Обозначение	Al 2 мкм	Al 22 мкм	Сталь А 2,1 мкм	Сталь В 30 мкм
<b>Параметры границ раздела</b>					
Энтальпия поверхности "жидкость—кристалл" ( $kT_m/b^2$ )	$\gamma_{S/L}^0$	1,16		0,8	
Энтропия поверхности "жидкость—кристалл" ( $k/b^2$ )	$S_{S/L}$	0,92	0,92	1,4	1,35
Свободная (поверхностная) энергия "сухих" участков границы ( $kT_m/b^2$ )	$\gamma_0$	1,5		1,6	
Критический свободный объем границы	$\alpha^*$	0,5		0,5	
Свободный объем границы	$\alpha$	0,38		0,273	
<b>Диффузионные параметры</b>					
Энергия активации самодиффузии в расплаве ( $kT_m$ )	$Q_L$	3,7		3,5	
Предэкспонента в выражении для коэффициента диффузии в расплаве, $\text{см}^2/\text{с}$	$D_{L0}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$		$8 \cdot 10^{-4}$	
<b>Подгочные параметры</b>					
Числовой множитель в выражении для времени делокализации	$A$	20		10	
Числовой множитель в выражении для времени "ухода" из границы скользящих компонент делокализованных дислокаций	$C$	0,15		140	
Начальная плотность ДОН	$\rho_b^0 \Delta b$	0,005	0,004	0,01	0
Начальная плотность скользящих компонент делокализованных дислокаций	$w_i^0$	0,006	0,006	0	0,01
<b>Кристаллографические параметры</b>					
Вектор Бюргера, см	$b$	$2,86 \cdot 10^{-8}$		$2,58 \cdot 10^{-8}$	
Ширина границы зерна	$\delta$		$2b$		
Атомный объем, $\text{см}^3$	$\Omega$	$1,66 \cdot 10^{-23}$		$1,16 \cdot 10^{-23}$	
<b>Термодинамические и упругие константы</b>					
Удельная теплота плавления	$\lambda$				
Плотность	$\rho$	$\lambda \rho b^3 = 1,96 k T_m$		$\lambda \rho b^3 = 1,5 k T_m$	
Температура плавления	$T_m$	$G \Omega / (k T_m) = 32$		$G \Omega / (k T_m) = 31$	
Модуль сдвига, МПа	$G$	$2,5 \cdot 10^4$		$6,0 \cdot 10^4$	

где  $w_0$  — числовой параметр, равный 0,1 [2, 3];  $\Delta b$  — вектор Бюргера дислокации ориентационного несоответствия.

При возникновении в границах зерен избыточного свободного объема  $\Delta \alpha$  их диффузионные характеристики изменяются. В первом приближении это изменение можно оценить, подставив в (1)–(3) вместо равновесного значения  $\alpha$  величину неравновесного свободного объема

$$\alpha^+ = \alpha + \Delta \alpha. \quad (5)$$

Выражение для энергии активации зернограничной самодиффузии  $Q_b^*$  (2) в этом случае примет вид

$$Q_b^* = A \left( \frac{\alpha^+}{\alpha + \Delta \alpha} - 1 \right) + B \left[ \left( \frac{\alpha^+}{\alpha + \Delta \alpha} \right)^{1/2} - 1 \right] + Q_L. \quad (6)$$

Величина предэкспоненциального множителя  $D_{b0}^*$  будет вычисляться по формуле (обозначения см. табл. 1):

$$D_{b0}^* = \varphi D_{L0} \times \exp \left( C \left( \frac{\alpha^+}{\alpha + \Delta \alpha} - 1 \right) + F \left( \frac{\alpha^+}{\alpha + \Delta \alpha} - 1 \right)^{1/2} \right). \quad (7)$$

При малых изменениях свободного объема границ ( $\Delta \alpha \ll \alpha$  и  $\alpha + \Delta \alpha < \alpha^*$ ) выражение для  $Q_b^*$  существенно упрощается:

$$Q_b^* = Q_b - \Delta \alpha \left( A \frac{\alpha^+}{\alpha} + \frac{B}{2} \sqrt{\frac{\alpha^+}{\alpha}} \right). \quad (8)$$

Выражение для  $D_b^*$  в случае малых  $\Delta \alpha$  принимает вид

$$D_b^* = D_b \exp(\Delta \alpha / \alpha_B), \quad (9)$$

где  $\alpha_B^{-1}$  определяется по формуле

$$\alpha_B^{-1} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\alpha^+}{\alpha}} \left[ \left( A \frac{T_m}{T} - C \right) \frac{\alpha^+}{\alpha} + \frac{1}{2} \left( B \frac{T_m}{T} - F \right) \right]. \quad (10)$$

Как видно из полученных выражений (4)–(9), диффузионные характеристики неравновесных границ зерен существенно зависят от плотности распределенных в границах дефектов.

Кинетика накопления дефектов в границах в случае, когда границы зерен непрерывно бомбардирует поток решеточных дислокаций, рассмотрена в [3]. Уравнение для плотности дислокаций ориентационного несоответствия при однородном потоке решеточных дислокаций  $I$  имеет вид

$$\dot{\rho}_b = I - \rho_b/t_1, \quad (11)$$

где  $t_1$  — время размывания ядер дислокаций ориентационного несоответствия на характерное расстояние  $r$ , равное расстоянию между соседними дислокациями ориентационного несоответствия в границе  $r = \rho_b^{-1}$ . Время  $t_1$  определяется выражением [3]

$$t_1 = A_1 kT / [(\rho_b b)^3 \delta D_b^* G]. \quad (12)$$

Уравнение, описывающее кинетику накопления скользящих компонентов делокализованных дислокаций  $w_i$ , может быть представлено в форме

$$\dot{w}_i = I - w_i/t_2. \quad (13)$$

Здесь  $t_2$  — характерное время ухода с границ зерен скользящих компонентов делокализованных дислокаций  $w_i$ , вычисляемое по формуле [3, 5]

$$t_2 = (kT/C_1) w_i (\delta G D_b^*) (d/b)^2. \quad (14)$$

В общем случае в границах зерен присутствуют оба типа указанных дефектов и для описания эволюции дефектной структуры границ зерен необходимо совместное решение уравнений (11)–(14) с учетом (4)–(10). Сравнивая значения  $t_1$  и  $t_2$  при  $I = \text{const}$ , нетрудно убедиться, что при малых размерах  $d$  зерен в границах доминируют дислокации ориентационного несоответствия  $\rho_b$ , а при больших  $d$  основную роль играют скользящие компоненты делокализованных дислокаций  $w_i$  [3].

### Описание возврата дефектной структуры и диффузионных свойств границ зерен при отжиге после деформации

Развитые выше представления позволяют перейти к описанию изменений параметров границ зерен при отжиге после деформации, т. е. к описанию процессов "возврата" свойств границ зерен к "равновесным" значениям.

Для описания процесса возврата следует воспользоваться уравнениями (11)–(14), приняв, что в условиях отжига поток дислокаций  $I$  на границы зерен из объема зерен отсутствует.

В случае  $I = 0$  уравнения (11)–(14) в приближении малых  $\Delta\alpha$  ( $\alpha + \Delta\alpha < \alpha^*$ ) принимают вид [ $C_b = D_b \delta b / (kT)$ ],

$$\dot{\rho}_b \Delta b = -[(\rho_b \Delta b)^4 / C_b] \exp[\Delta\alpha(\rho_b, w_i) / \alpha_B];$$

$$\rho_b = \rho_b^0 \quad \text{при } t = 0; \quad (15)$$

$$\dot{w}_i = [w_i^2 / C_b] \exp[\Delta\alpha(\rho_b, w_i) / \alpha_B];$$

$$w_i = w_i^0 \quad \text{при } t = 0. \quad (16)$$

Решая указанные уравнения с учетом соотношений (1)–(14), нетрудно определить зависимость плотности дефектов и в соответствии с (6) и (7) — параметров зернограницной диффузии от времени и, таким образом, описать процесс возврата диффузионных свойств.

В наиболее распространенном случае, когда плотности различных типов дефектов в границе сопоставимы ( $\rho_b \Delta b \approx w_i$ ), система уравнений (15)–(16) не имеет аналитических решений и ее необходимо решать численно. В случае, когда в границах зерен доминирует только один тип дефектов [или дислокации ориентационного несоответствия ( $\Delta\alpha = \rho_b \Delta b / w_0$ ) или скользящие компоненты делокализованных дислокаций ( $\Delta\alpha = w_i / w_0$ )], уравнения (15) и (16) существенно упрощаются. Однако их решения имеют простой вид только при  $\Delta\alpha \ll \alpha_b$ , когда выполняется соотношение  $D_b^* \approx D_b$ , что соответствует поздним стадиям возврата, когда большая часть дефектов покинула границу. В этом приближении решения могут быть представлены в виде

$$\rho_b \Delta b(t) = ((\rho_b \Delta b)^{-3} - C_b t)^{-1/3}; \quad (17)$$

$$w_i(t) = (w_0^{-1} - C_1 C_b (b/d)^2 t)^{-1}. \quad (18)$$

### Сопоставление с экспериментальными данными

**Описание экспериментальных данных.** Для сопоставления полученных выражений с экспериментом обратимся к работам [5–7], в которых весьма подробно исследованы процессы возврата диффузионных свойств при отжиге предварительно деформированного высокочистого алюминия [5, 6] и коррозионно-стойкой стали [7].

В указанных работах [5–7] для анализа кинетики возврата в границах зерен используются данные о характере протекания процесса делокализации ядер решеточных дислокаций, внесенных в границы зерен при предварительной пластической деформации. Как известно [8–9], изучение параметров процесса делокализации позволяет определять диффузионные характеристики границ зерен и, в частности, оценивать скорость изменения диффузионных свойств границ при отжиге после деформации. Поскольку указанные экспериментальные работы выполнены в рамках единой методологии, мы подробно опишем результаты работ, посвященных исследованию алюминия [5, 6], а в случае сталей [7] ограничимся лишь кратким комментарием.

В работах [5, 6] исследованы две группы поликристаллов  $S$  и  $G$  высокочистого алюминия со средним размером зерна 4 и 22 мкм соответственно, подвергнутых одинаковой предварительной деформации  $\varepsilon = 1,5\%$ . Первичные экспериментальные данные представляют собой зависимости относительного числа границ зерен  $(1-x)$ , содержащих неде локализованные дислокации, от времени отжига  $t$  при разных температурах. (Для поликристаллов  $G$  температуры составляли 293, 343, 373 и 403 К, для поликристаллов  $S$  — 293 и 373 К.)

Для обработки экспериментальных данных авторы [5, 6] использовали формулу

$$t_d = A_1 k T S_m^3 / (G \Omega \delta D_b), \quad (19)$$

где  $A_1$  — числовая константа, зависящая от модельных предположений (в соответствии с [10] величина  $A_1 = 10$ , в работе [6] принято  $A = 20$ );  $S_m$  — ширина ядра дислокации, при достижении которой дифракционный контраст от дислокации исчезает при электрономикроскопических наблюдениях. (Для расчетов по формуле (9) в работах [5, 6] используется значение  $S_m = 2,25 \cdot 10^{-5}$  см.) Анализируя экспериментальные данные, авторы [7, 8] получают, в частности, зависимость значения энергии активации зернограничной диффузии  $Q_b$  от  $(1-x)$  или от времени выдержки при заданной температуре. Эти данные приведены в табл. 2.

Из проведенного в [5, 6] анализа следует, что энергия активации зернограничной диффузии в поликристаллах  $S$  и  $G$ , имеющих разный размер зерна, при одинаковой степени возврата существенно отличается. В поликристалле  $G$  с большим размером зерна возврат идет существенно медленнее, чем в мелкозернистом поликристалле  $S$ . Энергия активации зернограничной диффузии в  $G$  поликристалле существенно ниже, причем это отличие заметнее на более поздних стадиях возврата. Действительно, как видно из табл. 2, при доле неде локализованных дислокаций в границах, составляющей 20% (на поздних стадиях возврата), энергии активации в кристаллах  $S$  и  $G$  отличаются на 70%

Таблица 2  
Сопоставление экспериментальных [6] и теоретических значений энергии активации зернограничной диффузии алюминия

Размер зерна, мкм	Доля границ зерен, содержащих неде локализованные дислокации	Энергия активации, кДж/моль	
		Эксперимент	Теория
4	0,2	84,6*	74,0
	0,5	64,4	64,4
	0,8	44,3	52,7
22	0,2	49,3	52,7
	0,5	46,2	46,2
	0,8	42,2	41,0

\* Данное значение получено путем экстраполяции.

Таблица 3

Химический состав (% масс.) коррозионно-стойких сталей [7]

Условное обозначение стали	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo
A	0,12	1,23	0,47	0,028	0,008	22,3	17,0	—	0,28
B	0,06	0,002	0,002	0,002	0,007	19,0	18,6	0,02	0,01

Таблица 4

Сопоставление экспериментальных [7] и теоретических значений энергии активации зернограничной диффузии коррозионно-стойких сталей

Размер зерна, мкм, обозначение стали	Доля границ зерен, содержащих неде локализованные дислокации	Энергия активации, кДж/моль	
		Эксперимент	Теория
2,1, сталь A	0,2	191,2	185,7
	0,5	190,9	163,2
	0,8	153,4	153,4
30, сталь B	0,2	142,4	142,4
	0,5	163,8	124,1
	0,8	120,6	117,1

и равны соответственно 84,6 и 49,3 кДж/моль. При доле 50% они отличаются на 30% и при доле 80% — на 5%.

В работе [7] методом, аналогичным описанному выше, исследованы процессы отжига внесенных в границы зерен дислокаций в коррозионно-стойких сталях A и B, имеющих различный химический состав (табл. 3) и размер зерен 2,1 и 30 мкм соответственно. В работе получены зависимости  $D_b^*$  от времени отжига при различных температурах. Результаты работ [6, 7] обобщены в табл. 4.

**Описание процедуры сопоставления.** Обычно при использовании феноменологических моделей предметом дискуссий является число и характер подгоночных параметров, а также приобретает принципиальное значение вопрос о процедуре сопоставления теоретических результатов с экспериментом. В связи этим процедура сопоставления описана далее весьма подробно, шаг за шагом, с указанием всех подгоночных параметров, "возникающих" на каждом "шаге" сопоставления. Числовые значения определяемых параметров для каждого исследованного материала помещены в табл. 1.

### Алюминий

1. Найдем значение свободного объема границ зерен  $\alpha$ .

