Nº 3 ♦ 2003

#### МЕЖЛИСПИПЛИНАРНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ И НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЖУРНАЛ

Выпускается при содействии

Министерства промышленности, науки и технологий Российской Федерации, Министерства образования Российской Федерации,

Российской Академии наук

Излается с 1999 г. ISSN 1684-6419

#### Главный редактор

Мальцев П. П.

Зам. гл. редактора Лучинин В. В.

#### Редакционная коллегия:

Антонов Б. И. Аристов В. В. Белоус А. И. Быков В. А. Васильев А. А. Васильев В. В. Волчихин В. И. Гапонов С. В. Горнев Е. С. Градецкий В. Г. Журавлев П. В. Захаревич В. Г. Каляев И. А. Кальнов В. А. Карякин А. А. Климов Д. М. Кузин А. Ю. Лифшиц В. Г. Мокеров В. Г. Мокров Е. А. Никитов С. А. Норенков И. П. Панич А. Е. Панфилов Ю. В. Петросянц К. О. Сауров А. Н. Сигов А. С. Станкевич В. Г. Старостин А. К. Степанов Ю. И.

#### Телец В. А. Релакция:

Сухопаров А. И.

Чаплыгин Ю. А.

Безменова М. Ю. Григорин-Рябова Е. В. Лысенко А. В.

Vane name as: Издательство "Новые технологии"

СОД	ED.	W/A	н	и	-
COA	LI	ZIXZ	LI	r i i	_

О подписке														+								36											9
------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	---	--	--	--	--	--	--	--	----	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	---

#### ЭЛЕМЕНТЫ МСТ И МИКРОСИСТЕМЫ

Соколов Л. В., Школьников В. М. Интегральный кремниевый мультисенсор давления — температуры с оптимизированной трехмерной микромеханической структурой и топологией на базе созданных матричных кристаллов . . . . . Михайлов П. Г. Пьезопленочные датчики, состояние и перспективы 

#### МАТЕРИАЛОВЕЛЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МСТ

Павлов С. В. Влияние граничных условий на поляризационный профиль Сресели О. М., Горячев Д. Н., Осипов В. Ю., Беляков Л. В., Вуль С. П., Серенков И. Т., Сахаров В. И., Вуль А. Я. Карбонизированный пористый 

#### НАНОТЕХНОЛОГИЯ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Корнилов В. М., Лачинов А. Н. Модификация поверхности системы Si-SiO<sub>2</sub>-полимер с помощью сканирующего туннельного микроскопа. . Лазарук С. К., Лешок А. А., Борисенко В. Е. Электролюминесцентные структуры на основе кремниевых наночастиц, встроенных в анодный оксид алюминия...... Нохрин А. В., Макаров И. М. Особенности методики исследований

зеренной структуры нано- и микрокристаллических металлов методом атомно-силовой микроскопии . . . . . . . . . . .

#### КОНСТРУИРОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ МСТ

Дедков Г. В., Кясов А. А. Диссипативные флуктуационные силы и поток тепла между зондом сканирующего зондового микроскопа и поверхностью . . . . Льяченко В. А., Смирнов А. Б. Расчет и проектирование микроманипуляторов 

Аннотации статей журнала на русском и английском языках доступны по сети Internet no anpecy: http://www.microsystems.ru.

Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Стромынский пер., 4. Телефон редакции журнала (095) 269-5510. Е-шай: н⊕почех.ги Журнал зарегистрирован в Комитете Российской Федерации по печати. Свидетельство о регистрации № 018929 от 10.06.99. Дизайнер Т.Н. Погорелова. Технический редактор И.С. Павлова. Корректор М. Г. Джавадян

Саано в набор 30.12.2002. Подписано в печать 11.02.2003. Формат 60×88 1/8. Бумага офсетная. Печать офсетная. Усл.-печ. л. 4,9. Усл. кр.-отт. 6,86. Уч.-изд. л. 6,21. Заказ 240.

Отпечатано в Подольской типографии ГУП ЧПК, 142110, г. Подольск, ул. Кирова, 25

© Излательство "Новые технологии", "Микросистемная техника", 2003.

## Элементы МСТ и микросистемы

УЛК 681.208

Л. В. Соколов, канд. техн. наук, МАИ им. С. Орджоникидзе, НИИ Авиационного оборудования, В. М. Школьников, д-р техн. наук, МАИ им. С. Орджоникидзе

ИНТЕГРАЛЬНЫЙ КРЕМНИЕВЫЙ МУЛЬТИСЕНСОР ДАВЛЕНИЯ — ТЕМПЕРАТУРЫ С ОПТИМИЗИРОВАННОЙ ТРЕХМЕРНОЙ МИКРОМЕХАНИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ И ТОПОЛОГИЕЙ НА БАЗЕ СОЗДАННЫХ МАТРИЧНЫХ КРИСТАЛЛОВ

Разработан метод оптимизации интегральных мультисенсоров давления — температуры в целях улучшения линейности преобразовательной характеристики тензочувствительных мембранных элементов в области малых давлений и снижения кроссчувствительности для чувствительных элементов температуры.

Указанный метод, базирующийся на созданных нами матричных кристаллах, отличается высокой эффективностью. Дополнительное минимальное число фотошаблонов определяется только новой номенклатурой

мультисенсоров.

По результатам оптимизации изготовлен интегральный мультисенсор давления — температуры и датчик на его основе с повышенной точностью по каналу давления.

#### Введение

Одно из основных положений современной концепции развития авионики гражданских самолетов заключается в глубокой аппаратной и функциональной интеграции всей совокупности бортовых электронных систем на базе микропроцессорной техники. Реализация этого положения чрезвычайно сложна без применения в общесамолетных системах микроэлектронных сенсоров (датчиков) физико-механических параметров и их интеграции в бортовую информационно-вычислительную сеть.

В большинстве общесамолетных систем используются от десятков до сотен датчиков физикомеханических параметров. Значительную часть из числа указанных датчиков составляют датчики давления и температуры. Современные достижения микросистемной техники и технологии, стремительный рост интеграции на базе микроэлектроники и микромеханики, а также повышение надежности и стабильности микросенсоров и микроэлектромеханических систем дают основание ожидать в ближайшем будущем исключения дорогостоящих электромеханических приборов в общесамолетных системах и замены их интегральными микроэлектромеханическими приборами и системами.

Уже известно применение полупроводниковых датчиков в интегральных инерциально-аэрометрических системах, в гидросистемах и пневматике, в топливных системах, в системах кондиционирования воздуха и контроля за работой насосов [1].

Микроэлектронные технологии в сочетании с технологиями объемной и поверхностной микрообработки кремния создают принципиально новые возможности по функциональной и схемной интеграции с одновременным преобразованием нескольких физико-механических параметров, например, как в мультисенсоре давления — температуры.

Ожидается, что применение мультидатчиковой (многоканальной) подсистемы позволит повысить уровень производительности информационно-измерительных систем [2].

В настоящей статье обсуждается разработанный метод оптимизации мультисенсора давления — температуры с трехмерной микромеханической структурой в целях улучшения линейности преобразовательной характеристики тензочувствительного элемента давления (ТЧЭД) и снижения кроссчувствительности чувствительного элемента температуры (ЧЭТ) на основе разработанных и изготовленных базовых матричных кристаллов, различающихся геометрическим фактором и обеспечивающих варьирование топологическим рисунком мультисенсора.

## Основные вопросы проектирования и технологии изготовления

В основу проектирования данного объекта микросистемной техники были положены конкретные технические требования по созданию в одном полупроводниковом чипе первичного преобразователя давления и первичного преобразователя температуры с независимыми параметрами выходных сигналов.

Выгодным в техническом и экономическом плане нам представлялось решение с реализацией ТЧЭД и ЧЭТ на основе интегральных резисторов, сформированных стандартными методами планарной микроэлектронной технологии в монокристаллическом кремнии.

Принималось во внимание, что факторы, определяющие температурную зависимость характеристик для этих двух типов преобразователей, одинаковы и определяются известным из физики полупроводников выражением

$$R = R_0[1 + \eta(T - T_0)], \tag{1}$$

где  $R_0$  — сопротивление ненагруженного интегрального резистора при температуре  $T_0$ ;  $\eta$  — температурный коэффициент сопротивления (ТКС), значение и знак которого определяются типом проводимости и концентрацией носителей заряда.

При одинаковых температурных факторах для обоих чувствительных элементов необходимо иметь два типа интегральных резисторов, предельно различающихся значением ТКС, а именно, максимальной для ЧЭТ и минимальной для ТЧЭД.

Такие требования по ТКС можно обеспечить, используя процесс диффузии легирующих примесей в кремниевую подложку и учитывая при этом известные из физики полупроводников зависимости удельной электропроводности интегральных резисторов от поверхностной концентрации легирующей примеси [3]. Для ТЧЭД уровень легирования примесью должен быть оптимизирован с учетом температурной зависимости для коэффициента чувствительности (ТКЧ), которая должна быть минимальной.

Проведенный анализ кристаллографических зависимостей тензочувствительности интегральных резисторов позволил определить оптимальные направления ориентации тензо- и терморезисторов, оптимальные уровни легирования для ТЧЭД и ЧЭТ.

Другое важное техническое требование — мультисенсор должен измерять давление с повышеной точностью.

Известно, что основной вклад в суммарную погрешность интегрального тензопреобразователя давления вносит погрешность нелинейности [4].

Для улучшения линейности преобразовательной характеристики ТЧЭД была спроектирована специальная геометрия мембранной микромеханической структуры в виде профилированной с жестким центром мембраны (Е-тип), позволяющая уменьшить максимальный прогиб по сравнению с плоской мембраной (С-тип).

Для профилирования использовался метод глубинного анизотропного химического травления кремния в 33 %-ном водном растворе КОН со специальной маской, содержащей Т-образные элементы защиты выпуклых углов.

Оптимизация конструктивных параметров трехмерной микромеханической структуры ТЧЭД, а также топологии мультисенсора проводилась по результатам математического моделирования на матричных чипах, различавшихся геометрическим фактором микромеханической структуры

$$k = bh/a^2 \tag{2}$$

и имевших одну и ту же топологию, содержащую две матрицы из шести интегральных периферийных пьезорезисторов и две матрицы из трех интегральных терморезисторов (рис. 1).