Используем термодинамические константы алюминия, приведенные в работе [2], и экспериментальные значения параметров зернограничной диффузии  $Q_b$ ,  $D_{b0}$  для равновесных границ зерен, приведенные в работе [6] (см. табл. 1). Подставив указанные константы в уравнения (1)–(3), получим значение свободного объема  $\alpha$ . (Число подгоночных параметров равно 0.)

2. Найдем значение избыточного свободного объема  $\Delta\alpha$  в нулевой момент времени. Энергия активации зернограничной диффузии в начале процесса возврата ( $t = 0$ ) в границе, содержащей избыточные дефекты и, соответственно, избыточный свободный объем  $\alpha^+$ , должна быть меньше или равна минимальному экспериментальному значению энергии активации зернограничной диффузии, вычисленному в работе [6]:  $Q_b = 49,3$  кДж/моль (эта величина соответствует доле неде локализованных дислокаций 0,8). Используя формулу (6), определим величину  $\Delta\alpha^0 = \alpha^+ - \alpha$  (число подгоночных параметров равно 0).

3. Найдем значение суммарной плотности дефектов в границах зерен. Подставляя в уравнение (4) значение найденного избыточного свободного объема  $\Delta\alpha^0$  и значение  $w_0 = 0,1$  [2, 3], определим начальную суммарную плотность ДОН и скользящих компонентов делокализованных дислокаций  $\rho_b^0 \Delta b + w_l^0$  (число подгоночных параметров равно 0).

4. Выделим вклады дефектов: дислокаций ориентационного несоответствия и скользящих компонентов делокализованных дислокаций. Для этого назначим значение начальной плотности скользящих компонентов делокализованных дислокаций в нулевой момент времени  $w_l^0 = 0,006$  (число подгоночных параметров равно 1).

5. В соответствии с кинетическими уравнениями (11)—(14) вычислим изменения со временем плотности дислокаций ориентационного несоответствия  $\rho \Delta b(t)$  и скользящих компонентов делокализованных дислокаций  $w_l$  при температурах, указанных в работе [6]. Для этих вычислений необходимо указать числовые значения параметров  $A$  и  $C$ , которые выступают здесь подгоночными параметрами. Заметим, что выбранное здесь значение подгоночного параметра  $A = 20$  соответствует значению, приведенному в работе [6]. Значение параметра  $C$  для алюминия выбрано равным 0,15. (Заметим, что величина  $C$  для сплава Zn—20 % Al равна 3 [4], значение  $C$ , приведенное в работе [11], равно 50.) Число подгоночных параметров равно 2.

6. Вычислим на основе (4)—(6) значения энергии активации  $Q_b^*$  на разных стадиях возврата при заданных температурах. Число подгоночных параметров равно 0.

7. Полученные значения  $Q_b^*$  поместим в табл. 2 и сравним с экспериментальными данными.

### Коррозионно-стойкая сталь

Рассмотрение экспериментальных результатов [7] показывает, что характер возврата в сталях во многом аналогичен характеру процесса возврата в Al и для его анализа можно в основном использовать описанную выше процедуру.

Заметим, однако, что число подгоночных параметров при описании сталей возрастает, поскольку их термодинамические константы не известны (в отличие от алюминия, для которого подробные данные приведены в [2]). Используемые при расчетах термодинамические параметры  $\gamma_{S/L}$ ,  $S_{S/L}$ ,  $\gamma_0$  приведены в табл. 2. Заметим, что эти значения весьма незначительно отличаются от "средних" значений соответствующих параметров, использовавшихся при численных расчетах в работах [3, 4]. При оценках значений  $\alpha + \Delta\alpha$  предполагается, что начальное значение энергии активации зернограничной диффузии составляет  $Q^* \approx 120$  кДж/моль (это значение соответствует доле неде локализованных дислокаций 80 %). Значения подгоночных параметров:  $A = 10$  (см. [10]),  $C = 140$  (см. [11]).

Сравнение экспериментальных и теоретических значений  $Q_b$  для сталей приведено в табл. 4.

**Анализ результатов.** Для алюминия сравнение экспериментальных и теоретических значений энергии активации показывает весьма хорошее соответствие: расхождение для поликристаллов  $G$  не превышает 6,6 %, для поликристаллов  $S$  не превышает 15 % (во втором случае, к сожалению, только две экспериментальные точки, табл. 2).

Неплохое соответствие, наблюдаемое в сталях (табл. 4), менее показательное в силу большого числа подгоночных параметров для алюминия и для сталей. В рамках изложенной модели находит естественное объяснение существенное отличие диффузионных параметров мелкозернистого и крупнозернистого поликристаллов. Как видно из (6)—(9), диффузионные свойства границ зерен зависят от избыточного свободного объема  $\Delta\alpha$ . Изменение величины  $\Delta\alpha$  со временем в условиях отжига после деформации определяется кинетикой диффузионного "ухода" из границ зерен ДОН и продуктов их делокализации  $w_l$ . Из (12) и (14) следует, что размер зерна влияет в первую очередь на кинетику изменения  $w_l$ : чем больше  $d$ , тем медленнее уходят из границ зерен скользящие компоненты делокализованных дислокаций.

Это означает, что даже при одинаковой величине  $(1 - x)$ , т. е. при одинаковой степени делокализации ДОН, уровень избыточного свободного объема в границах зерен мелкозернистого и крупнозернистого материала за счет различия  $w_l$  будет существенно отличаться. Соответственно будут отличаться и значения энергии активации зернограничной самодиффузии и параметры, характеризующие интенсивность возврата.

Так, в алюминии, для поликристалла  $G$  (имеющего  $d = 22$  мкм), чтобы достичь при  $T = 403$  К значений энергии активации, близких к равновесному  $Q_b = 77,5$  кДж/моль, требуется  $4 \cdot 10^6$  с, а в поликристаллах  $S$  ( $d = 4$  мкм) для достижения аналогичного значения  $Q_b$  при этой температуре требуется время  $2 \cdot 10^5$  с, что примерно в 20 раз меньше.

Для коррозионно-стойких сталей в случае поликристалла с  $d = 30$  мкм для достижения значенной энергии активации  $Q_b = 190$  кДж/моль при  $T = 653$  К требуется время порядка  $2 \cdot 10^4$  с, а при  $T = 673$  К — порядка  $0,7 \cdot 10^4$  с. Для поликристалла с  $d = 2,1$  мкм для достижения аналогичного значения энергии активации требуется время порядка 800 и 300 с соответственно.

Авторы благодарят за поддержку *Международный научно-технический центр ISTC (грант 1413-00), РФФИ (грант 00-02-16546), а также Программу "Фундаментальные исследования в высшем образовании" (BRHE) и Научно-исследовательский и образовательный центр сканирующей зондовой микроскопии Нижегородского государственного университета им. Н. И. Лобачевского.*

#### Список литературы

1. Чуви́льде́ев В. Н. Микромеханизмы зернограничной самодиффузии в металлах // ФММ. 1996. Ч. 1—2. Т. 81. № 2. С. 5—14; Т. 81. № 4. С. 52—61.
2. Чуви́льде́ев В. Н. Микромеханизм деформационно-стимулированной зернограничной самодиффузии // ФММ. 1996. Ч. 1—2. Т. 81. № 5. С. 5—13; Т. 81. № 6. С. 5—13.
3. Чуви́льде́ев В. Н., Пиро́жникова О. Э. Микромеханизм деформационно-стимулированной зернограничной самодиф-

фузии. Ч. 3. Влияние потоков решеточных дислокаций на диффузионные свойства границ зерен // ФММ. 1996. Т. 82. № 1. С. 106—115.

4. Чуви́льде́ев В. Н., Петро́в А. В. Ускорение зернограничной диффузии при сверхпластичности // ФММ. 2000. Т. 89. № 2. С. 24—28.
5. Kwiecinski J., Wyrzykowski J. Kinetics of recovery on grain boundaries in polycrystalline aluminium // Acta metall. 1989. V. 37. No 5. P. 1503—1507.
6. Kwiecinski J., Wyrzykowski J. Investigation of grain boundary self-diffusion at low temperatures in polycrystalline aluminium means of the dislocation spreading method // Acta metall. 1991. V. 39. No 8. P. 1953—1958.
7. Swiatnicki W. A., Lojkowski W., Grabski M. W. Investigation of grain boundary diffusion in polycrystals by means of extrinsic grain boundary dislocations spreading rate // Acta metall. 1986. V. 34. No 4. P. 599—605.
8. Lojkowski W., Grabski M. N. Kinetics of the spreading of extrinsic grain boundary dislocation of random grain boundaries in metals // Deformation of polycrystals. Mechanism and microstructure: Metal. Mater. Sci. 1981. P. 329—333.
9. Varin R. A. On the relation between temperature and time of the spreading of extrinsic grain boundary // Dislocations and the grain boundary energy in an austenitic steel. -metallkunde. 1982. No 10. P. 654—658.
10. Ку́жидло́вски К., Выжи́ковски Е., Гарба́ч Г. Анализ моделей процесса делокализации сторонних дислокаций на границах зерен // ФММ. 1988. Т. 65. Вып. 2. С. 385—392.
11. Пере́везе́нцев В. Н. Современные представления о природе структурной сверхпластичности // Вопросы теории дефектов в кристаллах: Сб. науч. трудов. Л., 1987. С. 85—101.

## ПРИМЕНЕНИЕ МСТ

УДК 621.375.826

**В. П. Вейко**, д-р техн. наук, проф., **А. А. Петров**, Санкт-Петербургский государственный институт точной механики и оптики (технический университет)

### ПРОСТРАНСТВЕННОЕ ПОЗИЦИОНИРОВАНИЕ МИКРОДЕТАЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

*Представлен новый метод позиционирования микродеталей в пространстве, основанном на управляемом деформировании с помощью лазерного излучения. Дан обзор публикаций по практическому применению лазерной регулировки (юстировки), а также приведены некоторые результаты собственных исследований.*

#### Введение

Требования к быстродействию и надежности приборов неуклонно повышаются. Это приводит к усложнению конструкции и технологии изготовле-

ния приборов, особенно на финишных операциях — сборки, юстировки и контроля, которые решающим образом определяют качество выпускаемых изделий. Традиционные способы юстировки имеют существенные недостатки, поэтому встает вопрос о поиске новых способов юстировки [1].

Одним из таких способов является регулировка пространственного положения с помощью лазера. Лазерная юстировка основана на управляемом деформировании материалов под действием температурных напряжений, возникающих в результате локального лазерного нагрева. К преимуществам лазерной юстировки по сравнению с традиционными методами можно отнести возможность автоматизации и отсутствие механического контакта. Данный метод можно использовать для регулировки пространственного положения деталей различного размера, но наиболее актуальным является применение лазера для позиционирования микродеталей, так как традиционные способы в этом случае малоприменимы.

Это направление появилось совсем недавно и описано лишь в ограниченном числе работ, например [2—4].

Для коррозионно-стойких сталей в случае поликристалла с  $d = 30$  мкм для достижения значенной энергии активации  $Q_b = 190$  кДж/моль при  $T = 653$  К требуется время порядка  $2 \cdot 10^4$  с, а при  $T = 673$  К — порядка  $0,7 \cdot 10^4$  с. Для поликристалла с  $d = 2,1$  мкм для достижения аналогичного значения энергии активации требуется время порядка 800 и 300 с соответственно.

Авторы благодарят за поддержку *Международный научно-технический центр ISTC (грант 1413-00), РФФИ (грант 00-02-16546), а также Программу "Фундаментальные исследования в высшем образовании" (BRHE) и Научно-исследовательский и образовательный центр сканирующей зондовой микроскопии Нижегородского государственного университета им. Н. И. Лобачевского.*

#### Список литературы

1. Чуви́льде́ев В. Н. Микромеханизмы зернограничной самодиффузии в металлах // ФММ. 1996. Ч. 1—2. Т. 81. № 2. С. 5—14; Т. 81. № 4. С. 52—61.
2. Чуви́льде́ев В. Н. Микромеханизм деформационно-стимулированной зернограничной самодиффузии // ФММ. 1996. Ч. 1—2. Т. 81. № 5. С. 5—13; Т. 81. № 6. С. 5—13.
3. Чуви́льде́ев В. Н., Пирожникова О. Э. Микромеханизм деформационно-стимулированной зернограничной самодиф-

фузии. Ч. 3. Влияние потоков решеточных дислокаций на диффузионные свойства границ зерен // ФММ. 1996. Т. 82. № 1. С. 106—115.

4. Чуви́льде́ев В. Н., Петряев А. В. Ускорение зернограничной диффузии при сверхпластичности // ФММ. 2000. Т. 89. № 2. С. 24—28.
5. Kwiecinski J., Wyrzykowski J. Kinetics of recovery on grain boundaries in polycrystalline aluminium // Acta metall. 1989. V. 37. No 5. P. 1503—1507.
6. Kwiecinski J., Wyrzykowski J. Investigation of grain boundary self-diffusion at low temperatures in polycrystalline aluminium means of the dislocation spreading method // Acta metall. 1991. V. 39. No 8. P. 1953—1958.
7. Swiatnicki W. A., Lojowski W., Grabski M. W. Investigation of grain boundary diffusion in polycrystals by means of extrinsic grain boundary dislocations spreading rate // Acta metall. 1986. V. 34. No 4. P. 599—605.
8. Lojowski W., Grabski M. N. Kinetics of the spreading of extrinsic grain boundary dislocation of random grain boundaries in metals // Deformation of polycrystals. Mechanism and microstructure: Metal. Mater. Sci. 1981. P. 329—333.
9. Varin R. A. On the relation between temperature and time of the spreading of extrinsic grain boundary // Dislocations and the grain boundary energy in an austenitic steel. -metallkunde. 1982. No 10. P. 654—658.
10. Ку́жидловски К., Выжи́ковски Е., Гарбач Г. Анализ модели процесса делокализации сторонних дислокаций на границах зерен // ФММ. 1988. Т. 65. Вып. 2. С. 385—392.
11. Пере́везенцев В. Н. Современные представления о природе структурной сверхпластичности // Вопросы теории дефектов в кристаллах: Сб. науч. трудов. Л., 1987. С. 85—101.

## ПРИМЕНЕНИЕ МСТ

УДК 621.375.826

**В. П. Вейко**, д-р техн. наук, проф., **А. А. Петров**, Санкт-Петербургский государственный институт точной механики и оптики (технический университет)

### ПРОСТРАНСТВЕННОЕ ПОЗИЦИОНИРОВАНИЕ МИКРОДЕТАЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

*Представлен новый метод позиционирования микродеталей в пространстве, основанном на управляемом деформировании с помощью лазерного излучения. Дан обзор публикаций по практическому применению лазерной регулировки (юстировки), а также приведены некоторые результаты собственных исследований.*

#### Введение

Требования к быстродействию и надежности приборов неуклонно повышаются. Это приводит к усложнению конструкции и технологии изготовле-

ния приборов, особенно на финишных операциях — сборки, юстировки и контроля, которые решающим образом определяют качество выпускаемых изделий. Традиционные способы юстировки имеют существенные недостатки, поэтому встает вопрос о поиске новых способов юстировки [1].