В выражении (2) *a*, *b*, *h* — линейные размеры соответственно половины стороны квадратной мембраны, половины стороны квадратного основания жесткого центра, толщина мембраны.

Оптимизация микромеханической структуры осуществлялась в соответствии с разработанным методом [5].

#### Линейность преобразования как результат прецизионного проектирования и прецизионного изготовления мультисенсора

Прецизионность проектирования и изготовления интегрального мультисенсора давления — температуры оценивалась с использованием различных типов современных микроскопов: оптического WILD8, совмещенного с цифровой камерой DCS 315 фирмы KODAK, растрового цифрового электронного микроскопа JSM-6400 фирмы JEOL при ускоряющем напряжении 10 кВ (расстояние от образца до объекта 26 мм), конфокального микроскопа Nikon Iclip (РLµ Confocal Imaging Profile, PLµ Software Version 1.7).

На рис. 1 показан фрагмент фотографии оптимизированной топологии мультисенсора давления температуры примерно с тридцатикратным увеличением, а на рис. 2 (см. вторую сторону обложки) фрагмент РЭМ микрофотографии кремниевой

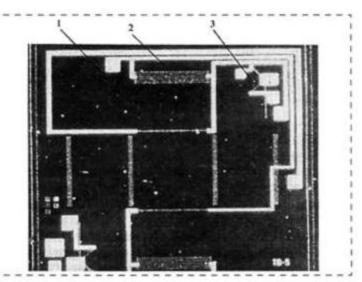


Рис. 1. Оптимизированная топология интегрального мультисенсора давления — температуры на базовом кристалле:

1 — центральный пьезорезистор; 2 — матрица из периферийных пьезорезисторов с включенным в измерительный мост одного из шести пьезорезисторов; 3 — матрица из терморезисторов с выбранными двумя резисторами из трех трехмерной микромеханической структуры, полученной при глубинном анизотропном химическом травлении кремния (100).

Важнейшая задача прецизионного совмещения слоев БИС имеет особое значение для линейности преобразования при двухстороннем совмещении топологических рисунков.

В случае невыполнения жестких требований по точности этих операций возможна асимметрия полей напряжения и, как следствие, снижение метрологических параметров сенсоров.

Прецизионность расчетов микроструктур, точности двухстороннего совмещения слоев, выполненного на отечественной установке М-586, и прецизионность глубинного микропрофилирования подтверждаются результатами измерений линейных размеров основания жесткого центра  $L_{12} = 1593,12$  мкм (рис. 2) и расстояния между двумя центральными резисторами  $L_{12} = 1599,86$  мкм (рис. 3), доказывающими, что максимальная разность рассовмещения может составлять не более 6,74 мкм на длине квадратной мембраны 1,5 мм.

Прецизионность совмещения основания жесткого центра *I* с центральными тангенциальными пьезорезисторами *2* для интегрального мультисенсора давления — температуры отчетливо прослеживается на рис. 4 (см. вторую сторону обложки).

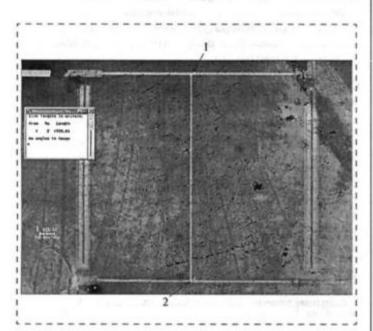


Рис. 3. Фрагмент топологии базового кристалла интегрального мультисенсора:

I—2 — расстояние между центральными пьезорезисторами тензомоста, равное 1599.86 мкм

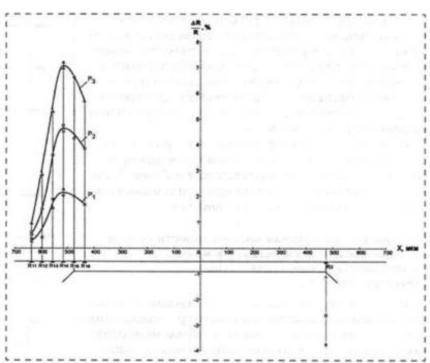


Рис. 5. Распределение упругих напряжений на поверхности интегрального мультисенсора с мембранной микромеханической структурой Е-типа для избыточных давлений  $P_1=50~{\rm KHa},~P_2=100~{\rm KHa},~P_3=150~{\rm KHa}$  при геометрическом факторе  $k=4,4\cdot 10^{-3}$ 

#### Оптимизация топологии мультисенсора на матричном чипе

Как видно на рис. 1, в измерительный тензомост включены по одному пьезорезистору из каждой матрицы 2, а по каналу температуры в электрическую цепь включены два последовательно соединенных терморезистора из матрицы 3.

По критерию минимальной нелинейности тензомоста лучшие результаты (не хуже 0,2 %) были получены при включении в измерительный мост резистора  $R_{13}$  с координатой x = 560 мкм (рис. 5), имеющего тензочувствительность, равную по значению тензочувствительности центрального пьезорезистора  $R_2$  (феномен согласованной тензочувствительности). При этом резистор  $R_{13}$  располагался на жестком кольце и отстоял за пределами границы мембраны на расстоянии около 90 мкм, а расстояние до граничного контура, образованного опорным элементом из стекла (реальный контур защемления), составляло примерно 400 мкм (рис. 6, см. вторую сторону обложки).

Этот феномен согласованной тензочувствительности для пьезорезисторов за пределами мембраны можно объяснить, если принимать за границу защемления не контур, разделяющий тонкую мембрану с утолщенной частью ТЧЭД (как в классической теории жесткого защемления мембраны), а контур сопряжения поверхностей опорного элемента и кремниевого чипа мультисенсора (реальный контур защемления). Только при условии строгого соблюдения жестких допусков на согласованные размеры опорного элемента, чипа мультисенсора и размеры отверстия кассеты для сборки сращиваемых элементов в установке анодного соединения появляется возможность обеспечить удовлетворительный уровень воспроизводимости тензоузлов по минимальной погрешности нелинейности.

Из матрицы терморезисторов (см. рис. 1), расположенных за контуром защемления мембраны, были выбраны два терморезистора *I* и *2* (рис. 7, см. вторую сторону обложки) по критерию минимальной кроссчувствительности к давлению.

# Краткий анализ влияния прецизионности сборки анодным соединением деталей в модуль на линейность преобразовательных характеристик ТЧЭД

Необходимо учитывать, что в тензомодульных миниатюрных конструкциях контур защемления мембраны не всегда проходит по краю мембраны, как в классической теории защемления, а определяется геометрической формой и размером отверстия в опорном элементе (см. рис. 6), прецизионностью сборки соединяемых в тензомодуль деталей.

Любое отклонение от аксиальной симметрии опорного элемента после анодного соединения приводит к ассиметрии поля напряжений на ТЧЭД и снижению линейности преобразования.

Изготовленные и соединенные в модель с опорным элементом из стекла (методом анодного соединения) интегральные мультисенсоры давления температуры монтировались стандартными методами в доработанный под избыточное давление керамический корпус (типа 402.16).

## Испытательное оборудование и параметры мультисенсоров

Для испытаний и исследований лабораторных образцов мультисенсоров использовалась высокоточная аппаратура и оборудование.

Полученные градуировочные и точностные характеристики ТЧЭД не отличались от опубликованных ранее [6] и отвечали требованиям к сенсорам давления повышенной точности.

Градуировка терморезисторов в составе чипа интегрального мультисенсора давления — температуры, закрепленного в специальном устройстве для коммутации электрических цепей и помещенного в камеру тепла — холода МС-81 с цифровым показывающим регулятором температуры "Табай" (модель РМ5-В2), предусматривала возможность подключения исследуемого резистора к цифровому омметру Щ34 и регулировку температуры с точностью 1,5 К.

Из градуировочных характеристик терморезисторов I и 2 (рис. 8) заметна нелинейность, ярко выраженная в области температур (233...283 K).

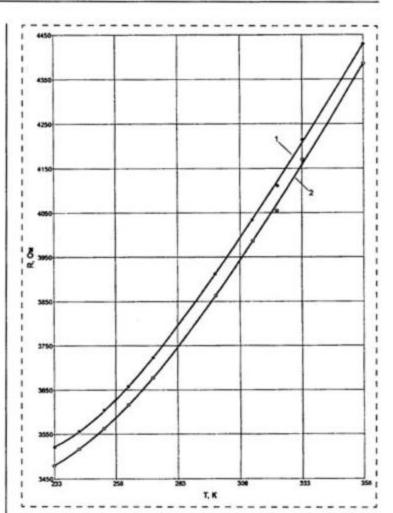


Рис. 8. Градуировочные характеристики терморезисторов 1 и 2

Возможная причина нелинейности заключается в переменном характере зависимости подвижности носителей от температуры, обусловленной фононным или примесным рассеянием [3], при высоком уровне концентрации.

#### Основные технические характеристики мультисенсора

Рабочий диапазон температур, К	.233358
По каналу давления:	100
Номинальное давление, кПа	. 100
Напряжение питания, В	.6
Номинальный выходной сигнал, мВ	.80
Погрешность нелинейности, %, не более	.0,2
Температурный дрейф нуля, %/К, не более	.0,05
Температурный коэффициент чувствительности,	
%/К, не более	
Сопротивление мостовой схемы, Ом	$1300 \pm 130$
По каналу температуры:	=
Диапазон измерения, К	233 358
Погрешность нелинейности, %, не более	2.5
погрешность нелинеиности, ж, не оолее	.2,3
Чувствительность при 293 К, Ом/К	.7,27,5
ТКС положительный, %/К	$.0,25 \pm 0,1$
Сопротивление при 20 °C, Ом	$.5000 \pm 500$
Габаритные размеры мультисенсора, мм	$.5 \times 5 \times 0.4$
Масса, кг	

#### Выводы

На основе созданного метода разработаны, изготовлены групповым способом и оптимизированы

интегральные мультисенсоры давления — температуры с повышенной точностью по каналу давления.

Благодаря высокой теплопроводности монокристаллического кремния чип мультисенсора является почти изотермическим, что позволяет свести к минимуму погрешность термокомпенсации, и даже в случае саморазогрева ТЧЭД градиент температуры минимальный, так как оба интегральных сенсора расположены в непосредственной близости друг от друга.