Одним из таких способов является регулировка пространственного положения с помощью лазера. Лазерная юстировка основана на управляемом деформировании материалов под действием температурных напряжений, возникающих в результате локального лазерного нагрева. К преимуществам лазерной юстировки по сравнению с традиционными методами можно отнести возможность автоматизации и отсутствие механического контакта. Данный метод можно использовать для регулировки пространственного положения деталей различного размера, но наиболее актуальным является применение лазера для позиционирования микродеталей, так как традиционные способы в этом случае малоприменимы.

Это направление появилось совсем недавно и описано лишь в ограниченном числе работ, например [2—4].



## Физические основы

Поясним механизм возникновения деформаций под действием температурных напряжений. При локальном нагревании некоторой области материала в результате неравномерного теплового расширения в ней возникают термоупругие напряжения. Если напряжения достигают предела текучести, то они приводят к появлению остаточных деформаций.

В зависимости от параметров лазерного излучения и геометрии детали деформирование может протекать по-разному.

Если лазерному нагреванию подвергается участок поверхности и после остывания деформированная область не принимает исходных размеров, это приводит к сжатию поверхностного слоя и изгибу детали. Такой механизм называется *поверхностная усадка* (рис. 1) (near-surface upsetting) [2].

	Поверхностная усадка	Выгибание	Равномерная усадка
Распределение температуры по сечению детали	неоднородное $T_0 \gg T_u$ 	однородное $T_0 \approx T_u$ 	однородное $T_0 \approx T_u$ 
Варианты деформации			

Рис. 1. Механизмы деформирования

Если за время действия лазерного излучения деталь прогревается равномерно по толщине, тепловое расширение и последующая деформация происходят по всему поперечному сечению детали. В этом случае результатом лазерного воздействия является уменьшение линейных размеров (рис. 1) — *равномерная усадка* (uniform upsetting) [2]. При аналогичном распределении температуры деформирование может происходить и несколько иначе (рис. 1), но также с уменьшением линейных размеров — *выгибание* (buckling) [2].

В настоящее время для пространственного позиционирования микродеталей, осуществляемого с помощью лазерного излучения, применяют лазеры, обладающие короткой длительностью импульса, такие как эксимерные лазеры и YAG: Nd-лазеры. Излучение этих лазеров хорошо поглощается металлами, что позволяет работать с тонкими листовыми материалами.

## Примеры практического применения

На основе приведенных выше механизмов деформирования разрабатываются конструкции приводов, реализующие линейные и угловые перемещения, а также их комбинации. Некоторые из них представлены на рис. 2, 3 (см. четвертую сторону обложки).

Решетчатый привод (рис. 2) представляет собой пластину из листового металла с двумя треуголь-

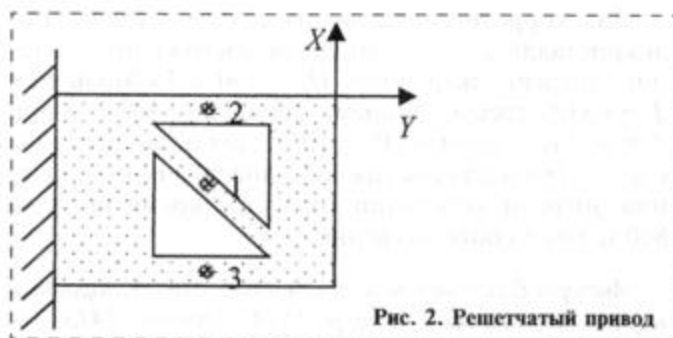


Рис. 2. Решетчатый привод

ными вырезами. В зависимости от облучаемых перемычек этот привод может выполнять различные перемещения. Если облучается лишь диагональная перемычка в точке 1, то она при охлаждении укорачивается, это приводит к смещению опорной точки от начала координат в положительном направлении по оси X. Если равномерно облучаются наружные перемычки в позициях 2 и 3, то в результате происходит смещение опорной точки в отрицательном направлении оси X. При облучении в точках 1, 2 и 3 может быть достигнуто значительное смещение в отрицательном направлении оси Y без последующего смещения по оси X. В этом случае облучения в точках 1, 2 и 3 должны быть взаимно скомпенсированы, причем энергия импульсов должна быть отрегулирована с учетом различной ширины и длины перемычек и влияния внутренних напряжений [3].

Другая конструкция привода (angle with bead) представляет собой металлическую пластину (рис. 3, см. четвертую сторону обложки), центральная область которой заглублена. С помощью лазера происходит укорачивание центральной или боковых областей пластины, в результате незакрепленная часть привода поворачивается в противоположных направлениях.

При использовании юстировки микрокомпонентов лазерным излучением необходима интеграция подлежащих юстировке элементов соответствующих деталей в конструктивный узел при обеспечении доступности точек облучения. С точки зрения доступности юстировка лазерным излучением имеет преимущества по сравнению с традиционными системами механической юстировки с помощью винтов, подкладок и т. п. за счет того, что не требуется механического воздействия на точки облучения. Поэтому детали могут быть заключены в вакуумированную стеклянную колбу или другую сложную конструкцию, а также могут находиться в движении.

В настоящее время ведется активная работа по практическому применению лазерной подстройки пространственного положения микродеталей. Для иллюстрации возможностей лазерной юстировки приведем несколько примеров [4].

Рассмотрим операцию юстировки цифровой аудиоголовки считывания, разработанной специально для проведения этой операции с помощью лазера [4]. Для пространственного позиционирования в ее конструкцию интегрирован упоминавшийся ранее решетчатый привод (рис. 4, см. четвертую сторону обложки). Поворот аудиоголовки на несколько миллирадиан по часовой стрелке или в обратном направлении достигается облучением перемычек *L* или *R* соответственно. Смещение вниз или вверх относительно магнитной ленты происходит при облучении центральной перемычки *M* или одновременным облучением боковых перемычек *L* и *R*. При такой регулировке минимальное линейное перемещение составляет менее 1 мкм.

Аналогичная методика может быть использована в области микрооптики, в частности, для юстировки микрообъективов, зеркал и т. п.

Лазерное излучение применяется для юстировки микрооптических деталей в устройствах считывания компакт-дисков. Центром промышленных технологий Phillips разработана оправа микролинзы (рис. 5, см. четвертую сторону обложки) [4], предназначенная для юстировки с помощью лазера. В ее конструкцию интегрирован привод, представленный на рис. 3. Данная оправа осуществляет юстировку углового положения микролинзы в двух плоскостях с шагом 2,0–0,04 мрад при суммарном угле  $\pm 6,0$  мрад. Лазерным излучением облучаются зоны, обозначенные цифрами 1–4, длительность импульса  $\tau = 0,5 \pm 0,8$  мс, энергия импульса от 0,05 до 0,12 Дж.

Такое свойство лазерной юстировки, как бесконтактность, имеет важное значение при регулировке перпендикулярности оси магнитного мини-диска диаметром 35 мм (рис. 6) [4]. Для этого на выступе посадочной втулки через  $120^\circ$  сделаны перемычки. При облучении лазерным излучением они могут изгибаться в противоположных направлениях, что приводит к смещению диска и уменьшению его биения. В этом случае применение ла-



зера позволяет выполнять регулировку во время вращения диска.

Приведенные примеры иллюстрируют возможности использования регулировки с помощью деформирования, управляемого лазером. Таким образом, благодаря работам [1–3] показана принципиальная возможность управления пространственным расположением микродеталей под действием направленных термонапряжений, сформированных действием лазерного излучения.

### Экспериментальные исследования

В Санкт-Петербургском государственном институте точной механики и оптики (техническом университете) на кафедре Лазерных технологий и экологического приборостроения был проведен ряд экспериментов по исследованию механизма поверхностной усадки.

Для проведения экспериментальных исследований была собрана установка (рис. 7), позволяющая проводить облучение детали, а также отслеживать и измерять пространственные перемещения детали.

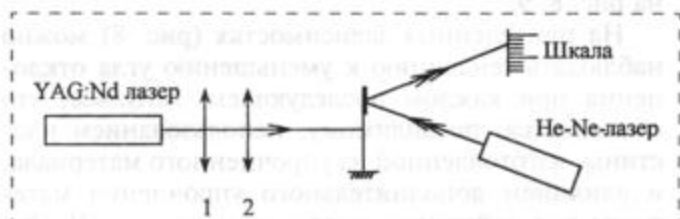


Рис. 7. Схема экспериментальной установки

В основе экспериментальной установки лежит YAG: Nd-лазер, работающий в режиме свободной генерации. Облучение образцов проводилось в многоимпульсном режиме. Параметры импульса лазерного излучения: энергия до 7 Дж, длительность 2 мс.

Для формирования зоны облучения использовалась оптическая система, состоящая из линзы 1 с фокусным расстоянием  $f = 12$  см и цилиндрической линзы 2 ( $f = 6$  см). Подобная система позволяет формировать на поверхности образца зону воздействия, близкую к прямоугольной.

Для регистрации поворотов образца был применен метод оптического рычага. Измерения проводились следующим образом. На образце закреплялось легкое зеркало, луч He-Ne-лазера, отражаясь от зеркала, попадал на экран со шкалой. По измененному отклонению луча на экране вычислялся угол поворота пластины.

Зависимость угла поворота от перемещения угла на экране определяется формулой

$$\alpha \approx \frac{1}{2} \arctg \frac{d}{L},$$

где  $\alpha$  — угол изгиба пластины;  $d$  — линейное перемещение луча по экрану;  $L$  — расстояние от пластины до экрана ( $L = 300$  см).

Были проведены эксперименты по исследованию механизма поверхностной усадки с деталями из различных материалов: меди, алюминия, коррозионно-стойкой стали. Детали представляли собой тонкие пластины толщиной 1 мм с размерами  $35 \times 5$  мм. Лазерным излучением облучалась узкая полоса шириной 1 мм.

Для деталей, изготовленных из алюминия и меди, остаточных деформаций не наблюдалось. Это связано с малой поглощаемой энергией лазерного излучения. Кроме того, алюминий и медь обладают высокой теплопроводностью, что затрудняет образование больших температурных градиентов.

Наилучшие результаты наблюдались при облучении коррозионно-стойкой стали 14X17H2. Для этого материала была получена зависимость между углом поворота пластины, возникающим при облучении, и плотностью мощности на поверхности детали, а также зависимость угла отклонения от числа импульсов. Полученные зависимости представлены на рис. 8, 9.

На приведенных зависимостях (рис. 8) можно наблюдать тенденцию к уменьшению угла отклонения при каждом последующем импульсе, что объясняется, по-видимому, использованием пластины, изготовленной из упрочненного материала, и влиянием дополнительного упрочнения материала под действием лазерного импульса [2]. Это свойство может быть использовано при юстировке механических элементов для первоначальной грубой и последующей более точной юстировки.

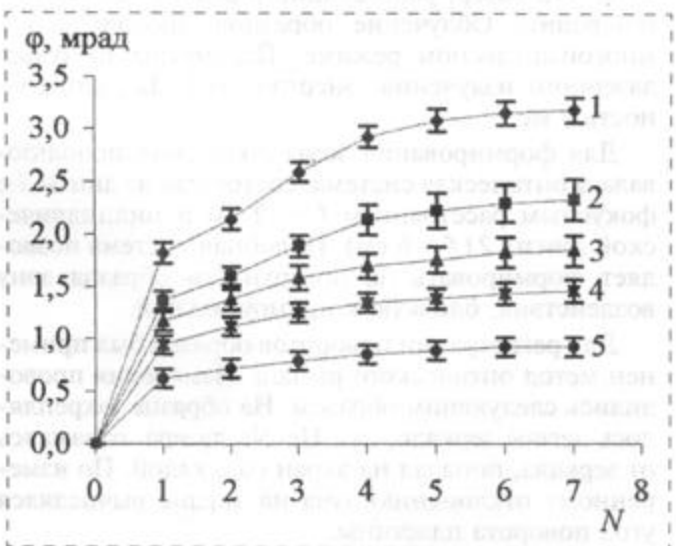


Рис. 8. Экспериментальная зависимость угла поворота пластины от числа импульсов при различной плотности мощности лазерного излучения,  $\text{Вт} \cdot \text{см}^{-2}$ :  
 1 —  $6,9 \cdot 10^4$ ; 2 —  $5,7 \cdot 10^4$ ; 3 —  $4,8 \cdot 10^4$ ; 4 —  $3,7 \cdot 10^4$ ; 5 —  $2,9 \cdot 10^4$

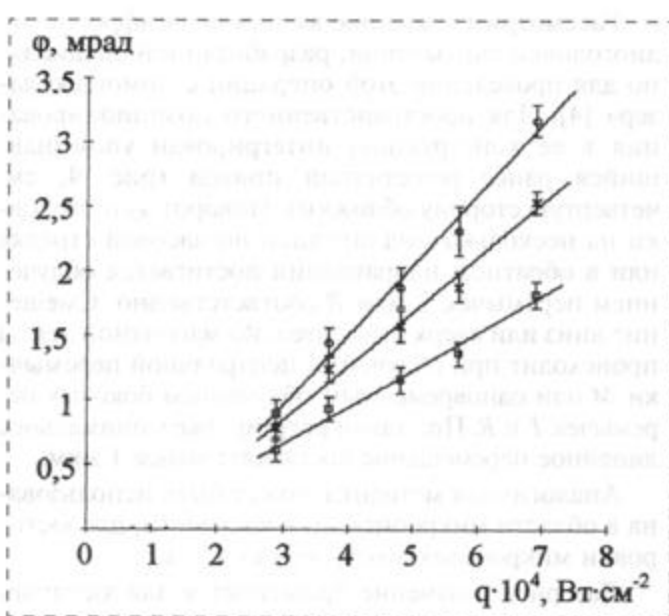


Рис. 9. Экспериментальная зависимость угла поворота пластины от плотности мощности для различного числа импульсов:  
 □ — 1 импульс; × — 3 импульса; ○ — 7 импульсов

Исходя из представленных результатов в рассматриваемом диапазоне, зависимости угла поворота от числа импульсов (рис. 8) можно считать близкими к линейным.