Прецизиционное совмещение слоев БИС имеет особое значение для линейности преобразования при двухстороннем совмещении топологических рисунков, обеспечивающем совпадение заданного профиля микромеханической структуры сенсора с топологией слоев, формирующих тензосхему. Для достижения этой цели (линейности преобразования) важно обеспечить также прецизионность операции микропрофилирования.

В случае невыполнения жестких требований по точности этих операций возможна асимметрия полей напряжения и, как следствие, ухудшение мет-

рологических параметров сенсоров.

Необходимо учитывать, что в тензомодульных миниатюрных конструкциях контур защемления мембраны не всегда проходит по краю мембраны, как в классической теории защемления, а определяется геометрической формой и размером отверстия в опорном элементе, прецизионностью сборки соединяемых в тензомодуль деталей.

Любое отклонение от аксиальной симметрии опорного элемента или чипа мультисенсора после анодного сращивания и формирования неразъемного соединения приводит к ассиметрии полей напряжения на ТЧЭД и, в результате, к снижению линейности преобразования.

#### Список литературы

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Временная стабильность интегральных дитчиков как важнейшее условие их применения в авиационных микропроцессорных системах // Из-

мерительная техника. 2002. № 10. С. 27-29.

 Гамкрелизие С. А., Телец В. А., Котов Ю. А. Концептуальные аспекты построения электронных отказоустойчивых иерархических систем сбора и обработки информации с элементами искусственного интеллекта // Микросистемная техника. 2001. № 3. С. 16—21.

3. Боич-Бруевич В. Л., Калашинков С. Г. Физика полупро-

водников. М.: Наука. 1977. 672 с.

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Методы проектирования интегральных полупроводниковых сенсоров, сенсорных и микромеханических систем // Датчики и системы. 2002. № 1. С. 10—13.

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Метод оптимизации микромеханической структуры кремниевого интегрального преобразователя давления Е-типа // Тезисы докладов на третьей Международной научно-технической конференции "Электроника и информатика — XXI век". (Зеленоград, 22—24 ноября 2000 г.). 2000. С. 279.

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Интегральный полупроводниковый сенсор давления с транзисторно-резисторной схемой термокомпенсации — калибровки и с микропрофилированной трехмерной микромеханической мембранной структурой // Микросистемная техника. 2001. № 12. С. 3—6. УДК 681.586.34

П. Г. Михайлов, канд. техн. наук, Пензенский государственный университет

#### ПЬЕЗОПЛЕНОЧНЫЕ ДАТЧИКИ, СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ

Рассмотрено перспективное направление развития микроэлектронных датчиков — использование пьезопленочных чувствительных элементов, изготовляемых по планарно-пленочной технологии. Приведены экспериментальные результаты и показаны перспективы применения.

О наличии пьезоэлектрического эффекта в природных полимерах стало известно еще в 1924 г., но интенсивное исследование полимерных материалов началось значительно позднее — в 1970-х годах после открытия сильных пьезосвойств у синтетических полимеров, в частности, у поливинилденфторила (ПВДФ), используемого для термоусаживающейся упаковки и в качестве дизлектрических пластин в конденсаторах. Будучи наэлектризованной пленка ПВДФ длительное время сохраняет пьезоэлектрические свойства. Благодаря своей гибкости и малой толщине, она может присоединяться к элементам сложной формы. Были предприняты попытки использования ПВДФ пленки в динамиках, микрофонах, звукоснимателях и тензометрах, но из-за недостаточной временной стабильности эти попытки не увенчались успехом.

В последнее время путем тшательного подбора режимов термообработки и здектризации пленки были получены вполне удовлетворительные результаты по стабильности ее характеристик. Впервые об осаждении тонких пленок пьезоэлектриков было сообщено в 1965 г. В дальнейшем высокую пьезоэлектрическую чувствительность обнаружили и в других пленочных материалах, в частности, в двойных химических соединениях типа ZnO, CdS и т. д. Пленки из указанных материалов наносили на подложки термовакуумным методом, что приводило к неудовлетворительным характеристикам вследствие того, что зачастую стехиометрический состав пленок не совпадал с составом исходного материала и испарения компонентов исходного материала имели различную температуру [1].

Положительные результаты были достигнуты позднее, после внедрения магнетронного метода напыления пленок, который обеспечивал почти полную стехиометрическую идентичность пленки объемному материалу. интегральные мультисенсоры давления — температуры с повышенной точностью по каналу давления.

Благодаря высокой теплопроводности монокристаллического кремния чип мультисенсора является почти изотермическим, что позволяет свести к минимуму погрешность термокомпенсации, и даже в случае саморазогрева ТЧЭД градиент температуры минимальный, так как оба интегральных сенсора расположены в непосредственной близости друг от друга.

Прецизиционное совмещение слоев БИС имеет особое значение для линейности преобразования при двухстороннем совмещении топологических рисунков, обеспечивающем совпадение заданного профиля микромеханической структуры сенсора с топологией слоев, формирующих тензосхему. Для достижения этой цели (линейности преобразования) важно обеспечить также прецизионность операции микропрофилирования.

В случае невыполнения жестких требований по точности этих операций возможна асимметрия полей напряжения и, как следствие, ухудшение мет-

рологических параметров сенсоров.

Необходимо учитывать, что в тензомодульных миниатюрных конструкциях контур защемления мембраны не всегда проходит по краю мембраны, как в классической теории защемления, а определяется геометрической формой и размером отверстия в опорном элементе, прецизионностью сборки соединяемых в тензомодуль деталей.

Любое отклонение от аксиальной симметрии опорного элемента или чипа мультисенсора после анодного сращивания и формирования неразъемного соединения приводит к ассиметрии полей напряжения на ТЧЭД и, в результате, к снижению линейности преобразования.

#### Список литературы

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Временная стабильность интегральных дитчиков как важнейшее условие их применения в авиационных микропроцессорных системах // Из-

мерительная техника. 2002. № 10. С. 27-29.

 Гамкрелиззе С. А., Телец В. А., Котов Ю. А. Концептуальные аспекты построения электронных отказоустойчивых иерархических систем сбора и обработки информации с элементами искусственного интеллекта // Микросистемная техника. 2001. № 3. С. 16—21.

3. Боич-Бруевич В. Л., Калашинков С. Г. Физика полупро-

водников. М.: Наука. 1977. 672 с.

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Методы проектирования интегральных полупроводниковых сенсоров, сенсорных и микромеханических систем // Датчики и системы. 2002. № 1. С. 10—13.

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Метод оптимизации микромеханической структуры кремниевого интегрального преобразователя давления Е-типа // Тезисы докладов на третьей Международной научно-технической конференции "Электроника и информатика — XXI век". (Зеленоград, 22—24 ноября 2000 г.). 2000. С. 279.

 Соколов Л. В., Школьников В. М. Интегральный полупроводниковый сенсор давления с транзисторно-резисторной схемой термокомпенсации — калибровки и с микропрофилированной трехмерной микромеханической мембранной структурой // Микросистемная техника. 2001. № 12. С. 3—6. УДК 681.586.34

П. Г. Михайлов, канд. техн. наук, Пензенский государственный университет

#### ПЬЕЗОПЛЕНОЧНЫЕ ДАТЧИКИ, СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ

Рассмотрено перспективное направление развития микроэлектронных датчиков — использование пьезопленочных чувствительных элементов, изготовляемых по планарно-пленочной технологии. Приведены экспериментальные результаты и показаны перспективы применения.

О наличии пьезоэлектрического эффекта в природных полимерах стало известно еще в 1924 г., но интенсивное исследование полимерных материалов началось значительно позднее — в 1970-х годах после открытия сильных пьезосвойств у синтетических полимеров, в частности, у поливинилденфторила (ПВДФ), используемого для термоусаживающейся упаковки и в качестве дизлектрических пластин в конденсаторах. Будучи наэлектризованной пленка ПВДФ длительное время сохраняет пьезоэлектрические свойства. Благодаря своей гибкости и малой толщине, она может присоединяться к элементам сложной формы. Были предприняты попытки использования ПВДФ пленки в динамиках, микрофонах, звукоснимателях и тензометрах, но из-за недостаточной временной стабильности эти попытки не увенчались успехом.

В последнее время путем тшательного подбора режимов термообработки и здектризации пленки были получены вполне удовлетворительные результаты по стабильности ее характеристик. Впервые об осаждении тонких пленок пьезоэлектриков было сообщено в 1965 г. В дальнейшем высокую пьезоэлектрическую чувствительность обнаружили и в других пленочных материалах, в частности, в двойных химических соединениях типа ZnO, CdS и т. д. Пленки из указанных материалов наносили на подложки термовакуумным методом, что приводило к неудовлетворительным характеристикам вследствие того, что зачастую стехиометрический состав пленок не совпадал с составом исходного материала и испарения компонентов исходного материала имели различную температуру [1].

Положительные результаты были достигнуты позднее, после внедрения магнетронного метода напыления пленок, который обеспечивал почти полную стехиометрическую идентичность пленки объемному материалу. Пьезопленки на основе ZnO стали применяться преимущественно для устройств на поверхностноакустических волнах (ПАВ) [2].

Исследовались и другие пьезопленки, такие как  $SnO_2$ ,  $P_2S_2$ , CdS, ZnSe и др., при этом обращалось внимание не только на их электрофизические характеристики, но и на эксплуатационные и технологические показатели, которые важны при прикладном их использовании в различных приборах и устройствах.

Параллельно с теоретическими и экспериментальными исследованиями пьезопленок предпринимались попытки использования их в датчиках физических величин, в частности, в датчиках акустических и быстропеременных давлений. Разработчиков указанных датчиков привлекает то, что у пьезопленок имеется, во-первых, высокая чувствительность, во-вторых, прекрасные частотные свойства (частотный диапазон — от инфранизких до СВЧ), что недостижимо для обычных датчиков.