Анализируя зависимости (рис. 9), можно оценить нижний предел плотности мощности, при котором не наблюдается остаточных деформаций [ $q_{\min}^{\Pi} \sim (0,8-1,1)10^4 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-2}$ ]. Верхний предел определяется значением, при котором начинается разрушение (плавление, испарение) материала ( $q_{\max} > 1,1 \cdot 10^5 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-2}$ ). Приведенные оценки показали, что температура на поверхности в центре зоны воздействия составляла от 410 до 980 °С при температуре плавления материала 1500 °С. Глубина прогретого слоя при этом составляла ~ 260 мкм.

#### Привод для точного углового позиционирования

Авторами был предложен вариант привода, предназначенного для регулирования угла поворота. Конструкция привода представлена на рис. 10. В данном приводе используется рассмотренный ранее механизм поверхностной усадки.

Привод представляет собой пластину толщиной 1 мм, изготовленную из стали 14X17H2, с размерами  $30 \times 9$  мм. В пластине сделаны три параллельных выреза, в результате чего сформированы две перемишки шириной 5 мм. На перемишках расположены области 1 и 2, подвергающиеся лазерному облучению. Форма пятна лазерного излучения на поверхности детали представляет собой эллипс с размерами  $5 \times 1$  мм. В зависимости от зоны облучения (1 или 2) соответствующие перемишки из-

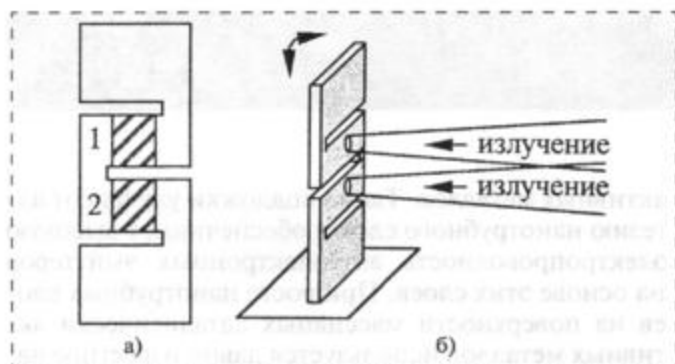


Рис. 10. Конструкция привода:  
а — конструкция; б — принцип действия

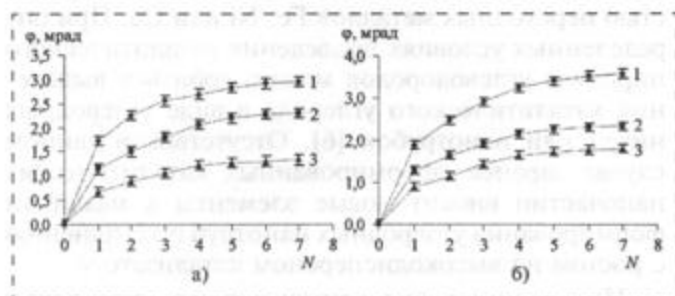


Рис. 11. Экспериментальная зависимость угла поворота пластины (а — против часовой стрелки; б — по часовой стрелке) от числа импульсов при различной плотности мощности лазерного излучения, Вт · см<sup>-2</sup>:

1 —  $6,9 \cdot 10^4$ ; 2 —  $5,7 \cdot 10^4$ ; 3 —  $4,8 \cdot 10^4$

гибаются, что приводит к повороту верхней части привода в противоположных направлениях.

Были проведены эксперименты по исследованию возможности применения привода такой конструкции для регулировки углового положения зеркала. Исследования проводились на описанной выше установке. Были получены зависимости угла поворота (в противоположных направлениях) от числа импульсов при различной энергии в импульсе. Результаты представлены на рис. 11.

Эксперимент показал, что привод подобной конструкции может быть использован для юстировки углового положения с шагом от 0,2 до 1,8 мрад при повороте на максимальный угол 3,6 мрад.

К достоинствам подобной конструкции привода можно отнести то, что облучаемые области расположены на одной стороне детали, кроме того, подобный привод позволяет осуществлять параллельное смещение оси поворота в пределах длины переключки. Недостатком такой конструкции можно считать необходимость формирования протяженной зоны облучения.

\*\*\*

В заключение следует еще раз отметить большие перспективы указанного метода в микросистемной технике для точного позиционирования деталей и элементов конструкций в пространстве наряду с другими существующими методами [4]. Для решения вопроса о возможном обеспечении точности лазерного позиционирования необходимо проведение дополнительных исследований, так как и сами критерии точности в микросистемной технике требуют дополнительного уточнения [5].

#### Список литературы

1. Корляков А. В., Лучинин В. В., Никитин И. В., Серкова М. Н. Термомеханический микроактюатор // Петербургский журнал электроники. 2001. № 4. С. 65—70.
2. Muller B. Virtual Engineering helps to get laser adjustment industrially accepted // First International Symposium on Laser Precision Microfabrication, Proc. SPIE. 2000. Vol. 4088. P. 164—167.
3. Vollertsen F., Geiger M. Laserstrahljustieren mechatronischer Komponenten. Laser — Von der Wissenschaft zur Anwendung. Strahltechnik Bd. 10. BIAS Verlag, Bremen. 1997. P. 309—320.
4. Hoving W. Laser adjustment, a novel technique to obtain fast, sub-micron accuracy in mass production // Second International Symposium on Laser Precision Microfabrication, Proc. SPIE. 2002. Vol. 4426.
5. Шалобаев Е. В. Микросистемная техника и мехатроника: особенности соотношения микро- и макроуровней // Микросистемная техника. 2000. № 4. С. 5—9.



Минпромнауки России  
Минэнерго России  
Минатом России  
Агентства оборонной промышленности  
Госстандарт России

28—30 мая  
состоялась  
специализированная  
нефтегазовая  
выставка  
**РОСНЕФТЕАВТОМАТИКА—2002**

IV Всероссийская выставка  
"Российские средства  
автоматизации —  
нефтегазовой отрасли"

1—3 октября  
состоится специализированная  
нефтегазовая выставка  
**РОСМЕТАЛЛ—2002**

IV Всероссийская выставка "Российский металлургический комплекс — нефтегазовой отрасли"  
**Москва, ВВЦ, павильон № 5**  
Оргкомитет выставок:  
117342, Москва, ул. Обручева, 34/63, Союз  
Тел/факс: (095) 334-74-29, 334-47-71  
E-mail: souz@id.ru

Информация на портале производителей нефтегазового оборудования:  
**www.Derrick.ru**

УДК 537.533+549.212

**Е. Ф. Куковицкий, С. Г. Львов, Н. А. Саинов,  
В. А. Шустов,**  
Казанский физико-технический институт КазНЦ  
РАН,  
**Н. А. Киселев,** д-р физ.-мат. наук,  
Институт кристаллографии РАН,  
**К. Р. Израэльянц,**  
**А. Л. Мусатов,** д-р физ.-мат. наук,  
Институт радиотехники и электроники РАН

## РОЛЬ СТРУКТУРЫ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО НИКЕЛЯ ПРИ КАТАЛИТИЧЕСКОМ СИНТЕЗЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБНЫХ АВТОЭМИТТЕРОВ<sup>1</sup>

*Методом химического парофазного осаждения синтезированы углеродные нанотрубные слои на поверхности массивных (неструктурированных) никелевых подложек. С использованием дифракции рентгеновских лучей изучено влияние структуры приповерхностных слоев металлического никеля на рост углеродных нанотрубок. Выполнены измерения автоэмиссионных характеристик нанотрубных слоев, полученных на поверхности механически полированных подложек.*

### Введение

Углеродные нанотрубы, активно исследуемые в последнее время, перспективны для создания на их основе низковольтных автоэлектронных эмиттеров для различных устройств вакуумной эмиссионной электроники. Высокие параметры таких эмиттеров были продемонстрированы в ряде работ [1–5].

В большинстве случаев для получения углеродных нанотрубных слоев применяют различные варианты каталитического выращивания углеродных нанотрубок на подложках с нанесенным катализатором [6]. В качестве катализатора используются, как правило, наночастицы переходных металлов (Fe, Ni, Co), формируемые каким-либо способом на поддерживающей подложке.

Существует, однако, альтернативная возможность получения нанотрубных слоев непосредственно на поверхности массивных каталитически

активных металлов. Такие подложки улучшают адгезию нанотрубного слоя и обеспечивают высокую электропроводность автоэлектронных эмиттеров на основе этих слоев. При росте нанотрубных слоев на поверхности массивных каталитически активных металлов используется давно известное явление выделения свободного углерода при взаимодействии углеродсодержащих газов с нагретой (400–1000 °С) каталитически активной поверхностью переходных металлов Fe, Ni или Co. При определенных условиях проведения каталитического пиролиза углеводородов можно добиться выделения каталитического углерода в виде углеродных нитей или нанотрубок [6]. Отсутствие в данном случае заранее сформированных каталитических наночастиц вносит новые элементы в механизм формирования углеродных нанотрубок по сравнению с ростом на высокодисперсном катализаторе.

Накопленные экспериментальные результаты позволяют представить следующую примерную схему образования нанотрубного углерода на поверхности массивного металла при каталитическом пиролизе углеводородов [7]:

- адсорбция молекул углеводорода на поверхности металла-катализатора и их каталитический распад с образованием на поверхности свободного углерода;
- растворение элементарного углерода в металле и диффузия углеродных атомов внутрь металла;
- насыщение приповерхностных слоев металла углеродом, образование промежуточных неустойчивых фаз и дальнейший их распад, приводящий к фрагментации поверхностного слоя металла и образованию каталитически активных металлических наночастиц;
- запуск каталитическими частицами механизма роста и дальнейший рост нанотрубного углерода.

Многостадийный процесс роста углеродных нанотрубок на поверхности металла-катализатора тесно касается непростых (и даже малоизученных) проблем гетерогенного катализа, физического металловедения и фазовых превращений в наноразмерных системах. Многие существенные детали процесса, определяющие внешнюю морфологию и внутреннюю микроструктуру углеродных нанотрубок, остаются неизвестными. В настоящей работе изучено влияние структуры приповерхностных слоев никелевых подложек на рост углеродных нанотрубок в целях отработки приемов формирования нанотрубных слоев, пригодных для использования в качестве низковольтных автоэлектронных эмиттеров. Методами электронной микроскопии исследу-

<sup>1</sup>Работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (проект № 01-03-32272) и ISTC (проект 1024).

дованы топология таких слоев, а также микроструктура индивидуальных нанотрубок. Проведено исследование автоэмиссионных свойств нанотрубных слоев, синтезированных на механически полированных никелевых подложках.

### Синтез углеродных нанотрубных слоев на поверхности никелевых подложек

Углеродные нанотрубные слои выращивались методом CVD (Chemical Vapor Deposition) с использованием в качестве углеродсодержащего прекурсора продуктов пиролиза полиэтилена [8, 9]. Выращивание проводилось на никелевых подложках размером  $10 \times 10 \times 0,3$  мм, изготовленных из поликристаллической фольги со средним размером зерна  $\sim 40$  мкм. Влияние структуры приповерхностного слоя металлического никеля на рост углеродных нанотрубок изучалось сравнением скорости осаждения каталитического углерода в процессе выращивания нанотрубок на подложках, поверхность которых была подвергнута химической или механической полировке. Для исследуемых подложек процесс проводился при одинаковых условиях: температура  $800^\circ\text{C}$ , давление реактивных газов  $1,2 \cdot 10^5$  Па, длительность процесса 15 мин.

Кинетика осаждения углерода представлена в табл. 1 для химически полированных подложек (образец 1) и механически полированных подложек (образец 2). Из таблицы видно, что при отмеченных условиях на образце 1 углерод практически не осаждается (с точностью измерения массы до 0,3 мг). Таким образом, каталитическая активность химически полированной поверхности гораздо ниже механически обработанной. Однако микроскопическими наблюдениями установлено, что процесс каталитического разложения углеводородов и осаждения углерода на ней все же происходит. На начальных стадиях процесса наблюдается выделение графита в основном по границам зерен и на поверхности зерен с благоприятной кристаллографической ориентацией. Это согласуется с известным фактом зависимости каталитической активности металлического никеля от кристаллографической ориентации поверхности [10, 11] и с представлениями о том, что каталитически активными областями на поверхности металла являются места локальных упругих деформаций кристаллической

решетки [12]. На поликристаллической подложке такими областями являются, в частности, выходы на поверхность межзеренных границ.

В течение процесса роста поведение образующегося в результате поверхностных реакций углерода качественно можно понять на основе диффузионной модели для поликристаллов, в соответствии с которой опережающая диффузия атомов углерода по границам зерен сопровождается боковым "отсосом" углерода с границ в объем зерен [13]. В результате насыщение металла углеродом быстрее всего происходит вблизи границ зерен (и других дефектов решетки), а также на поверхности кристаллитов с соответствующей ориентацией. Действие этих факторов приводит к тому, что рост углеродных нанотрубок на поверхности крупнозернистого поликристаллического никеля происходит крайне неравномерно. В противоположность этому поверхность механически полированных подложек уже на ранних стадиях процесса выглядит как равномерно покрытая слоем углерода. Дальнейшее развитие процесса приводит к быстрому и равномерному насыщению углеродом слоя наноструктурного никеля и одновременному зарождению углеродных нанотрубок по всей поверхности механически полированных подложек. При соответствующих условиях проведения процесса на таких подложках удается получить слои углеродных нанотрубок с постоянной толщиной ( $\sim 20$ — $30$  мкм) по всей площади подложки.

Экспериментальное исследование микроструктуры приповерхностных слоев Ni было выполнено методом рентгеновской дифракции. Съемка полного дифракционного спектра ( $2\theta = 55$ — $148^\circ$  Fe $K_{\alpha}$ -излучения) проводилась на дифрактометре ДРОН-3М в геометрии скользящего пучка под углом  $\alpha = 2^\circ$  к поверхности подложки. Инструментальным эталоном служила никелевая фольга, отожженная при  $700^\circ\text{C}$  в атмосфере водорода с последующей химической полировкой. Толщина анализируемого слоя составляла  $\sim 300$  нм. При обработке предполагалось, что структура неизменна по всей толщине. Полнопрофильный анализ полученных спектров выполнялся с помощью программы MAUD 1.66 [14]. Результаты анализа для химически и механически полированных образцов приведены в табл. 2. Для механически обработанной подложки эти результаты весьма примечательны. Наблюдается уменьшение периода решетки на  $\sim 0,10\%$ . Размер зерна уменьшается до  $\sim 40$  нм. Наблюдается анизотропия средней квадратической деформации. Форма кристаллитов также анизотропна.

Такие параметры характерны для наноструктурных металлов, полученных различными методами интенсивной пластической деформации: обработкой порошков в шаровых мельницах, кручением под высоким давлением, равноканальным угловым прессованием [15]. Нанокристаллические металлы

Таблица 1  
Масса каталитического углерода на единицу площади ( $\text{мг}/\text{см}^2$ ) химически полированной (образец 1) и механически полированной (образец 2) никелевых подложек в зависимости от длительности процесса  $t$  (мин)

Образец	$t$ , мин						
	5	7	8	9	10	11	15
1	0	—	—	—	—	—	—0
2	0	1,0	2,85	3,9	4,5	5,3	5,3

Таблица 2

Структурные характеристики химически полированной (образец 1) и механически полированной (образец 2) никелевых подложек

hkl	d, нм		Размер кристаллитов, нм		Средняя квадратическая деформация $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} (\times 10^{-6})$	
	Образец 1	Образец 2	Образец 1	Образец 2	Образец 1	Образец 2
111	0,20338	0,20321	487	49	9	2100
200	0,17613	0,17598	465	32	0,8	3700
220	0,12454	0,12422	482	45	8	2600
311	0,10621	0,10612	476	40	6	3100
222	0,10169	0,10160	487	49	9	2100

Примечание. Значение параметра решетки  $a$ , полученное из приведенных в таблице значений  $d$ , для образца 1:  $3,5228 \pm 0,0001$ ; для образца 2:  $3,5197 \pm 0,0001$ .

обладают рядом необычных свойств; некоторые из них имеют решающее значение для роста углеродных нанотрубок на поверхности металла-катализатора.

Интенсивная пластическая деформация приводит к тому, что границы зерен в нанокристаллическом никеле имеют высокую плотность дислокаций, вызывающих большие искажения кристаллической решетки и образование областей сжатия и растяжения вблизи границ [15, 16]. Экспериментальные результаты и теоретические расчеты показывают, что места упругих локальных деформаций решетки могут служить центрами адсорбции газов и каталитически активными центрами для поверхностных реакций распада углеродсодержащих молекул [12, 17, 18]. Механическая абразивная обработка поверхности создает, таким образом, многочисленные равномерно распределенные по поверхности каталитически активные центры, что приводит к увеличению скорости поверхностных реакций на начальных стадиях. Кроме того, развитая сетка межзеренных границ обуславливает резкое ускорение диффузионных процессов.

Экспериментальные результаты демонстрируют увеличение коэффициента зернограницной диффузии в наноструктурном никеле по сравнению с крупнокристаллическим, и по некоторым данным эта разница составляет 5–6 порядков [15]. Высокая поверхностная плотность каталитически активных центров и рост диффузионной подвижности атомов углерода обеспечивают ускоренное и равномерное формирование углеродных нанотрубчатых слоев на поверхности механически полированных подложек. Ниже приведены результаты исследования структуры и эмиссионных характеристик таких слоев.

### Структура и автоэмиссионные свойства углеродных нанотрубок

Растровая электронная микроскопия (РЭМ) выполнялась на приборе Phillips SEM-515 при ускоряющем напряжении 25 и 30 кВ в режиме вто-

ричных электронов. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) проводилась на приборе Phillips EM-430 3T при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для этих экспериментов образцы изготавливались путем соскабливания слоев с подложки с последующим диспергированием в ацетоне при использовании ультразвуковой обработки. Капля суспензии наносилась на микродырчатую углеродную пленку, расположенную на медной сетке. Исследования углеродных слоев методом РЭМ (рис. 1) показали, что слой состоит из длинных (~10 мкм) беспорядочно ориентированных нанотрубок. По данным ПЭМ высокого разрешения нанотрубки представляли собой углеродные структуры, состоящие из вложенных друг в друга графеновых усеченных конусов [9]. Внешний диаметр нанотрубок, как правило, лежал в диапазоне 20–40 нм, а диаметр их внутреннего канала составлял 10–16 нм.

Исследования автоэлектронной эмиссии проводились в сверхвысоком вакууме ( $\sim 1,33 \cdot 10^{-7}$  Па). В качестве анода использовался цилиндр из коррозионно-стойкой стали диаметром 1 мм. Образец закреплялся на универсальном манипуляторе и с его помощью подводился к концу анода на расстоянии 100–500 мкм. Использование манипулятора позволяло менять расстояние от образца до анода, а также перемещать анод вдоль плоскости образца и проводить исследования эмиссии в различных точках образца. При таких исследованиях расстояние анод–образец определялось по лимбу манипулятора при измерениях эмиссии по отношению к лимбу манипулятора, при котором возникал электрический контакт между анодом и образцом, т. е. когда анод касался поверхности образца. Поскольку такое касание может повредить поверхность образца, оно проводилось после завершения исследований эмиссионных характеристик в данном месте образца.

Вольт-амперные характеристики автоэлектронной эмиссии для углеродных слоев с нанотрубками приведены на рис. 2, а. По оси абсцисс отложено среднее электрическое поле  $E_{cp} = U/d$ , где  $U$  — приложенное напряжение, а  $d$  — расстояние анод–



Рис. 1. РЭМ-изображение углеродных слоев с нанотрубками, изготовленных методом химического осаждения углерода на Ni фольге

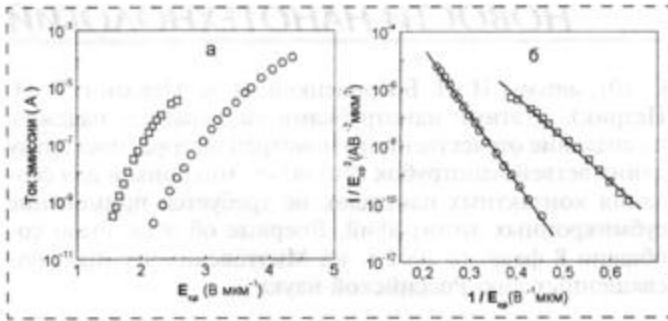


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики автоэлектронной эмиссии из углеродных слоев с нанотрубками, изготовленных на полированной Ni фольге (а); те же характеристики, построенные в координатах Фаулера—Нордгейма (б)

образец. Как видно на рисунке, эмиссионный ток на уровне  $10^{-10}$  А появляется при средней напряженности электрического поля  $E_{cp} = 1,5 \div 2,1$  В/мкм. Сила тока 1 мкА (плотность тока  $j \approx 100$  мкА/см<sup>2</sup>) достигается при  $E_{cp} = 2,3 \div 3,5$  В/мкм.

Автоэлектронная эмиссия из металлов описывается теорией Фаулера—Нордгейма. Согласно этой теории, плотность эмиссионного тока  $j$  связана с локальным электрическим полем вблизи поверхности острия  $E$  выражением

$$j \approx E^2 \exp\left(\frac{-6,8 \cdot 10^7 \phi^{3/2}}{E}\right), \quad (1)$$

где  $\phi$  — работа выхода эмиттера. Подставляя в эту формулу выражение для  $E = \beta E_{cp}$ , где  $\beta$  — коэффициент усиления поля, получим для плотности эмиссионного тока  $j$  следующее выражение:

$$j \approx (\beta E_{cp})^2 \exp\left(\frac{-6,8 \cdot 10^7 \phi^{3/2}}{\beta E_{cp}}\right). \quad (2)$$

Отсюда следует, что вольт-амперные характеристики автоэлектронной эмиссии в координатах  $\log j / E_{cp}^2 \sim 1/E_{cp}$  (в координатах Фаулера—Нордгейма) описываются прямой линией. Мы использовали теорию Фаулера—Нордгейма для анализа вольт-амперных характеристик автоэлектронной эмиссии из исследованных нами углеродных слоев с нанотрубками. Вольт-амперные характеристики для этих слоев, перестроенные в координатах Фаулера—Нордгейма, приведены на рис. 2, б. Как видно на рисунке, характеристики являются прямолинейными в данных координатах при изменении тока на 5–6 порядков. Определив из графика наклон вольт-амперной характеристики и предполагая, что  $\phi = 4,7$  эВ, как у графита, мы можем определить коэффициент усиления поля  $\beta$ . Значение  $\beta = 1300 \div 2000$  свидетельствует о сильной концентрации электрического поля вблизи концов нанотрубок.

\*\*\*

Каталитическая активность массивных никелевых подложек в процессах выращивания углеродных нанотрубок может быть существенно повышена в результате механической полировки поверхности. Полировка формирует приповерхностный слой наноструктурного никеля, что увеличивает число каталитически активных центров и резко ускоряет диффузию углерода в пределах такого слоя. Углеродные нанотрубки выращены на поверхности механически полированных никелевых подложек методом химического осаждения углерода из углеводородов. Структура нанотрубных слоев и структура отдельных нанотрубок в них изучены методами электронной микроскопии. Автоэмиссионные характеристики, построенные в координатах Фаулера—Нордгейма, были прямолинейны при изменении тока на 5–6 порядков.

#### Список литературы

- Harris P. J. F. Carbon nanotubes and related structures. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.
- Bonard J. M., Salvelat J. P., Stöckli T. et al. Field emission applications and clues to the emission mechanism // Applied Physics 1999. A69. 245 p.
- Dimitrijevic S., Withers J. C., Mammana V. P. et al. Electron emission from films of carbon nanotubes and ta-C coated nanotubes // Applied Physics Letters. 1999. 75. 17. 2680 p.
- Gröning O., Küttel O. M., Emmenegger Ch. et al. Field emission properties of carbon nanotubes // Journal of Vacuum Science and Technology. 2000. B18. 2. 665 p.
- Saito Y., Uemura S. Field emission from carbon nanotubes and its application to electron sources. Carbon. 2000. 38. 169 p.
- Rodriguez N. M. A review of catalytically grown carbon nanofibers // Journal of Materials Research. 1993. 8. 12. 3233 p.
- Bernardo C. A., Lobo L. S. Kinetics of carbon formation from acetylene on nickel // Journal of Catalysis. 1975. 37. P. 267–278.
- Kukovitsky E. F., Chernozatonskii L. A., L'vov S. G. et al. Carbon nanotubes of polyethylene // Chemical Physical Letters. 1997. 266. 323 p.
- Kiselev N. A., Sloam J., Zacharov D. N. et al. Carbon nanotubes from polyethylene precursor: structure and structural changes caused by thermal and chemical treatment revealed by HREM. Carbon. 1998. 36. 7/8. 1199 p.
- Kehrer V., Leidheiser H. The catalytic decomposition of carbon monoxide on large metallic single crystals // The Journal of Physical Chemistry. 1954. 58. 550 p.
- Bernardo C., Trimm D. Structural factors in the deposition of carbon on nickel. Carbon. 1976. 14. P. 225–228.
- Mavrikakis M., Hammer B., Norskov J. K. Effect of strain on the reactivity of metal surfaces // Physical Review Letters. 1998. 81. P. 2819–2822.
- Fisher P. C. Calculation of diffusion penetration curves for surface and grain boundary diffusion // Journal of Applied Physics. 1951. 22. 74.
- <http://www.ing.unitn.it/~luttero/maud/index.html>
- Валиев Р. З., Александров И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000.
- Валиев Р. З., Мусалимов Р. Ш. Электронная микроскопия высокого разрешения нанокристаллических материалов // ФММ. 1994. Т. 78. С. 114–121.
- Hammer B., Morikawa Y., Norskov J. K. CO chemisorption at metal surfaces and overlayers // Physical Review Letters. 1996. 76. P. 2141–2144.
- Gsell M., Jakob P., Menzel D. Effect of substrate strain on adsorption // Science, 1998. 280. P. 717–720.



## Нанотрубки самоорганизуются в элементы цепей

В результате исследований в институте Purdue (Западный Лафайетт, Индиана) из молекул-строителей были созданы нанотрубки с диаметром порядка 100 атомов, из которых впоследствии были сформированы элементы цепи.

Исследовательская группа профессора Nicham Fennig разработала молекулы-"родители" для создания нанотрубок, которые в водной среде первоначально образуют тонкие кольца. Далее эти кольца объединяются в длинные трубки. Снаружи у основных молекул находятся своеобразные "крючки", на которых могут собираться остальные молекулы с тем, чтобы в результате образовать нанотрубку для применения в электронике.

До сих пор Fennig продемонстрировал два типа молекул-"родителей": с помощью одних выращаются обычные проводящие трубки, с помощью других — трубки для устройств, работающих со светом. Создание компонентов электроники — следующий шаг в его исследованиях.

С Fennig сотрудничают его коллеги Bo-Laing Deng, Alexander Ribbe, Klass Hallenga из университета Purdue и Jaby Jacob, Pappannan Thiyagarajan из национальной лаборатории в Argonne.

Устройства, названные розеточными нанотрубками, Fennig собирается запатентовать как новый класс самоорганизующихся органических систем. Вдоль всей нанотрубки по центру тянется полый канал с перестраиваемыми внутренним и внешним диаметрами. С внешней стороны расположены меньшие каналы, позволяющие применять такую нанотрубку для различных целей в электронике.

"Мы создали системы, которые могут быть синтезированы и изменены почти как угодно. Они сродни биологическим. Наши нанотрубки создаются в процессе самоорганизации и самосборки. Мы делаем не углеродные нанотрубки, а нанотрубки, состоящие из углерода, азота, водорода и кислорода", — сообщил Fennig. "Это не система с ковалентными связями, как углеродная нанотрубка; атомы в ней не жестко соединены в динамическую структуру, способную переходить в более стабильное состояние. Мы создали термодинамическую систему, которая реагирует на те условия, в какие вы ее помещаете. Это приспособляющийся материал".

Внешние каналы трубки, формируемые благодаря притяжению молекул, по размеру меньше, но более многочисленны. В биологических целях центральный канал может быть использован для перекачки заряженных ионов в определенном направлении, в то время как боковые каналы будут пропускать меньшие по размерам ионы с тем же количеством заряда в противоположном направлении, поддерживая таким образом электрическую нейтральность.

EE Times, March 26, 2002 (2:40 p. m. EST)

*Наш комментарий.* Методами холодной деструкции из природного графита можно также создавать нанотрубки сложной топологии, в частности, так называемые ветвящиеся нанотрубки (см. Микросистемная техника. 2002. № 1. С. 41, авторы В. В. Минаев, В. К. Неволин, В. И. Петрик; Известия вузов. Электроника, 2002. № 2.

С. 101, авторы И. И. Бобринецкий, В. К. Неволин, В. И. Петрик). С этими нанотрубками связываются надежды на создание отечественного нанотранзистора, поскольку длина ветвей нанотрубок составляет микроны и для создания контактных площадок не требуется применение субмикронных литографий. Впервые об этом было сообщено 8 февраля 2002 г. на Мизэтовских чтениях, посвященных дню Российской науки.