Кроме того, пьезоэлектрические пленки могут формироваться на различных диэлектрических, металлических и полупроводниковых подложках методами пленочной технологии, что позволяет существенно расширить номенклатуру и конструктивное исполнение датчиков, а также значительно улучшить их технические характеристики. Пьезопленке, в отличие от композиционной пьезокерамики, можно придавать практически любую форму без потери ее активности. Из нее можно создавать сложные пленочные структуры, получая многослойные биморфные или мультиморфные пьезоэлементы с соответственно увеличенными уровнями выходных сигналов датчиков [3]. Датчики, выполненные на основе пьезопленки, имеют малую толщину, высокую гибкость, малую плотность, отличную чувствительность и вместе с тем, обладают хорошей механической прочностью. Используя чувствительность пьезопленки к воздействию температуры, излучения, электрических и магнитных полей можно создавать многофункциональные датчики, например, датчики давления и температуры, температуры и деформации и т. д. Так, в частности, на основе пленок из сегнетоэлектрического материала типа цирконата-титаната свинца (ЦТС) были изготовлены датчики температуры и динамических деформаций поверхности со следующими характеристиками: начальная емкость  $C_0 = 500 \text{ п}\Phi$ ; тангенс угла диэлектрических потерь tg δ ≤ 0,02; чувствительность 10<sup>7</sup> В/м; рабочий диапазон частот  $10^{-1}$   $\div 10^{8}$  Гц; диапазон температур -50...+250 °C и деформаций 10<sup>-8</sup>+10<sup>-3</sup>; площадь ≈ 3 мм<sup>2</sup>, толщина h = 0.5 мм [4].

С целью определения возможности использования поликристаллических сегнетоэлектрических материалов в датчиках быстропеременных и акустических давлений были изготовлены и исследованы пленочные пьезоэлементы на основе тройного соединения  $Sn_2P_2S_6$ . Пьезопленки формировались магнетронным методом на различных подложках: пьезоэлектрической из цирконата-титаната свинца (ЦТС-10); из поликора; алюминия; нержавеющей стали, из титанового сплава Вт6; кремния; кварца. Толщина пленок варьировалась в диапазоне 20...25 мкм.

У пьезопленок были получены следующие электрофизические характеристики:

- пьезочувствительность у . . . . 2,5...4,8 мкВ/Па,
- S . . . . 1500...2180 пКл/(кг · см $^{-2}$ ) •объемный пьезомодуль  $d_v$  . . . . . 210...693 пКл/(кг · см $^{-2}$ )
- сопротивление изолящии R<sub>из</sub>. . . . 300...500 МОм
- диэлектрические потери tg8 . . . 0,01...0,1

Диаметр подложки — 10 мм, толщина — 0,1... 0,75 мм. Подложки монтировались на упругие элементы разного конструктивного исполнения в виде: плоских мембран с буртиком; стаканчиков; мембран с концентраторами напряжений. Готовые пьезоэлементы можно соединять с металлическими упругими элементами датчиков различными способами: клеями; электростатическим методом и диффузионной сваркой.

Анализируя научно-техническую и патентную литературу, можно сделать однозначный вывод, что пьезопленочные датчики могут иметь широчайшие области применения в самых разных отраслях народного хозяйства, начиная от бытовых приборов и кончая космической техникой [5]. Изготовление их возможно групповыми методами тонкопленочной технологии [1].

Благодаря небольшой себестоимости, высокой технологичности и возможности использования при их изготовлении групповых процессов, пьезопленочные датчики в скором времени могут составить серьезную конкуренцию традиционным датчикам. Исходя из этого, необходимо в короткое время создать научно-технический задел в данном направлении, обеспечив выбор и исследование пьезопленок, разработку конструкций чувствительных элементов и отработку технологии формирования пьезопленок на них.

#### Список литературы

- Технология тонких пленок: Справочник / Под ред. Мэйсела. М.: Мир. 1972.
- Речицкий В. И. Акустоэлектронные компоненты. М.: Радио и связь, 1987.
- Томаниюльский Ю. А. Пленочные сегнетоэлектрики. М.: Мир, 1984.
- Пьезоэлектрические приводы и датчики // Тезисы докладов Международной научно-технической конференции. Обнинск, 1993.
- Богомольный В. М. Электрокерамика в бытовой технике.
   М.: Легпромбытиздат, 1992.

# Материаловедческие и технологические основы МСТ

УДК 537.226.33

С. В. Павлов, канд. физ.-мат. наук, Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова

#### ВЛИЯНИЕ ГРАНИЧНЫХ УСЛОВИЙ НА ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЙ ПРОФИЛЬ В ТОНКОЙ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПЛЕНКЕ

Получены теоретические зависимости поляризационного профиля в тонкой сегнетоэлектрической пленке от температуры для неоднородных граничных условий. Показано, что при определенном соотношении феноменологических коэффициентов возможно возникновение доменной структуры и процесс переключения доменов при изменении температуры.

Теоретические исследования фазовых переходов в тонких пленках обычно проводятся с привлечением функционала Ландау. Для фазового перехода первого рода в тонкой сегнетоэлектрической пленке, когда система координат выбрана так, что ось Z перпендикулярна поверхности пленки, функционал имеет вид

$$\Phi = \int_{-\frac{l}{2}}^{\frac{l}{2}} \left[ \frac{a}{2} P^2 + \frac{b}{4} P^4 + \frac{c}{6} P^6 + \frac{k}{2} \left( \frac{dP}{dz} \right)^2 - EP \right] dz + \Phi_{\text{nos}},$$
 (1)

где P — спонтанная поляризация; l — толщина пленки; a, b, k, c — феноменологические коэффициенты, причем k > 0 и c > 0;  $\Phi_{\text{пов}}$  — поверхностная энергия; E — напряженность внешнего и деполяризующего электрических полей.

Граничные условия краевой задачи при минимизации функционала (1) определяются видом поверхностной энергии  $\Phi_{\text{nos}}$  [1]:

$$\pm 2k \frac{dP}{dz}\Big|_{z=\pm 1} + \frac{d\Phi_{\text{nos}}}{dP_{\pm}} = 0,$$

где  $P_{\pm} = P(\pm l/2)$  — значения поляризации на поверхностях тонкой пленки. Если электрические условия на поверхностях пленки одинаковые, то обычно принимается, что поверхностная энергия пропорциональна квадрату поляризации:

$$\Phi_{\text{non}} = \frac{k\delta^{-1}}{2} (P_+^2 + P_-^2),$$

где δ — экстраполяционная длина, и граничные условия имеют вид

$$\frac{dP\left(\pm \frac{l}{2}\right)}{dz} \pm \delta^{-1}P\left(\pm \frac{l}{2}\right) = 0.$$

Однако реально граничные условия на поверхностях неодинаковые. Как правило, одна из поверхностей пленки соприкасается с подложкой, поверхности могут быть металлизированными, на пленку влияют различные поля и т. д. В работе [2] в выражении для поверхностной энергии значения экстраполяционной длины на поверхностях различны:

$$\Phi_{\text{nob}} = \frac{k}{2} (\delta_{+}^{-1} P_{+}^{2} + \delta_{-}^{-1} P_{-}^{2}).$$
(2)

Поляризационный профиль тонкой пленки в этом случае имеет несимметричный вид, как это и следует полагать исходя из определения и физической интерпретации экстраполяционной длины [3]. Неоднородность граничных условий может определяться также неоднородностью температуры по толщине тонкой пленки и наличию термополяризационного эффекта вблизи температуры Кюри. Как показано в [4], учет термополяризационного эффекта приводит к следующему выражению для поверхностной энергии:

$$\Phi_{\text{non}} = \frac{k\delta^{-1}}{2} (P_{+}^{2} + P_{-}^{2}) + a_{+}E_{+}P_{+} + a_{-}E_{-}P_{-},$$

где  $a_{\pm}$  — некоторые коэффициенты;  $E_{\pm}$  — напряженности электрических полей на поверхностях тонкой пленки. Тогда граничные условия видоизменяются:

$$\frac{dP\left(\pm \frac{l}{2}\right)}{dz} \pm \delta^{-1}P\left(\pm \frac{l}{2}\right) = \pm a_{\pm}E_{\pm}.$$

Для дальнейшего исследования удобно привести функционал (1) к безразмерной форме. Тогда

$$\varphi = \int_{-l/2}^{l/2} \left[ \frac{\alpha \rho^2}{2} + \operatorname{sgn} b \frac{\rho^4}{4} + \frac{\rho^6}{6} + \frac{K}{2} \left( \frac{d\rho}{dy} \right)^2 - \rho e \right] dy + \frac{\Delta}{2} (\rho_+^2 + \rho_-^2) + \alpha_+ e_+ \rho_+ + \alpha_- e_- \rho_-,$$
 (3)

где 
$$\Delta = \frac{k\delta^{-1}c}{lb^2}$$
;  $\alpha = \alpha_1(\tau - 1)$ ;  $\tau = T/T_C$ ;  $y = zl^{-1}$ ; 
$$\phi = \frac{\phi c^2}{|b|^3}$$
;  $\rho^2 = \frac{cP^2}{|b|}$ ;  $e = \sqrt{\frac{c}{|b|}}E$ ;  $e_{\pm} = \sqrt{\frac{c}{|b|}}E_{\pm}$ ; 
$$\alpha_1 = \frac{a_1T_Cc}{b^2}$$
;  $\alpha_{\pm} = \frac{a_{\pm}c}{b^2}$ ,  $K = \frac{ck}{l^2b^2}$ ;  $T$ — температура, K;  $T_C$ — температура фазового перехода, K.

При минимизации функционала (3) уравнение Эйлера-Лагранжа с граничными условиями име-

$$\begin{cases} K \frac{d^2 \rho}{dy^2} = \alpha \rho - \rho^3 + \rho^5 - e; \\ \frac{d \rho_{\pm}}{dy} \pm \Delta \rho_{\pm} = \alpha_{\pm} e_{\pm}. \end{cases}$$
 (4)

Численное решение краевой задачи (4), проведенное для тонких пленок титаната бария (значения феноменологических коэффициентов брались из работ [5, 6]) не дало качественно новой картины поляризационного профиля при условии  $\alpha_{+} = \alpha_{-}$ . Значения коэффициентов a+ a priori считаются неизвестными, поэтому они варьировались в широких пределах. На рис. 1 приведены типичные зависимости распределения поляризации по толщине для пленок толщиной 0,1 мкм для разных температур. В случае неравенства коэффициентов а+ между собой возникающая несимметричность поляризационного профиля качественно соответствует данным работы [2], в которой использовалось выражение (2) для поверхностной энергии. Поляризационные профили для α<sub>+</sub> ≠ α\_ приведены на рис. 2.