## Молекулярные переключатели на основе углеродных нанотрубок

Для создания наноприборов необходимы, в частности, наноразмерные переключатели. Удобным материалом для таких устройств являются углеродные нанотрубки и фуллерены. В теоретической работе немецких ученых рассматривается возможность создания наномасштабного переключателя на чисто углеродной основе.

Теоретики из Технического университета в Дрездене и Регенсбургского университета рассчитали свойства линейного переключателя, состоящего из двух одностенных нанотрубок и молекулы  $C_{60}$ . Проводимость в такой системе может сильно (более чем на три порядка) меняться либо при изменении ориентации молекулы  $C_{60}$ , либо при повороте углеродной нанотрубки вокруг собственной оси. Это связано с тем, что перекрытие волновых функций для контакта нанотрубка—фуллерен сильно зависит от точной атомной конфигурации. Изменить конфигурацию системы предполагается, например, с помощью острого сканирующего туннельного микроскопа.

R. Gutierrez, G. Fagas, G. Guniberti et al. Phys. Rev. B, v. 65, 1134 (2002).

## Новая униформа, изготовленная с применением нанотехнологий, сделает солдат США невидимыми

Эта заметка вызвала живейшее обсуждение, и мы не могли пройти мимо.

Для армии США создается новая военная униформа, которая сможет сделать солдат почти невидимыми, придаст им нечеловеческую силу и обеспечит мгновенную медицинскую помощь.

Массачусетский Технологический Институт (МТИ) усиленно работает над этой задачей. Правительство США предоставило институту грант в размере 50 млн долл., чтобы создать броню, которая не только защитит от пуль, биологических и химических средств, но и сможет обнаружить источник опасности.

"До желаемого результата еще весьма далеко, но это уже не научная фантастика," — говорит Нед Томас, директор созданного на базе МТИ Института Нанотехнологий Солдата (affiliated Institute for Soldier Nanotechnologies). Все это станет возможным с развитием нанотехнологий. Эти технологии позволят создавать миниатюрные устройства, которые потом будут использованы в ткани униформы.

Суперзаряженные ботинки смогут концентрировать энергию, благодаря чему солдату в прыжке удастся пре-

одолевать препятствия высотой 6 м. Микрореакторы (Microreactors) смогут обнаружить кровотечение и, регулируя давление, остановить его. Сверхпрочный костюм, созданный с применением углеродных нанотрубок и обладающий способностью к отклонению света, будет гармонизировать почти с любой средой и сделает солдата почти "невидимым".

Исследовательские центры МТИ работали с идеями нанотехнологий задолго до сотрудничества с армией.

<http://www.usatoday.com/life/cyber/tech/2002/03/04/14/army-uniform.htm>

## Спирт обещает прорыв в производстве нанотрубок

Исследовательская группа Токийского Университета под руководством Ючи Хироэ (Yoichi Hirose) недавно научилась с помощью простого оборудования успешно синтезировать углеродные нанотрубки из спирта и виски.

Команда Хироэ (Hirose) вставила нагреватель и никелевую пластинку в стеклянную бутылку, заполненную парами алкоголя. При достижении температуры примерно 2000 °C на никелевой пластинке образовалась сажа. Часть этой сажи состояла из углеродных нанотрубок.

Позже они использовали 96 градусный спирт и 54 градусное виски вместо чистого алкоголя и успешно воссоздали малую часть материала. Нанотрубки не образовались из смеси с малым содержанием алкоголя.

Этот процесс еще требует более тщательного объяснения, но, по-видимому, атомы углерода отделяются от алкоголя при высокой температуре и высаживаются на металлическую подложку в виде нанотрубок.

Команда Хироэ (Hirose) также синтезировала алмазы из алкогольных напитков. Процесс был описан в учебнике по химии для высшей школы.

<http://www.nanotechnews.com>  
03.04.2002

**В. К. Неволин**, д-р физ.-мат. наук, проф.,  
**Н. А. Гусева, А. Козлов**  
E-mail: vkn@micee.ru  
<http://www.micee.ru/m/projects/ntmtd>

## РФФИ СТРАНИЧКА РФФИ

*В этом номере мы продолжаем публикацию аннотационных отчетов, полученных в инициативных научных проектах в области математики, информатики, механики, химии и физики и поддержанных РФФИ по итогам конкурса 1997 г. (начало см. в № 1—12, 2001 г., № 1—6, 2002 г.). Данные по исполнителям проектов можно найти в "Информационном бюллетене РФФИ" № 5 за 1997 г.*

<http://intra.rfbr.ru>

## АННОТАЦИОННЫЕ ОТЧЕТЫ ПО ТЕМАМ РФФИ

### Разработка статистически оптимальных методов оценивания состояния и обнаружения внезапных изменений в нелинейных динамических системах, подверженных случайным воздействиям

Номер проекта: 97-02-16525-а  
Год предоставления отчета: 1997

Разработаны строгие статистически оптимальные методы оценивания и обнаружения изменений параметров ("разладок") в нелинейных динамических системах, подверженных случайным воздействиям. Получены рекуррентные уравнения для апостериорных плотностей вероятности параметров наблюдаемой марковской последовательности с учетом их скачкообразных изменений в случайный момент времени. Найден приближенный алгоритм вычисления оптимальных в среднеквадратическом смысле оценок и апостериорных дисперсий параметров наблюдаемых процессов, описываемых общей регрессионной моделью при белых гауссовских шумах. В качестве примера рассмотрена задача, когда наблюдае-

мый временной ряд задан авторегрессионной моделью. Приведены результаты численного моделирования работы алгоритма.

Методами марковской теории нелинейной фильтрации случайных процессов решена задача наискорейшего обнаружения скачкообразного изменения параметров сигналов в непрерывном времени. Сформулированы оптимальные правила определения моментов "остановки" процесса после обнаружения "разладки" для различных функций потерь, в том числе и неквадратичных. Показано, что в момент остановки минимизируются средние апостериорные потери. Найдены выражения для функций апостериорных потерь. Показано, что для решения задачи скорейшего обнаружения разладки можно использовать выведенные ранее алгоритмы оптимального оценивания момента появления скачка.

Решена смешанная задача наискорейшего обнаружения появления и оценивания параметров тренда среднего значения стохастического временного ряда, наблюдаемого в смеси с шумом. Тренд моделировался полиномиальной функцией, параметры которой изменяются скачком в случайный момент времени. Задача решена

одолевать препятствия высотой 6 м. Микрореакторы (Microreactors) смогут обнаружить кровотечение и, регулируя давление, остановить его. Сверхпрочный костюм, созданный с применением углеродных нанотрубок и обладающий способностью к отклонению света, будет гармонизировать почти с любой средой и сделает солдата почти "невидимым".

Исследовательские центры МТИ работали с идеями нанотехнологий задолго до сотрудничества с армией.

<http://www.usatoday.com/life/cyber/tech/2002/03/04/14/army-uniform.htm>

## Спирт обещает прорыв в производстве нанотрубок

Исследовательская группа Токийского Университета под руководством Ючи Хироэ (Yoichi Hirose) недавно научилась с помощью простого оборудования успешно синтезировать углеродные нанотрубки из спирта и виски.

Команда Хироэ (Hirose) вставила нагреватель и никелевую пластинку в стеклянную бутылку, заполненную парами алкоголя. При достижении температуры примерно 2000 °C на никелевой пластинке образовалась сажа. Часть этой сажи состояла из углеродных нанотрубок.

Позже они использовали 96 градусный спирт и 54 градусное виски вместо чистого алкоголя и успешно воссоздали малую часть материала. Нанотрубки не образовались из смеси с малым содержанием алкоголя.

Этот процесс еще требует более тщательного объяснения, но, по-видимому, атомы углерода отделяются от алкоголя при высокой температуре и высаживаются на металлическую подложку в виде нанотрубок.

Команда Хироэ (Hirose) также синтезировала алмазы из алкогольных напитков. Процесс был описан в учебнике по химии для высшей школы.

<http://www.nanotechnews.com>  
03.04.2002

**В. К. Неволин**, д-р физ.-мат. наук, проф.,  
**Н. А. Гусева, А. Козлов**  
E-mail: vkn@micee.ru  
<http://www.micee.ru/m/projects/ntmtd>

## РФФИ СТРАНИЧКА РФФИ

*В этом номере мы продолжаем публикацию аннотационных отчетов, полученных в инициативных научных проектах в области математики, информатики, механики, химии и физики и поддержанных РФФИ по итогам конкурса 1997 г. (начало см. в № 1—12, 2001 г., № 1—6, 2002 г.). Данные по исполнителям проектов можно найти в "Информационном бюллетене РФФИ" № 5 за 1997 г.*

<http://intra.rfbr.ru>

## АННОТАЦИОННЫЕ ОТЧЕТЫ ПО ТЕМАМ РФФИ

### Разработка статистически оптимальных методов оценивания состояния и обнаружения внезапных изменений в нелинейных динамических системах, подверженных случайным воздействиям

Номер проекта: 97-02-16525-а  
Год предоставления отчета: 1997

Разработаны строгие статистически оптимальные методы оценивания и обнаружения изменений параметров ("разладок") в нелинейных динамических системах, подверженных случайным воздействиям. Получены рекуррентные уравнения для апостериорных плотностей вероятности параметров наблюдаемой марковской последовательности с учетом их скачкообразных изменений в случайный момент времени. Найден приближенный алгоритм вычисления оптимальных в среднеквадратическом смысле оценок и апостериорных дисперсий параметров наблюдаемых процессов, описываемых общей регрессионной моделью при белых гауссовских шумах. В качестве примера рассмотрена задача, когда наблюдае-

мый временной ряд задан авторегрессионной моделью. Приведены результаты численного моделирования работы алгоритма.

Методами марковской теории нелинейной фильтрации случайных процессов решена задача наискорейшего обнаружения скачкообразного изменения параметров сигналов в непрерывном времени. Сформулированы оптимальные правила определения моментов "остановки" процесса после обнаружения "разладки" для различных функций потерь, в том числе и неквадратичных. Показано, что в момент остановки минимизируются средние апостериорные потери. Найдены выражения для функций апостериорных потерь. Показано, что для решения задачи скорейшего обнаружения разладки можно использовать выведенные ранее алгоритмы оптимального оценивания момента появления скачка.

Решена смешанная задача наискорейшего обнаружения появления и оценивания параметров тренда среднего значения стохастического временного ряда, наблюдаемого в смеси с шумом. Тренд моделировался полиномиальной функцией, параметры которой изменяются скачком в случайный момент времени. Задача решена

методами развитой ранее теории оптимальной нелинейной фильтрации импульсных марковских процессов. В качестве примера рассмотрен приближенный алгоритм обнаружения и оценивания параметров кусочно-линейного тренда. Приведены результаты численного моделирования синтезированного алгоритма.

Разработаны оптимальные алгоритмы оценивания состояния динамической системы с учетом обнаружения нескольких различных по форме импульсных возмущений на интервале наблюдений. Статистическое моделирование вышеперечисленных алгоритмов обнаружения и оценивания показало их высокую эффективность по сравнению с известными процедурами обработки нестационарных случайных процессов.

### **Разработка метода резонансного магнитного рассеяния синхротронного излучения; комплексное исследование магнитного состояния поверхности редкоземельных материалов и слоистых наноструктур с использованием резонансной рентгеновской магнитооптики и магнитного рассеяния нейтронов**

Номер проекта: 97-02-17643-а

Год предоставления отчета: 1997

Создан теоретический базис резонансной рентгеновской магнитооптики как метода прецизионной магнитной диагностики редкоземельных слоистых наноструктур в условиях резонансного усиления магнитооптической активности редкоземельных ионов вблизи M4 и M5 краев поглощения рентгеновского излучения. В рамках этого теоретического базиса:

- исследованы механизмы аномально высокой магнитооптической активности редкоземельных ионов вблизи M4 и M5 краев поглощения рентгеновского излучения; определены магнитооптические параметры редкоземельных ионов в области внутриатомного 3d—4f-резонанса;
- разработана динамическая теория магнитной дифракции рентгеновского излучения на несоизмеримых спиральных наноструктурах в редкоземельных магнетиках, проведены расчеты кривых качания и поляризационной структуры нормальных мод в области чисто магнитного отражения для простой магнитной спирали;
- разработана теория резонансных магнитооптических эффектов в геометрии скользящего падения рентгеновского пучка и метод определения структурных характеристик приповерхностных слоев редкоземельных магнитных материалов, ультратонких магнитных пленок, мультислоев и сверхрешеток на основе анализа поляризационных магнитооптических эффектов вблизи критического угла полного внешнего отражения;
- созданы основы метода магнитного управления спектральными и поляризационными характеристиками рентгеновского излучения в области 3d—4f-резонанса с использованием магнитных наноструктур и резонансного отражения от поверхности редкоземельных оксидов, исследованы и паспортизованы магнитные свойства редкоземельных оксидов для использования в качестве эталонных материалов при экспериментальной отработке метода резонансного магнитного отражения синхротронного излучения.

### **Особенности электрических свойств сегнетоэлектрических кристаллов с несоизмеримыми фазами**

Номер проекта: 97-02-16762-а

Год предоставления отчета: 1997

В 1997 г. проведены исследования электрических и тепловых свойств сегнетоэлектриков в области структурных фазовых переходов различного типа. Основные из них следующие:

- исследования электрического отклика полидоменного кристалла сегнетоэлектрика на циклическое изменение температуры в области полярной фазы;
- исследования неравновесных явлений в несоизмеримой фазе кристалла  $Rb_2ZnCl_4$  в области сегнетоэлектрического фазового перехода;
- исследование тепловых свойств кристаллов  $Cs_2HgCl_4$  и  $SC(NH_2)_2$  в области фазовых переходов.

В результате проведенных экспериментальных исследований обнаружены новые особенности термодинамических свойств, которые расширяют и углубляют известные представления о свойствах кристаллов. Получены следующие результаты:

- регистрация особенностей гистерезиса диэлектрического отклика сегнетоэлектрика при циклическом изменении температуры может являться еще одним экспресс-методом обнаружения долговременных метастабильных состояний электрической доменной структуры;
- выявлены некоторые особенности неравновесных явлений в несоизмеримой фазе сегнетоэлектрика.

Показано, что время релаксации к равновесному состоянию с температурой изменяется по экспоненциальному закону.

В кристалле  $Cs_2HgCl_4$  проведено исследование теплоемкости в области фазовых переходов. Обнаружен новый фазовый переход.