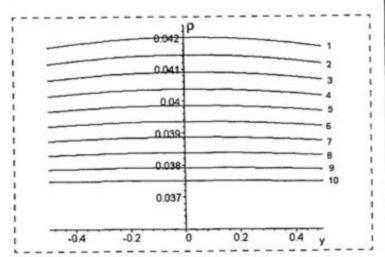


Рис. 1. Поляризационные профили тонкой сегнетоэлектрической пленки, рассчитанные из модели (4) с однородными граничными условиями для различных температур т:

1-0.1; 2-0.2; 3-0.3; 4-0.4; 5-0.5; 6-0.6; 7-0.7; 8-0.8; 9 - 0.9; 10 - 0.99

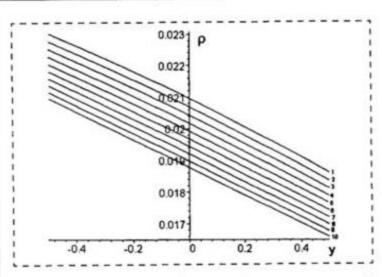


Рис. 2. Поляризационные профили тонкой сегнетоэлектрической пленки, рассчитанные из модели (4) с неоднородными граничными условиями для различных температур. Обозначения те же, что и на рис. 1

Качественно иная картина поляризационного профиля возникает при изменении значений одного или нескольких феноменологических коэффициентов модели. В самом деле, в работе [5] приведены значения феноменологических коэффициентов для объемного образца. Если в тонкой пленке сегнетоэлектрические свойства проявляются хуже, чем в объемном кристалле, это может, в частности, привести к увеличению коэффициента при квадрате поляризации, который пропорционален обратной диэлектрической восприимчивости. Компьютерное моделирование показало, что увеличение коэффициента α в модели (4) на 1-2 порядка приводит к появлению качественно новой картины поляризационного профиля. На рис. 3 явно видно чередование областей с положительными и отрицательными значениями поляризации. Это чередование можно интерпретировать как возник-

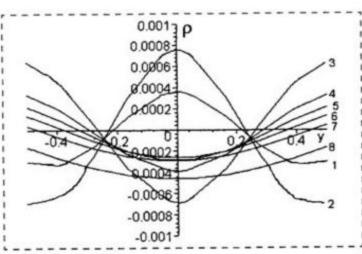


Рис. 3. Поляризационные профили тонкой сегиетоэлектрической пленки, рассчитанные из модели (4) с измененными феноменологическими параметрами для различных температур т: I - 0.1; 2 - 0.2; 3 - 0.4; 4 - 0.5; 5 - 0.6; 6 - 0.7; 7 - 0.8; 8 - 0.6; 6 - 0.7; 7 - 0.8; 8 - 0.8;

новение доменной структуры по толщине тонкой пленки. Более того, при  $\tau = 0.3 \div 0.4$  происходит изменение поляризационного профиля, которое ассоциируется с процессом переключения поляризации. Однако окончательные выводы делать еще рано, поскольку существует только частичное экспериментальное подтверждение теоретически наблюдаемых явлений.

#### Список литературы

Каганов М. И., Омельянчук А. Н. К феноменологической теории фазового перехода тонкой ферромагнитной пластины // ЖЭТФ. 1971. Т. 61. № 10. С. 1680—1685.

- Ishibashi Y., Orihara H., Tilley D. R. Thickness transitions of ferroelectricity in thin films: II // J. Phys. Soc. Jap. 2002. V. 71. N 6. P. 1471—1474.
- Kretschmer R., Binder K. Surface effects on phase transitions in ferroelectrics and dipolar magnets // Phys. Rev. 1979. V. 20. N 3. P. 1065—1076.
- Струков Б. А., Буздин А. И., Кротов С. С. и др. К феноменологической теории термополяризационного эффекта в сегнетоэлектриках вблизи Т<sub>К</sub> // ФТТ. 1985. Т. 27. № 10. С. 2896—2900.
- Zhong W. L., Wang Y. G., Zhang P. L., Qu B. D. Phenomenological study of the size effect on phase transitions in ferroelectric particles // Phys. Rev. B. 1994. V. 50. B 2. P. 698—703.
- Ishikawa K., Uemori T. Surface relaxation in ferroelectric perovskits // Phys. Rev. B. 1999. V. 60. N 17. P. 11841—11845.

#### УДК 538.975

- О. М. Сресели, д-р физ.-мат. наук,
- Д. Н. Горячев, канд. техн. наук,
- В. Ю. Осипов, канд. физ.-мат. наук,
- Л. В. Беляков, канд. физ.-мат. наук,
- С. П. Вуль, канд. физ.-мат. наук,
- И. Т. Серенков, канд. физ.-мат. наук,
- В. И. Сахаров, канд. физ.-мат. наук, А. Я. Вуль, д-р физ.-мат. наук, Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе Российской академии наук

#### КАРБОНИЗИРОВАННЫЙ ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ\*

Исследовались слои пористого кремния с внедренными углеродсодержащими веществами. Высокотемпературный отжиг таких слоев приводит к трансформации их спектров фотолюминесценции. Эффект объясняется образованием карбида кремния.

Развитие нанотехнологий полупроводниковых материалов определяется микроминиатюризацией современных приборов и новыми свойствами наноматериалов, обусловленными квантоворазмерными эффектами. Ярким примером нанокристаллического полупроводникового материала, параметры которого существенно отличаются от параметров исходного полупроводника, может служить пористый кремний (рог-Si), обладающий, в частности, видимой фотолюминесценцией (ФЛ), не характерной для кристаллического кремния. Одним из направлений создания новых технологий получения нанокристаллических материалов является внедрение различных веществ в матрицу por-Si.

В статье исследовано взаимодействие различных углеродсолержащих веществ с пористым кремнием и показана возможность получения кристаллитов карбида кремния (SiC) в матрице из частично оксидированного пористого кремния. Карбид кремния широкозонный материал, обладающий голубой ФЛ и рядом перспективных для приборостроения свойств — химической инертностью, высокой радиационной стойкостью, температурной стабильностью. Известен пористый карбид, получаемый травлением монокристаллического SiC; его ФЛ значительно интенсивнее ФЛ объемного SiC [1, 2].

Использовались три метода карбонизации рог-Si: методы введения в матрицу рог-Si ультралисперсного алмаза [3] или фуллерена [4] и вновь разработанный метод внедрения в рог-Si молекул углеводов с последующим отжигом при высоких температурах (в атмосфере водорода при температуре 1000 °C в течение 15 мин) во всех трех случаях.

В соответствии с опубликованными данными работы [5] при этих температурах происходит образование SiC.

В первом случае водная суспензия ультрадисперсного алмаза (УДА) наносилась на поверхность пористого кремния и выдерживалась в течение 2-5 мин, после чего образцы просушивались при температуре около 50 °C. Молекулы фуллерена также вводились в por-Si из жидкой фазы раствора фуллерена в о-ксилоле. Наконец, различные углеводы (преимущественно сахароза) вволились в матрицу por-Si из спиртовых или водно-спиртовых растворов. Углеводы не летучи и легко разлагаются при нагревании до 200 °С с выделением только паров воды, а весь содержащийся в них углерод остается в порах подложки. Факт проникновения углеродсодержащих соединений

<sup>\*</sup> Работа выполнена при частичной поддержке программ "Физика твердотельных наноструктур" и "Низкоразмерные квантовые структуры" Президиума РАН, а также фонда РФФИ "Научная школа" (№ 00-15-96750).

новение доменной структуры по толщине тонкой пленки. Более того, при  $\tau = 0.3 \div 0.4$  происходит изменение поляризационного профиля, которое ассоциируется с процессом переключения поляризации. Однако окончательные выводы делать еще рано, поскольку существует только частичное экспериментальное подтверждение теоретически наблюдаемых явлений.

#### Список литературы

Каганов М. И., Омельянчук А. Н. К феноменологической теории фазового перехода тонкой ферромагнитной пластины // ЖЭТФ. 1971. Т. 61. № 10. С. 1680—1685.

- Ishibashi Y., Orihara H., Tilley D. R. Thickness transitions of ferroelectricity in thin films: II // J. Phys. Soc. Jap. 2002. V. 71. N 6. P. 1471—1474.
- Kretschmer R., Binder K. Surface effects on phase transitions in ferroelectrics and dipolar magnets // Phys. Rev. 1979. V. 20. N 3. P. 1065—1076.
- Струков Б. А., Буздин А. И., Кротов С. С. и др. К феноменологической теории термополяризационного эффекта в сегнетоэлектриках вблизи Т<sub>К</sub> // ФТТ. 1985. Т. 27. № 10. С. 2896—2900.
- Zhong W. L., Wang Y. G., Zhang P. L., Qu B. D. Phenomenological study of the size effect on phase transitions in ferroelectric particles // Phys. Rev. B. 1994. V. 50. B 2. P. 698—703.
- Ishikawa K., Uemori T. Surface relaxation in ferroelectric perovskits // Phys. Rev. B. 1999. V. 60. N 17. P. 11841—11845.

#### УДК 538.975

- О. М. Сресели, д-р физ.-мат. наук,
- Д. Н. Горячев, канд. техн. наук,
- В. Ю. Осипов, канд. физ.-мат. наук,
- Л. В. Беляков, канд. физ.-мат. наук,
- С. П. Вуль, канд. физ.-мат. наук,
- И. Т. Серенков, канд. физ.-мат. наук,
- В. И. Сахаров, канд. физ.-мат. наук, А. Я. Вуль, д-р физ.-мат. наук, Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе Российской академии наук

#### КАРБОНИЗИРОВАННЫЙ ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ\*

Исследовались слои пористого кремния с внедренными углеродсодержащими веществами. Высокотемпературный отжиг таких слоев приводит к трансформации их спектров фотолюминесценции. Эффект объясняется образованием карбида кремния.

Развитие нанотехнологий полупроводниковых материалов определяется микроминиатюризацией современных приборов и новыми свойствами наноматериалов, обусловленными квантоворазмерными эффектами. Ярким примером нанокристаллического полупроводникового материала, параметры которого существенно отличаются от параметров исходного полупроводника, может служить пористый кремний (рог-Si), обладающий, в частности, видимой фотолюминесценцией (ФЛ), не характерной для кристаллического кремния. Одним из направлений создания новых технологий получения нанокристаллических материалов является внедрение различных веществ в матрицу por-Si.

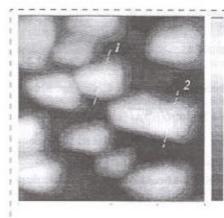
В статье исследовано взаимодействие различных углеродсолержащих веществ с пористым кремнием и показана возможность получения кристаллитов карбида кремния (SiC) в матрице из частично оксидированного пористого кремния. Карбид кремния широкозонный материал, обладающий голубой ФЛ и рядом перспективных для приборостроения свойств — химической инертностью, высокой радиационной стойкостью, температурной стабильностью. Известен пористый карбид, получаемый травлением монокристаллического SiC; его ФЛ значительно интенсивнее ФЛ объемного SiC [1, 2].

Использовались три метода карбонизации рог-Si: методы введения в матрицу рог-Si ультралисперсного алмаза [3] или фуллерена [4] и вновь разработанный метод внедрения в рог-Si молекул углеводов с последующим отжигом при высоких температурах (в атмосфере водорода при температуре 1000 °C в течение 15 мин) во всех трех случаях.

В соответствии с опубликованными данными работы [5] при этих температурах происходит образование SiC.

В первом случае водная суспензия ультрадисперсного алмаза (УДА) наносилась на поверхность пористого кремния и выдерживалась в течение 2-5 мин, после чего образцы просушивались при температуре около 50 °C. Молекулы фуллерена также вводились в por-Si из жидкой фазы раствора фуллерена в о-ксилоле. Наконец, различные углеводы (преимущественно сахароза) вволились в матрицу por-Si из спиртовых или водно-спиртовых растворов. Углеводы не летучи и легко разлагаются при нагревании до 200 °С с выделением только паров воды, а весь содержащийся в них углерод остается в порах подложки. Факт проникновения углеродсодержащих соединений

<sup>\*</sup> Работа выполнена при частичной поддержке программ "Физика твердотельных наноструктур" и "Низкоразмерные квантовые структуры" Президиума РАН, а также фонда РФФИ "Научная школа" (№ 00-15-96750).



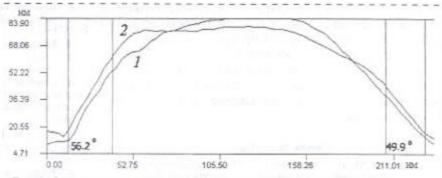


Рис. 1. Отожженная структура (полированный креминй плюс фудлерен): a — изображение в атомно-силовом микроскопе (размер поля  $0.86 \times 0.85$  мкм., справа — полутоновая шкала рельефа от 0 (черное поле) до 110 нм (белое));  $\delta$  — профиль структуры по линиям разреза 1.2 рис. 1, a

в глубь пор рог-Si (до отжига образцов) был подтвержден методом резерфордовского обратного рассеяния (RBS). В объеме рог-Si обнаруживается значительное количество углерода — до 50 % от общего содержания твердой фазы в слое [6]. Поскольку в большинстве случаев осаждение углеродсодержащих соединений осуществлялось из водных растворов, то наблюдалось также некоторое количество SiO<sub>2</sub>, что свидетельствовало о частичном оксидировании нанокристаллитов рог-Si.

Морфология образцов исследовалась методом атомно-силовой микроскопии (atomic force microscopy — AFM) [7]. Для этих измерений образцы изготавливались специально. На полированную поверхность (100) кристаллического кремния наносился слой молекул фуллерена толщиной около 500 нм, и далее проводился отжиг в течение 15 мин при температуре 1000 °C. На рис. 1, а приведено АҒМ-изображение поверхности одного из образцов. Видно, что на плоской поверхности кремния расположены кристаллиты с поперечными размерами в интервале от 100 до 300 нм и высотой не более 110 нм. В большинстве своем эти кристаллиты имеют форму усеченных сверху трехгранных пирамид. Специально проведенное изучение профилей высоты вдоль линий, пересекающих кристаллиты по линиям 1—2 рис. 1, а, показало, что грани некоторых кристаллитов составляют с базовой плоскостью (100) кремния углы, равные  $52-54^{\circ}$  (см. кривые 1-2 на рис.  $1, \delta$ ). Эти данные являются свидетельством того, что выросшие кристаллиты принадлежат к кристаллам кубической сингонии. В данном случае это, скорее всего, карбид кремния 3C-SiC.

Спектры ФЛ записывались на компьютеризованных установках при импульсном возбуждении ФЛ ( $\lambda$  = 337,1 нм,  $\tau$  = 10 нс) в двух режимах: регистрация ФЛ в максимуме лазерного импульса (быстрая ФЛ) и с залержкой ~3 мкс (квазистационарная ФЛ).

Спектры ФЛ исходного нанопористого кремния были типичны для этого материала. Основная полоса ФЛ располагалась в красно-оранжевой области спек-

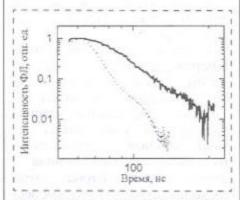


Рис. 2. Кинетика импульса ФЛ отожженного образца нанопористого кремния с фуллереном. Длина волны возбуждающего ФЛ импульса 325 им, детектируемого излучения — 494 им. Пунктирной линией показана форма лазерного импульса

тра и характеризовалась медленной (микросекунды) кинетикой нарастания и спада. Быстрая (наносекундная) коротковолновая полоса ФЛ была очень слабая. После введения в рог-Si углеродсодержащих соединений (молекул фуллерена, глюкозы, сахарозы) уже до отжига увеличивается интенсивность быстрой полосы, что подтверждает частичное окисление рог-Si.

После отжига при 1000 °C все образцы характеризуются яркой бело-голубой ФЛ. Одним из главных отличий их спектров ФЛ от спекторов исходных образцов являются малые (десятки наносекунд) излучательные времена ФЛ. Исследование кинетики импульса ФЛ на длине волны 494 нм при температуре 300 К показало, что время релаксации импульса составляет 10-30 нс (рис. 2). Эти времена больше постоянной спада быстрой ФЛ рог-Si, которая обычно не превышает нескольких наносекунд.

В спектрах ФЛ отожженных образцов независимо от метода внедрения углерода можно выделить две широкие полосы с максимумами в области 400—410 и 500—520 нм с наложенной на них более тонкой структурой (рис. 3). Интенсивность коротковолновой полосы увеличивается с увеличением времени пребывания рог-Si в углеродсодержащих водных растворах. Мы полагаем, что возникновение этой полосы обу-

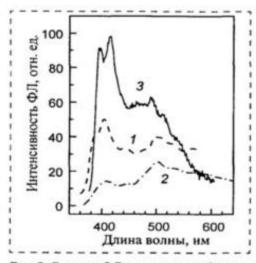


Рис. 3. Спектры ФЛ отожженных образцов нанопористого кремния:

1 — образец с внедренным УДА; 2 — образец с внедренным фуллереном; 3 — образец, пропитанный углеводом

словлено частичным оксидированием рог-Si. Образцы с преобладающей длинноволновой полосой ФЛ получены обработкой пористого кремния неводным раствором, содержащим молекулы фуллерена (кривая 2, рис. 3). Модификация технологии нанесения фуллерена для уменьшения возможности окисления рог-Si позволила получить образцы с практически отсутствующей коротковолновой полосой и очень интенсивной длинноволновой полосой (рис. 4).

Природу второй, длинноволновой полосы ФЛ мы связываем с образованием карбида кремния. Ширина запрещенной зоны 3C-SiC составляет ~2,4 эВ [8], что несколько меньше полученных нами значений (2,4-2,6 эВ при 300 К). Таким образом, имеет место определенный "коротковолновый" сдвиг максимума ФЛ, возникающий, возможно, в результате эффекта размерного квантования при достаточно малых размерах образующихся кристаллитов SiC. В то же время рассматриваемая полоса ФЛ может быть обусловлена и образованием аморфного карбида кремния [9]. В пользу кубической модификации карбида говорят результаты АҒМ-мик-

роскопии полированных образцов кремния с фуллереном. В работе [10] спектр ФЛ аналогичным образом приготовленных образцов интерпретируется как наложение двух полос с максимумами при 380 и 454 нм, причем первая полоса приписывается дефектам — вакансиям кислорода в образовавшемся при отжиге оксиде кремния, а вторая — частицам карбида кремния c-SiC. На наш взгляд, в условиях взаимодействия адсорбированных атомов углерода с нанокристаллитами кремния более вероятно образование именно нанокристаллитов карбила кремния, в том числе и квантоворазмерных.

Следует отметить характерную структуру спектров ФЛ карбидизированного por-Si (рис. 5). Эта структура проявляется в спектрах всех исследованных нами нанокристаллических образцов, изготовленных на основе *n*- и *p*-типов кремния, и не связана с интерференционными явлениями.

Спектр может быть разложен на две Гауссовы кривые (пунктир) с максимумами при 3,1 и 2,55 эВ. Вокруг каждого максимума наблюдаются эквидистантные пики с энергетическим рас-

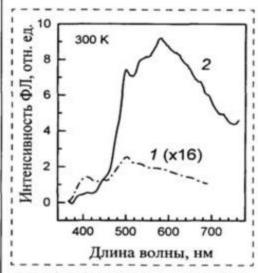


Рис. 4. Спектры ФЛ отожженных образцов пористого кремния:

 1 — увеличенный в 16 раз спектр 2 рис. 3;
 2 — спектр бескислородного образца с фуллереном

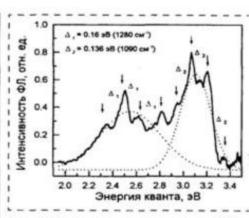


Рис. 5. Зависимость интенсивности ФЛ от энергии излучаемых кваитов отожженного образца нанопористого кремния, пропитаниого сахарозой

стоянием 0,135 эВ вокруг высокочастотного пика и 0,16 эВ у низкочастотного. Подобная тонкая структура спектров ФЛ наблюдалась в спектрах оксида кремния [11] и может быть связана с проявлением колебательных мод различных поверхностных связей.

Таким образом, показано, что в результате высокотемпературного взаимодействия различных углеродсодержащих веществ с матрицей пористого кремния происходит значительная трансформация спектров ФЛ, связанная с образованием кристаллитов карбида кремния кубической модификации. Положение максимума ФЛ, превышающее запрещенную зону кубического карбида кремния, может быть объяснено квантово-размерным эффектом в кристаллитах.