### **Изучение нелинейных свойств сложных магнетиков**

Номер проекта: 97-02-17097-а

Год предоставления отчета: 1997

♦ Исследована динамическая восприимчивость второго порядка в параллельных статическом и переменном гармоническом магнитных полях трех слабо оксигенированных монокристаллов  $La_{2-x}CuO_{4+x}$  ( $x < 0,03$ ) с различными  $T_{Нееля}$  (222 К для образца № 1, 272 К для № 2 и 243 К для № 3). На всех образцах отклик обнаруживает черты, характерные для антиферромагнетика со слабым ферромагнетизмом (СФ). Эти новые магнитные свойства отнесены к богатой кислородом фазе, которая образуется в процессе фазового разделения избыточного кислорода. Показано, что СФ может быть связан с упорядочением избыточного кислорода в слои (между  $LaO$  плоскостями), периодически чередующиеся вдоль перпендикулярного  $CuO_{\{2\}}$ -плоскостям направления (staging). Отклик кристаллов № 1 и № 3 наблюдался в окрестности  $T_{Нееля}$  и имел критическое усиление. Предложена простая модель СФ домена, позволяющая количественно описать полевую зависимость сигнала кристалла № 3 выше  $T_{Нееля}$ . Это обеспечило базу для сравнительного анализа данных кристаллов № 1 и

№ 3. Отклик кристалла № 2 найден ниже  $T$  Нееля. Его особенности отражают изменение и разрушение первоначального магнитного порядка в образующейся богатой кислородом фазе.

◆ Основным результатом исследования динамической продольной восприимчивости кубического ферромагнетика  $\text{CdCr}_{2}\text{Se}_{4}$  в глубоко упорядоченной фазе является обнаружение скейлинговой частотной зависимости восприимчивости в широком интервале частот  $F > F_{\text{cr}}$ . При этом кроссоверный масштаб  $F_{\text{cr}}$  индуцируется слабым внутренним полем, а динамический индекс слабо зависит от температуры. Показано, что экспериментальные данные по частотной и полевой зависимостям восприимчивости хорошо описываются в предположении, что соответствующий коэффициент Онзагера является монотонной динамической функцией частоты и в первом приближении не зависит от величины приложенного поля.

### Модификация оптических и диэлектрических свойств высокодисперсных поликристаллов при ионно-термическом воздействии

Номер проекта: 97-02-16850-а

Год предоставления отчета: 1997

Установлено влияние температуры облучения на концентрацию, заселенность, зарядовое состояние радиационных дефектов в пиролитическом нитриде бора. В рамках модели непрерывно распределенных по энергии в запрещенной зоне локализованных состояний доноров и акцепторов определены качественно положение уровня Ферми, вклады в проводимость прыжковых компонент переноса и активационной составляющих  $n$ - и  $p$ -типа. Прослежена трансформация параметров биографических и радиационных дефектов при постимплантационной термообработке, определена относительная термическая стабильность дефектов донорного и акцепторного типов. Облучение ионами при высокой температуре уступает традиционной имплантации по снижению сопротивления, однако формирует более стабильные комплексы акцепторных дефектов и позволяет варьировать тип носителей заряда. Синхронные исследования характеристик электролюминесценции, проводимости, фотопроводимости позволили детализовать непрерывное распределение уровней в запрещенной зоне модифицированного нитрида бора. Модель экспериментально определенной структуры запрещенной зоны согласована с параметрами теоретически рассчитанных зонных спектров бездефектного кристалла. Определено влияние электронных переходов между локальными узкими уровнями радиационных и биографических дефектов и зонами, а также переходов внутри оптической подзоны на свойства. Определен вклад в электроперенос рекомбинации квазисвободных носителей заряда с дефектами.

### Терагерцовые осцилляции Блоха в сверхрешетках GaAs/AlGaAs

Номер проекта: 97-02-16833-а

Год предоставления отчета: 1997

Блоховские осцилляции наблюдались в полупроводниковых сверхрешетках GaAs/AlGaAs с использованием

разнообразных нелинейнооптических методик. Однако необходимо доказать, что наблюдаемые этими методами квантовые биения между состояниями Ванье—Штарковской лестницы связаны с истинно пространственными осцилляциями волнового пакета. В выполненных работах предложена экспериментальная методика, которая позволила измерять непосредственно пространственное смещение центра масс волнового пакета. Осциллирующие блоховские волновые пакеты создают макроскопический дипольный момент, дополнительное электрическое поле которого может проявляться в виде периодического сдвига энергий оптических переходов между состояниями Ванье—Штарковской лестницы. Амплитуда спектрального сдвига линий сигнала четырехволнового смещения может служить мерой пространственных смещений центра масс электронного волнового пакета. Из анализа экспериментальных результатов продемонстрировано, что волновой пакет совершает гармонические пространственные смещения в соответствии с критерием Блоха.

### Феноменологическая теория и моделирование процессов перемагничивания высокоанизотропных сплавов на основе соединений редкоземельных металлов

Номер проекта: 97-02-17647-а

Год предоставления отчета: 1997

В соответствии с планом исследований на 1997 г. были проведены экспериментальные исследования магнитных свойств гидридов и нитридов соединений РЗМ с  $3d$ -металлами типа  $R_4T_3$  и  $R_3T_2$  ( $R$ —Er, Ho, Y;  $T$ —Ni, Co). При больших концентрациях РЗМ в соединениях РЗМ— $3d$ —металл магнитоупорядочены только при низких температурах, а соединения с водородом, азотом и бором еще не исследованы; таким образом, выбор РЗМ определялся значением магнитного момента атома РЗМ. Были приготовлены соединения:  $Y_3Ni_2$ ,  $Er_4Ni_3$ ,  $Er_3Ni_2$ ,  $Ho_4Ni_3$ ,  $Ho_3Ni_2$ ,  $Ho_4Co_3$ ,  $Y_3Co_2$ ,  $Er_3Co_2$  и гидриды следующих составов:  $Y_3Ni_2H_{6,8}$ ;  $Y_3Ni_2H_{7,2}$ ;  $Er_3Ni_2H_7$ ;  $Er_3Ni_2H_{8,8}$ ;  $Ho_3Ni_2H_{8,5}$ . На всех соединениях измерены полевые и температурные зависимости магнитного момента, определены магнитные восприимчивости. Расширены алгоритмы программы моделирования гистерезисных характеристик магнита и в результате модельных расчетов объяснены экспериментально обнаруженные особенности гистерезисных свойств. Показано, что прогиб на кривой размагничивания при температурах 4,2—130 К обусловлен двумя факторами: спиориентационным переходом и отклонением ориентации зерен магнита от оси текстуры. При этом прогиб будет тем больше, чем ниже степень текстуры магнита.

Расчет петель гистерезиса, проведенный с учетом степени текстуры, теоретически подтвердил наличие максимума на зависимости  $J_r(T)$  при температурах, близких к температуре спиориентационного перехода. Разработана концепция учета магнитоэлектронного взаимодействия между микрообъемами магнита в приближении среднего поля взаимодействия и межчастичного парного взаимодействия. Вариации в модельном ансамбле распределений полей возникновения доменной структуры (Ho) и характера межчастичного взаимодействия позволили получить на расчетных кривых раз-

магничивания скачкообразное изменение намагниченности, наблюдаемое ранее экспериментально при 4 К на сплавах Nd—Fe—В, легированных Dy и Tb.

Таким образом, все поставленные в плане на 1997 г. работы выполнены и проведена апробация созданной модели на примере борида Nd—Fe—В, где получено хорошее совпадение теоретических и экспериментальных угловых зависимостей коэрцитивной силы магнитов.

### Лазерно-индуцированные неустойчивости и самоорганизующиеся структуры на поверхности конденсированных сред при сканировании излучения

Номер проекта: 97-02-18289-а

Год предоставления отчета: 1997

Проведены экспериментальные исследования процессов разрушения поверхности металлов и тонких металлических пленок на воздухе сканируемым импульсно-периодическим лазерным излучением, направленные на выявление условий возникновения неустойчивостей и самоорганизующихся структур. Определен диапазон воздействий, при которых наблюдаются пульсации ширины теплового следа на поверхности массивных образцов и тонких пленках титана и алюминия. Исследование морфологии и химического состава образцов методами оптической и сканирующей электронной микроскопии, а также методами Оже-спектроскопии однозначно подтвердило определяющую роль газофазного окисления продуктов лазерной абляции титана и частичной конденсации оксидов на облученной поверхности.

Одновременно принципиально подтверждена предложенная ранее модель образования пульсирующего следа воздействия, основанная на формировании разветвленных обратных связей между изменением поглощения в зоне воздействия от импульса к импульсу и эффективностью разрушения поверхности и химического превращения его продуктов.

Теоретически рассмотрены мало изученные механизмы электродинамической неустойчивости контрастных прозрачных включений в прозрачной среде.

Сформированы наглядные представления об основных оптических процессах, ведущих к возникновению неустойчивости в подобных случаях:

- рост действующего поля за счет положительной обратной связи между величиной поля и нелинейной (по полю) добавкой к показателю преломления включения (включение как бы "разбухает" и его эффективный размер растет);
- резкое возрастание амплитуды поля во включении при достижении им некоторого "резонансного" размера, при котором возбуждается "шепчущая мода".

Показано, что учет нелинейных добавок к показателю преломления и поглощения материала и неоднородностей и их взаимного и совокупного влияния на электродинамические и тепловые процессы позволяет существенно уточнить условия возникновения и закономерности тепловой неустойчивости и перехода к разрушению пространственно неоднородных сред с малым поглощением.

### Получение и исследование свойств структур с (In, Ga)Sb квантовыми точками в матрицах GaSb и GaAs

Номер проекта: 97-02-18175-а

Год предоставления отчета: 1997

В течение 1997 г. была разработана технология получения InSb квантовых точек в GaSb матрице непосредственно в процессе эпитаксиального роста, основанная на эффекте спонтанной трансформации тонкого напряженного слоя InSb на массив квантовых точек. Были проведены оптические и структурные исследования этих объектов. С помощью метода просвечивающей электронной микроскопии показано, что осаждение слоя InSb с эффективной толщиной ~1,7 монослоя приводит к формированию наноразмерных квантовых точек с латеральными размерами ~100 Å. Структуры, содержащие эти квантовые точки, характеризуются высокой эффективностью фотолюминесценции. Увеличение эффективной толщины осажденного слоя более двух монослоев вызывает образование дислокаций и резкое падение интенсивности фотолюминесценции. Таким образом, было показано, что формирование данных квантовых точек происходит в узком диапазоне толщин InSb слоя (~1,5—2 монослоя). Были выращены структуры с повторяющимися циклами осаждения InSb, разделенными узкими прослойками GaSb. Это позволило сместить длину волны излучения в длинноволновую сторону вплоть до ~1,8 мкм. Все экспериментальные результаты являются новыми, а данные работы являются приоритетными в мире.

### Прецизионная микроволновая молекулярная спектроскопия в терагерцовом диапазоне частот

Номер отчета: 97-02-16593-а

Год предоставления отчета: 1997

Исследования в 1997 г. велись во всех указанных в заявке направлениях; результаты отражены в шести опубликованных в 1997 г. статьях и двух статьях, принятых к публикации. Результаты новы и значительны; многие из них определяют мировой уровень в своей области. К важнейшим результатам можно отнести отождествление линий воды в спектрах пятен на Солнце (Science, 277, 346—348 (1997)), базой для которого явился переход от расчетов методами теории возмущений, непригодными для описания больших эффектов жесткости при высоких уровнях возбуждения молекулы, к прямому вариационному решению уравнения Шредингера для ядер молекулы, впервые выполненному со спектроскопической точностью. С помощью новых методик были выполнены еще несколько работ. Важным продвижением в изучении имеющего большое значение димера воды стало исследование миллиметровых, субмиллиметровых и терагерцевых спектров восьми дейтерированных и протонированных его изотопомеров в сверхзвуковых пучках. Исследования высоковозбужденных состояний молекул включали исследования бифуркаций во вращательных спектрах трехатомных молекул. Исследования взаимодействий молекул (по уширению и сдвигу спектральных линий) включали продолжение сравнительных исследований параметров спектральных линий в частотной и временной областях для случая сторонних возмущаю-

ших газов и подготовку прецизионных экспериментальных методик для продолжения исследований неаддитивности столкновительных сдвигов спектральных линий молекул, при которой точность измерений была увеличена на порядок. Часть исследований была выполнена совместно с университетами городов Киль и Вупперталь (Германия), Лондон (Великобритания), Лилль (Франция) и Отделом молекулярной физики Национального института стандартов и технологии (США).

### Экситоны, межэкситонные, экситон-электронные и экситон-фотонное взаимодействия в низкоразмерных полупроводниковых системах

Номер отчета: 97-02-17948-а

Год предоставления отчета: 1997

♦ Исследована когерентная динамика экситонных волновых пакетов в InGaAs/GaAs квантовых проволоках с латеральными размерами  $L = 30-85$  нм методом четырехволнового смешивания. Определена зависимость энергии связи экситона от ширины проволоки. Выполнены расчеты, результаты расчета согласуются с экспериментом.

♦ С помощью метода четырехволнового смешивания исследована также дефазировка экситонов в квантовых проволоках вследствие рассеяния экситонов на акустических фононах в области 5–30 К. По изменению однородной ширины линии излучения найден коэффициент экситон-фононного рассеяния. Показано, что коэффициент взаимодействия увеличивается с уменьшением  $L$  вследствие влияния латерального конфайнмента на экситонную волновую функцию; величина эффекта хорошо согласуется с предсказаниями теории.

♦ Исследованы двух- и трехэкситонные комплексы в одиночных InGaAs/GaAs квантовых точках с латеральными размерами, слегка превышающими борковский радиус экситонов. Показано, что в двухэкситонном комплексе притяжение экситонов растет с уменьшением размера квантовой точки. Трехэкситонный комплекс удерживается от распада геометрическим потенциалом квантовой точки. Экситон-экситонное отталкивание в таком комплексе увеличивается с уменьшением размера квантовой точки и уменьшается с ростом магнитного поля. Для описания многоэкситонных состояний в квантовой точке предложена оболочечная модель, которая удовлетворительно описывает все экспериментальные результаты.

♦ Найдено, что ширина линии излучения экситонов из одиночной приповерхностной квантовой точки в несколько раз превышает ширину линии излучения из квантовых точек, расположенных далеко от поверхности. На основании теоретических расчетов изменения энергии экситона в квантовой точке при наличии дополнительного заряда на краю точки показано, что флуктуирующий во времени поверхностный заряд может служить причиной наблюдаемого уширения линии излучения экситона.

♦ Исследована дисперсия и энергетическая релаксация поляритонов в планарных микрорезонаторах в режиме сильного экситон-фотонного взаимодействия. Найдено, что фотонная мода с квазиимпульсом  $k = 0$  эффективно возбуждается через световую моду либо через экситонную моду с малыми квазиимпульсами. При больших  $k$  возбуждение через экситонную ветвь стано-

вится неэффективным из-за малого вклада световой моды в экситонную ветвь.

### Электрооптика квантоворазмерных гетероструктур на основе полупроводников групп А2В6 и А3В5 в синей и ближней ультрафиолетовой области спектра

Номер проекта: 97-02-18269-а

Год предоставления отчета: 1997

Разработано самосогласованное термодинамическое описание процессов при молекулярно-пучковой эпитаксии соединений в системе (Mg, Zn, Cd)(S, Se). Предложен и реализован режим управления молекулярными потоками, не требующий остановок роста на интерфейсах и использующий концепцию компенсации разнополярных напряжений в переменноразмерных многослойных гетероструктурах. С применением этого метода выращены лазерные структуры, использующие переменноразмерные ZnCdSe/ZnSSe короткопериодные сверхрешетки (КПСР) и множественные квантовые ямы (МКЯ) в качестве волноводной и активной областей. Продемонстрирована лазерная генерация при оптической накачке на длине волны 490 нм с пороговой плотностью  $20$  кВт/см<sup>2</sup> при температуре 300 К, а также синезеленые поверхностно-излучающие лазеры с внешним резонатором.

Проведены электрооптические исследования гетероструктур, содержащих слои ZnSe:N и ZnMgSSe:N с различными уровнями компенсации: концентрация свободных дырок варьировалась в диапазоне  $10^{16}-5 \cdot 10^{17}$  см<sup>-3</sup> при концентрации внедренных атомов азота порядка  $5 \cdot 10^{17}$  см<sup>-3</sup>. Обнаружена нестабильность компенсирующих центров, индуцируемая приложением внешнего электрического поля.

Исследованы структуры с субмонослойными CdSe вставками в ZnSe-матрицу, выращенные методами молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) и атомно-силовой эпитаксии (АСЭ). Обнаружено, что при росте АСЭ в диапазоне толщин от 0,15–3,0 монослоя коэффициент встраивания Cd в 3,5 раза меньше по сравнению с МПЭ ростом при тех же потоках Cd и Se. В обоих типах образцов обнаружена специфическая неоднородность линии экситонной ФЛ, объясненная сосуществованием квазиоднородного слоя твердого раствора и протяженных двумерных CdSe кластеров. Спектры низкотемпературной ФЛ измерены в ZnSe/CdSe субмонослойных сверхрешетках (СР). Спектральное положение и ширина линий, а также временные характеристики затухания ФЛ интерпретированы в рамках модели случайного перекрытия CdSe островков высотой 1 монослой и латеральными размерами, превышающими борковский радиус экситона.

Продемонстрирована возможность получения высококачественных эпитаксиальных слоев GaN как кубической, так и гексагональной модификаций на подложках GaAs при выращивании методом молекулярно-пучковой эпитаксии с применением гидразина. Продемонстрирована лазерная генерация при оптической накачке в GaN/AlGaN гетероструктурах, выращенных методом газовой эпитаксии. Лучшие пороговые плотности накачки получены на сколотых образцах и составляют  $35$  кВт/см<sup>2</sup> при 77 К и  $85$  кВт/см<sup>2</sup> при нормальной температуре на длинах волн 357 и 370 нм соответственно.

# ИНФОРМАЦИЯ

## 10<sup>th</sup> International Symposium NANOSTRUCTURES Physics and Technology St Petersburg, Russia, 17–21, June 2002 ANNOUNCEMENT & CALL FOR PAPERS

### ORGANIZERS

- Scientific Engineering Center for Microelectronics at the Ioffe Institute
- Ioffe Physico-Technical Institute

### IN ASSOCIATION WITH

- Institutions of the Russian Academy of Sciences
- Division of General Physics and Astronomy
  - St Petersburg Scientific Center
  - Ministry of Industrie, Science and Technologies of Russia
  - Research Council for the Project *Physics of Solid State Nanostructures*

### CO-CHAIRS

- Zh. ALFEROV (Russia)
- L. ESAKI (Japan)

### SPONSORS

- Russian Academy of Sciences
- Ministry of Industrie, Science and Technologies of Russia
- Russian Foundation for Basic Research
- AIXTRON AG, Germany
- European Office of Aerospace Research and Development of the United States Air Force
- Office of Naval Research International Field Office of the United States Navy
- SPIE — The International Society for Optical Engineering

### FOREWORD

The annual International Symposium on Nanostructures is chaired by two Nobel Prize winners, Professor Zh. Alferov and Professor L. Esaki, and is traditionally organized by the Ioffe Institute that is still pioneering in many directions of this impetuously developing area. The Symposium was launched in 1993 by its Co-Chairs as one of the first in an area that now is becoming one of the leading within modern solid state physics and technology.

The aim of this Symposium is to focus on the newest achievements in physics, technology and applications of the solid state nanostructures and to bring together in the meeting various groups working actively in these very important directions all over the world. The Symposium scientific program will cover a wide range spectrum of physical phenomena, both basic and applied, and technological aspects related to nanostructures.

### LOCATION AND DATE

The forthcoming symposium is considered as a jubilee one that will be held in **St Petersburg, June 17–21, 2002** and we will arrange it as a **3-day river tour<sup>New!</sup>** along a circular route (St Petersburg—Kizhi—Valaam—St Petersburg). A comfortable four-deck motor ship built in Germany will be used for the trip where at your service there are comfortable single, double and three-seater cabins with all facilities. The Opening and Closing Plenary sessions will be held at the **Educational Center** of the Ioffe Institute.

This is the time of so-called "White Nights" in St Petersburg and we are certain that you and your family will also enjoy the many cultural places that St Petersburg and its suburbs offers.

### SYMPOSIUM COMMITTEES

#### International Advisory Committee

- |                             |                                     |
|-----------------------------|-------------------------------------|
| <b>Zh. Alferov</b> (Russia) | <b>N. Holonyak Jr.</b> (USA)        |
| <b>Y. Arakawa</b> (Japan)   | <b>L. Keldysh</b> (Russia)          |
| <b>A. Aseev</b> (Russia)    | <b>G. Landwehr</b> (Germany)        |
| <b>D. Bimberg</b> (Germany) | <b>J. Merz</b> (USA)                |
| <b>L. Esaki</b> (Japan)     | <b>M. Shur</b> (USA)                |
| <b>S. Gaponov</b> (Russia)  | <b>M. Skolnick</b> (United Kingdom) |
| <b>E. Gornik</b> (Austria)  | <b>R. Suris</b> (Russia)            |
| <b>Yu. Gulyaev</b> (Russia) | <b>B. Zakharchenya</b> (Russia)     |

#### Programme Committee

- |   |  |
|---|--|
| <b>R. Suris</b> , Chair (St Petersburg)         | <b>Z. Krasil'nik</b> (Nizhni Novgorod) |
| <b>V. Evtikhiev</b> , Secretary (St Petersburg) | <b>V. Kulakovskii</b> (Chernogolovka)  |
| <b>A. Andronov</b> (Nizhni Novgorod)            | <b>M. Kupriyanov</b> (Moscow)          |
| <b>N. Bert</b> (St Petersburg)                  | <b>I. Merkulov</b> (St Petersburg)     |
| <b>A. Chaplik</b> (Novosibirsk)                 | <b>V. Panov</b> (Moscow)               |
| <b>V. Dneprovskii</b> (Moscow)                  | <b>E. Poltoratskii</b> (Moscow)        |
| <b>B. Egorov</b> (St Petersburg)                | <b>N. Sibeldin</b> (Moscow)            |
| <b>A. Gippius</b> (Moscow)                      | <b>V. Timofeev</b> (Chernogolovka)     |
| <b>S. Gurevich</b> (St Petersburg)              | <b>V. Volkov</b> (Moscow)              |
| <b>Yu. Kopayev</b> (Moscow)                     | <b>L. Vorobjev</b> (St Petersburg)     |
| <b>P. Kop'ev</b> (St Petersburg)                |  |

#### Organizing Committee

- M. Mizerov**, Chair (Center for Microelectronics)  
**V. Grigor'yants**, Vice-Chair (Ioffe Institute)  
**B. Egorov**, Secretary (Ioffe Institute)  
**D. Donskoy** (St Petersburg Scientific Center)  
**G. Mikhailov** (Ioffe Institute)  
**N. Sibeldin** (Lebedev Physical Institute)  
**E. Solov'eva** (Ioffe Institute)  
**V. Zayats** (Division of General Physics and Astronomy)

#### LANGUAGE

All contributions should be presented in English that is the official language of the Symposium. No simultaneous translation services will be provided.

#### GENERAL TOPICS

- Growth and Fabrication of Nanostructures
- Nanostructure Characterization and Novel Atomic-Scale Probing Techniques
- Physical Effects in Quantum Wells, Quantum Wires, Quantum Dots and Superlattices
- Novel Device Applications

The emphasis will be on the physics and technology of nanostructures based on III–V, II–VI, IV–IV and IV–VI compounds. However, presentations on other new materials and compositions are also welcome.

#### SYMPOSIUM FORMAT

The Symposium programme will comprise invited talks and contributed papers. The latter should be earlier unpublished works that either have been completed or are at their



final stages. All contributions will be refereed for technical merit and content by the Programme Committee on the basis of the extended abstracts submitted by authors. Main criteria for paper acceptance are originality, significance of presented results, quality and completeness of the abstracts. The accepted papers will be assigned to either oral or poster presentation at the discretion of the Programme Committee.

Invited and contributed talks will be presented in a single-session format at opening, closing and regular oral sessions. To promote the discussion time the number of oral presentations will be limited to about 60 papers.

There will be a few poster sessions. The total number of poster presentations will be limited to about 100 papers.

Oral presentations will conform to a 30-minute and 20-minute format (including 5 minutes for discussions) for invited and contributed papers, respectively. Each poster presenter will be provided with a 1x1 m board.

#### AIXTRON YOUNG SCIENTIST AWARD

Symposium Programme Committee and the Board of AIXTRON AG (Germany) established a special award to honour a young scientist who will present at the Symposium the best paper in the field of solid state nanostructures. The award consists of a diploma and a \$500 reward sponsored by AIXTRON AG.

The recipients of this Award are:

**1999 A. Kovsh** (Ioffe Institute, St Petersburg, Russia)

**2000 Th. Gruber** (Würzburg University, Würzburg, Germany)

**2001 I. Shorubalko** (Lund University, Lund, Sweden)

The awardee will be selected by the Award Committee from the Symposium participants nominated by the Programme Committee. The Chair of the Award Committee will announce the winner at the Award Ceremony scheduled for the last day of the Symposium.

#### SELECTION CRITERIA AND CONDITIONS OF ENTRY

The competition will be opened to scientists under the age of thirty-five from all over the world. In case of many authors' papers the principal author will be considered as an applicant for the award on behalf of others.

In addition to an extended abstract (no less than 4 pages) an applicant should also submit a separate sheet with complete information about the applicant: name; birthday; Ph.D. degree, if any; postal address; e-mail and fax number, to the Secretary of the Organizing Committee.

The main selection criterion will be the best demonstration of scientific achievements in the field of physics and technology of solid state nanostructures.

#### INVITED SPEAKERS

**Gerhard Abstreiter** Walter Schottky Institut, Technische Universität München, München, Germany

**Pulickel Ajayan** Department of Materials Science & Engineering, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, USA

**Manfred Bayer** Technical Physics, Julius-Maximilians-Universität, Würzburg, Germany

**Paola Borri** Experimental Physics II b, University of Dortmund, Germany

**Atomically precise semiconductor nanostructure devices by cleaved edge overgrowth**

**Building architectures with carbon nanotubes and exploring their applications**

**Title will be defined later**

**Temperature dependent homogeneous broadening and gain recovery dynamics in InGaAs quantum dots**

**Connie J. Chang-Hasnain**

Department of Electrical Engineering and Computer Science, University of California, Berkeley, USA

**Title will be defined later**

**Laurence Eaves**

School of Physics and Astronomy, University of Nottingham, United Kingdom

**Tunnel spectroscopy of self-assembled quantum dots: wavefunction mapping and addressing the dots with electrostatic gates**

**Jochen Feldmann**

Photonics and Optoelectronics Group, Center for NanoScience, Ludwig-Maximilians-Universität, München, Germany

**Optical switching and sensing with individual nanoparticles**

**Sergey Ganichev**

Institute for Experimental and Applied Physics, University of Regensburg, Germany

**Circular photogalvanic effects induced by spin orientation in quantum wells**

**Patrik Hoffmann**

Institute of Imaging and Applied Optics, Ecole Polytechnique Federal de Lausanne, Switzerland

**Limits of 3D nanostructuring by focused electron beam induced deposition**

**Eougenious Ivchenko**

Ioffe Institute, Russia

**Electron-hole exchange interaction in nanostructures**

**Klaus von Klitzing**

Max-Planck-Institute FKF, Stuttgart, Germany

**Physics and applications of Quantum Hall effects**

**Igor Kukushkin**

Institute for Solid State Physics Chernogolovka, Moscow region, Russia

**Microwave spectroscopy of composite fermions**

**Daniel Loss**

Department of Physics and Astronomy, University of Basel, Switzerland

**Spintronics and quantum information processing in nanostructures**

**Noboru Miura**

Institute for Solid State Physics, University of Tokyo, Japan

**Magneto-optical and cyclotron resonance study of semiconductor nanostructures in very high magnetic fields**

**Bo Monemar**

Department of Physics and Measurement Technology, Linköping University, Sweden

**Optical properties of InGaN and AlGaIn multiple quantum wells**

**Pierre Petroff**

Department of Electrical and Computer Engineering, University of California, Santa Barbara, USA

**Title will be defined later**

**Gernot Pomrenke**

Directorate of Physics and Electronics, Air Force Office of Scientific Research, USA

**Title will be defined later**

**Jan Schmidt**

Huygens Laboratory, Leiden Institute of Physics, Leiden University, The Netherlands

**Optical and magnetic-resonance spectroscopy of single molecules**

**Gregory Snider**

Department of Electrical Engineering, University of Notre Dame, USA

**Experimental developments in quantum-dot cellular automata**

**Michael Shur**

Department of Electrical, Computer, and Systems Engineering, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, USA

**Nanostructures on flexible substrates**

**Joachim Wolter**

Semiconductor Physics, Eindhoven University of Technology, The Netherlands

**Challenges in integration of opto-electronic quantum devices on InP**

#### CORRESPONDENCE

Secretary of the Organizing Committee:

**B. Egorov**

Ioffe Institute, 26 Polytechnicheskaya, St Petersburg 194021, Russia

Phone: (812) 247 2617, 247 4059

Fax: (812) 247 1017, 247 8640