#### Список литературы

- Petrova-Koch V., Sreseli P., Polisski G., Kovalev D., Muschik T., Koch F. Luminescence enhancement by electrochemical etching of SiC (6H) // Thin Solid Films. 1995. V. 225. P. 107—110.
- Kim S., Spanier J. E., Herman I. P. Optical transmission, Photoluminescence and Raman Scattering of porous SiC prepered from p-type 6H SiC. Jpn. // J. Appl. Phys. 2000. V. 39 (10). P. 5875—5878.
- Obraztsov A. N., Pavlovsky I. Yu., Timoshenko V. Yu. Diamond seed incorporation by electrochemical treatment of silicon substrate // Diamond and Related Materials. 1997. V. 6 (11). P. 1629—1632.

Yan F., Bao X., Wu X., Chen H. Photoluminescence spectra of C60 molecules embedded in porous Si //Appl. Phys. Letts. 1995. V. 67(23). P. 3471—3473.

 Wu X. L., Siu G. G., Stokes M. J., Fan D. L., Gu Y., Bao X. M. Blue-emitting beta-SiC fabricated by annealing C<sub>60</sub> coupled on porous silicon // Appl. Phys. Letts, 2000.

V. 77 (9). P. 1292-1294.

 Сресели О. М., Горячев Д. Н., Осинов В. Ю. и др. Приготовление и исследование карбидизированного пористого кремния // ФТП. 2002. Т. 36. С. 604—610.

 Adriaenssens G. J., Osipov V. Yu., Sreseli O. M., Vul'A. Ya. SiC formation on Si by heat-treatment of ul-tradisperse diamonds and fullerene C<sub>60</sub> // Abstracts 20th Fullerene General Symposium. Japan 2001, P. 93-94.

Morkog H., Strite S., Gao G. B., Lin M. E., Sverdlov B., Burns M. Large-bandgap SiC, III—V nitride, and II—VI ZnSebased semiconductor device technologies // J. Appl. Phys. (Review). 1994. V.76 (3). P.1363—1398.

 Tawada Y., Tsuge K., Kondo M., Okamoto H., Hamakawa Y. Properties and structure of a-SiC:H for high-effenciency a-Si solar cell // J. Appl. Phys. 1982. V. 53 (7). P. 5273—5276.

10. Moro L., Paul A., Lorents D. C., Malhotra R., Ruoff R. S., Lazzeri P., Vanzetti L., Lui A., Subramoney S. Silicon carbide formation by anneling C<sub>60</sub> films on silicon // J. Appl. Phys. 1997. V. 81 (9). P. 6141—6146.

11. Glinka Yu. D., Lin S. H., Chen Y. T. The photoluminescence from hydrogen-related species in composites of SiO<sub>2</sub> nanoparticles // Appl. Phys. Letts. 1999. V. 75 (6). P. 778—780.

 Glinka Yu. D., Lin S. H., Hwang L. P., Chen Y. T. Photoluminescence from mesoporous silica: Similarity of properties to porous silicon // Appl. Phys. Letts. 2000.
 V. 77 (24). P. 3968—3970.

# **Ч**анотехнология и зондовая микроскопия

УДК 539.24

В. М. Корпилов, канд. физ.-мат. наук, А. Н. Лачинов, д-р физ.-мат. наук, Институт физики молекул и кристаллов Уфимского научного центра РАН

# МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ СИСТЕМЫ $Si-SiO_2$ —ПОЛИМЕР С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕГО ТУННЕЛЬНОГО МИКРОСКОПА

Представлены результаты СТМ-исследования структуры Si—SiO 2—полимер на воздухе. Полученные ранее результаты по модификации поверхности кремния при СТМ-исследованиях объяснялись обычно необратимыми процессами оксидирования. Известные к настоящему времени методики травления и пассивации поверхности, а также наличие неконтролируемого слоя адсорбата сильно затрудняют получение достоверной информации о поверхности. Для исключения возможности адсорбции и десорбции на поверхности кремния, а также прекращения окисления было использовано полимерное покрытие.

Показано, что существуют режимы сканирования, при которых возможна модификация регистрируемого псевдорельефа. Установлено, что эти режимы близки к случаю исходной поверхности Si—SiO<sub>2</sub>. Более того, при положительной полярности на образце регистрируются впадины, при отрицательной — возвышенности. Найдены экспериментальные условия "перезаписи" рельефа на одном и том же участке поверхности. Обсуждается электропный механизм модификации псевдорельефа, основанный на туннелировании заряда через слой оксида в полимер и воздействии захваченного заряда на параметры туннелирования СТМ. Все это дает возможность использовать СТМ для записи, перезаписи и воспроизведения информации в структуре Si—SiO<sub>2</sub>—полимер.

Результаты модификации поверхности кремния при СТМ-исследованиях обычно объясняются необратимыми процессами оксидирования [1—6]. Считается, что оксидирование происходит при активном участии молекул слоя адсорбата. Однако в разных работах этому слою приписывают разные функции. По сути дела в СТМ-эксперименте слой адсорбата играет роль туннельно прозрачного диэлектрического барьера с переменным составом и свойствами. В связи с этим роль такого слоя в формировании поверхностных структур в системе Si—SiO<sub>2</sub> может быть непредсказуемой, что сильно затрудняет интерпретацию результатов. Поэтому было предложено использовать в качестве своеобразного пассиватора поверхности кремния полимерное покрытие. Это позволило исключить возможность протекания электрохимических реакций непосредственно на поверхности кремниевых образцов и сосредоточить внимание на электронных свойствах структуры Si-SiO<sub>2</sub>—полимер. Ранее было показано, что полимерные пленки полигетероариленов толщиной до 100 нм, нанесенные на проводящие поверхности, можно исследовать с помощью СТМ. При этом была обнаружена возможность регистрации специфического эмиссионного псевдорельефа [7]. Известно также, что электрофизические свойства тонких полимерных пленок во многом определяются процессами, протекающими на границе раздела металл (полупроводник) — полимер, в частности, изменением энергетических параметров потенциального барьера, что позволяет использовать такие пленки как своеобразные сенсоры зарядовых процессов [8, 9].

Исследования были выполнены на сканирующем мультимикроскопе СММ-2000Т (ЗАО КПД, Москва, Зеленоград), который позволяет получать на воздухе реальное разрешение по латерали до 0.3 нм, а по оси Z — до 0.1 нм. Диапазон изменения туннельного тока от 0.01 до 160 нА, диапазон напряжений в зазоре игла — обра-

Yan F., Bao X., Wu X., Chen H. Photoluminescence spectra of C60 molecules embedded in porous Si //Appl. Phys. Letts. 1995. V. 67(23). P. 3471—3473.

 Wu X. L., Siu G. G., Stokes M. J., Fan D. L., Gu Y., Bao X. M. Blue-emitting beta-SiC fabricated by annealing C<sub>60</sub> coupled on porous silicon // Appl. Phys. Letts, 2000.

V. 77 (9). P. 1292-1294.

 Сресели О. М., Горячев Д. Н., Осинов В. Ю. и др. Приготовление и исследование карбидизированного пористого кремния // ФТП. 2002. Т. 36. С. 604—610.

 Adriaenssens G. J., Osipov V. Yu., Sreseli O. M., Vul'A. Ya. SiC formation on Si by heat-treatment of ul-tradisperse diamonds and fullerene C<sub>60</sub> // Abstracts 20th Fullerene General Symposium. Japan 2001, P. 93-94.

Morkog H., Strite S., Gao G. B., Lin M. E., Sverdlov B., Burns M. Large-bandgap SiC, III—V nitride, and II—VI ZnSebased semiconductor device technologies // J. Appl. Phys. (Review). 1994. V.76 (3). P.1363—1398.

 Tawada Y., Tsuge K., Kondo M., Okamoto H., Hamakawa Y. Properties and structure of a-SiC:H for high-effenciency a-Si solar cell // J. Appl. Phys. 1982. V. 53 (7). P. 5273—5276.

10. Moro L., Paul A., Lorents D. C., Malhotra R., Ruoff R. S., Lazzeri P., Vanzetti L., Lui A., Subramoney S. Silicon carbide formation by anneling C<sub>60</sub> films on silicon // J. Appl. Phys. 1997. V. 81 (9). P. 6141—6146.

11. Glinka Yu. D., Lin S. H., Chen Y. T. The photoluminescence from hydrogen-related species in composites of SiO<sub>2</sub> nanoparticles // Appl. Phys. Letts. 1999. V. 75 (6). P. 778—780.

 Glinka Yu. D., Lin S. H., Hwang L. P., Chen Y. T. Photoluminescence from mesoporous silica: Similarity of properties to porous silicon // Appl. Phys. Letts. 2000.
 V. 77 (24). P. 3968—3970.

# **Ч**анотехнология и зондовая микроскопия

УДК 539.24

В. М. Корпилов, канд. физ.-мат. наук, А. Н. Лачинов, д-р физ.-мат. наук, Институт физики молекул и кристаллов Уфимского научного центра РАН

# МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ СИСТЕМЫ $Si-SiO_2$ —ПОЛИМЕР С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕГО ТУННЕЛЬНОГО МИКРОСКОПА

Представлены результаты СТМ-исследования структуры Si—SiO 2—полимер на воздухе. Полученные ранее результаты по модификации поверхности кремния при СТМ-исследованиях объяснялись обычно необратимыми процессами оксидирования. Известные к настоящему времени методики травления и пассивации поверхности, а также наличие неконтролируемого слоя адсорбата сильно затрудняют получение достоверной информации о поверхности. Для исключения возможности адсорбции и десорбции на поверхности кремния, а также прекращения окисления было использовано полимерное покрытие.

Показано, что существуют режимы сканирования, при которых возможна модификация регистрируемого псевдорельефа. Установлено, что эти режимы близки к случаю исходной поверхности Si—SiO<sub>2</sub>. Более того, при положительной полярности на образце регистрируются впадины, при отрицательной — возвышенности. Найдены экспериментальные условия "перезаписи" рельефа на одном и том же участке поверхности. Обсуждается электропный механизм модификации псевдорельефа, основанный на туннелировании заряда через слой оксида в полимер и воздействии захваченного заряда на параметры туннелирования СТМ. Все это дает возможность использовать СТМ для записи, перезаписи и воспроизведения информации в структуре Si—SiO<sub>2</sub>—полимер.

Результаты модификации поверхности кремния при СТМ-исследованиях обычно объясняются необратимыми процессами оксидирования [1—6]. Считается, что оксидирование происходит при активном участии молекул слоя адсорбата. Однако в разных работах этому слою приписывают разные функции. По сути дела в СТМ-эксперименте слой адсорбата играет роль туннельно прозрачного диэлектрического барьера с переменным составом и свойствами. В связи с этим роль такого слоя в формировании поверхностных структур в системе Si—SiO<sub>2</sub> может быть непредсказуемой, что сильно затрудняет интерпретацию результатов. Поэтому было предложено использовать в качестве своеобразного пассиватора поверхности кремния полимерное покрытие. Это позволило исключить возможность протекания электрохимических реакций непосредственно на поверхности кремниевых образцов и сосредоточить внимание на электронных свойствах структуры Si-SiO<sub>2</sub>—полимер. Ранее было показано, что полимерные пленки полигетероариленов толщиной до 100 нм, нанесенные на проводящие поверхности, можно исследовать с помощью СТМ. При этом была обнаружена возможность регистрации специфического эмиссионного псевдорельефа [7]. Известно также, что электрофизические свойства тонких полимерных пленок во многом определяются процессами, протекающими на границе раздела металл (полупроводник) — полимер, в частности, изменением энергетических параметров потенциального барьера, что позволяет использовать такие пленки как своеобразные сенсоры зарядовых процессов [8, 9].

Исследования были выполнены на сканирующем мультимикроскопе СММ-2000Т (ЗАО КПД, Москва, Зеленоград), который позволяет получать на воздухе реальное разрешение по латерали до 0.3 нм, а по оси Z — до 0.1 нм. Диапазон изменения туннельного тока от 0.01 до 160 нА, диапазон напряжений в зазоре игла — обра-

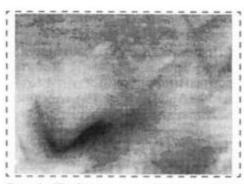


Рис. 1. Изображение поверхности полимерной пленки, не подвергнутой модификации

зец от 0 до  $\pm$  10 В. Острие иглы формировалось методом косого среза платиновой проволоки.

Результаты проведенных исследований представлены на примере полимера из ряда полигетероариленов. Это термо- и хемостойкие полимеры, хорошая растворимость которых позволяет проводить эффективную очистку, а также получать прочные, прозрачные в видимой области спектра однородные пленки. Для получения наиболее равномерных по толщине и однородных пленок использовался метод центрифугирования из раствора в циклогексаноне.

В качестве подложки использовался оптически полированный кремний ориентации [10] с естественным слоем оксида. Полимерную пленку, образующуюся на подложке, высушивали сначала при температуре 20 °С в течение 30 мин, затем отжигали в сушиль-

ном шкафу при температуре 100—150 °С в течение 30 мин для удаления остатков растворителя. Толщина пленок, которая оценивалась по аппроксимации данных, полученных гравиметрическим методом для пленок, отлитых из растворов разных концентраций полимера, составляла от 50 до 100 нм.

Изображение полимерной пленки с характерным дефектом, возникающим при отливке пленки на центрифуге, представлено на рис. 1. Следует отметить, что плотность таких дефектов невысока, они регистрируются менее чем в 1 % сделанных наблюдений.

На рис. 2 представлено изображение поверхности полимера после предварительного сканирования четырех участков при повышенном напряжении (отрицательная полярность на образце). Последовательность операций при его получении следующая. Предварительно сканировался относительно небольшой участок поверхности (режим модификации, которому соответствует напряжение сканирования  $U_{mod}$ ). Затем проводилось сканирование площадки увеличенного размера, включающей в себя модифицированный участок (режим воспроизведения, которому соответствует напряжение сканирования  $U_{vis}$ ). Было установлено, что существует соотношение параметров сканирования, при которых

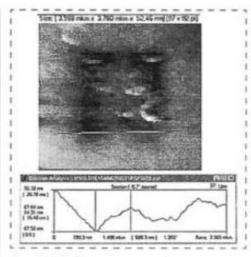


Рис. 3. Изображение модифицированного участка поверхности полимера на кремнии. Напряжение записи 4,5 В, напряжение воспроизведения 3,4 В

возможно устойчивое наблюдение изображения, а именно,  $3 \text{ B} < U_{vis} < 6 \text{ B}$ , 10 пA < I < 100 пA. Модификация поверхности происходила при соблюдении условия  $U_{mod} - U_{vis} > 0,4 \text{ B}$ . Установлено, что эти режимы близки к случаю наблюдения исходной поверхности  $\text{Si} - \text{SiO}_2$  [10].

Если такая же последовательность операций проводилась при положительной полярности на образце, то участок, где выполнялось сканирование при повышенном напряжении, воспроизводился как впадина (рис. 3). Найдены экспериментальные условия "перезаписи" рельефа на одном и том же участке поверхности. Можно предположить, что мы имеем дело с локальной модификацией зонной структуры полимера в структуре металл - диэлектрик - оксид - полупроводник. При отрицательной полярности на полупроводнике приповерхностный слой кремний п-типа работает в режиме обогащения. Сканирование при повышенном напряжении приводит к тому, что носители заряда (в данном случае электроны) туннелируют через оксидный слой по закону Фаулера-Нордгейма и частично захватываются на ловушках в полимерной пленке, а частично участвуют в формировании сквозного туннельного тока. Захваченный заряд приводит к образованию узкой

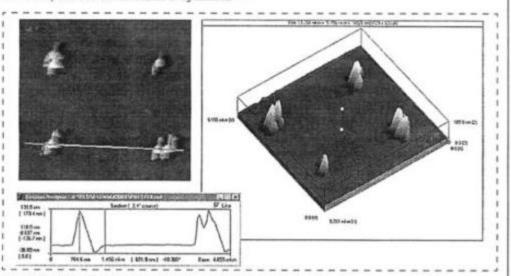


Рис. 2. Изображение четырех модифицированных участков поверхности полимера на кремини. Морфология, трехмерное представление и профиль. Напряжение записи 4,5 В, напряжение воспроизведения 3,4 В. Размер участков 0,5 × 0,5 мкм, средняя высота 100—130 им

проводящей подзоны в середине запрещенной зоны полимера по механизму, обсуждаемому в работе [11].

При положительной полярности на полупроводнике приповерхностный слой кремния переходит в режим обеднения или даже инверсии, что может привести к существенному уменьшению вероятности туннелирования из зонла в образец.

Все это дает возможность использовать метод сканирующей туннельной микроскопии для записи, перезаписи и воспроизведения информации в структуре Si—SiO<sub>2</sub>—полимер.

#### Список литературы

 Dagata J. A., Schneir J., Harary H. G. et al. Modification of hydrogen-passivated silicon by a scanning tunelling microscope in air // Appl. Phys. Lett 1990. V. 56. N 20. P. 2001—2003.

 Fay P., Brockenbrought R. T., Abeln G. J. et al. Scanning tunelling microscope stimulated oxidation of silicon (100) surfaces // J. Appl. Phys. 1994. V. 75. N 11. P. 7545—7549.

 Болотов Л. Н., Козлов В. А., Макаренко И. В., Титков А. Н. Визуализация поверхности (ПІ) кремниевых шайб р-типа а тмосферных условнох с помощью сканирующего тупнельного микроскопа // ФТП. 1993. Т. 27. № 8. С. 1375—1379.

 Lyding J. W., Shen T.-C., Hubacek J. S. et al. Nanoscale patterning and oxidation of H-passivated Si(100)-2 × 1 surfaces with an ultrahigh vacuum scanning tunelling microscope // Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. N 15. P. 2010—2012.

 Abadal G., Perez-Murano F., Barniol N., Aymerich X. Field induced oxidation of salicon by SPM: study of mechanism at negative sample voltage by STM, ESTM, and AFM // Appl. Phys. A. 1998. V. 66. P. 791—795.

 Пишлова А. В., Яминский И. В. О силах в туннельном контакте // Поверхность. 2000. № 12. С. 83—89.
 Коримлов В. М., Лачинов А. Н. Ис-

 Коринлов В. М., Лачинов А. Н. Исследование полимерных пленок методом сканирующей тупнельной микроскопии // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26. № 21. С. 37—43.
 Коринлов В. М., Лачинов А. Н. Элек-

Коринлов В. М., Лачинов А. Н. Электропроводность в системе металл — полимер — металл: роль граничных условий // ЖЭТФ, 1997. Т. 111. № 4. С. 1513—1529.

 Лачинов А. Н., Загуренко Т. Г., Кориилов В. М. и др. Перенос заряда в системе металл — полимер — нанокристаллический металл // ФТТ. 2000. Т. 42. № 10. С. 1882—1888.

 Lachinov A. N., Kornilov V. M. Electronic character of surface modification in Si—SiO<sub>2</sub> system // Proceedings of International Workshop Scanning Probe Microscopy — 2002. Nizhni Novgorod. 2002. P. 16—18.

 Коринлов В. М., Лачинов А. Н., Загуренко Т. Г. Динамика довушенных состояний в полимерной пленке вблизи порога переключения // Химия и компьютерное моделирование. Буглеровские сообщения. 2001. № 4. УДК 535.37

С. К. Лазарук, канд. техн. наук, А. А. Лешок, канд. физ.-мат. наук, В. Е. Борисенко, д-р физ.-мат. наук, проф., Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (e-mail serg@nano.bsuir.edu.bv)

#### ЭЛЕКТРОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СТРУКТУРЫ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЕВЫХ НАНОЧАСТИЦ, ВСТРОЕННЫХ В АНОДНЫЙ ОКСИД АЛЮМИНИЯ\*

Разработаны электролюминесцентные структуры на основе кремниевых наночастиц, встроенных в анодный оксид алюминия. Структуры формировали одновременным магнетронным осаждением кремния и алюминия с последующей электрохимической обработкой осажденных пленок. Электролюминесценция в исследуемых структурах наблюдается при приложении смещающего напряжения на полупрозрачный металлический контакт при пороговом токе 50 мкА. Приведен ряд параметров и характеристик, на основании чего обсуждены физические явления при светоизлучении в изготовленных структурах.

#### Введение

Электролюминесценция в пленках, содержащих кремниевые наночастицы, интенсивно исследуется в последние годы в целях получения эффективного источника света для кремниевых интегральных микросхем. Разработка такого светоизлучающего элемента необходима для реализации скоростных оптических межсоединений, способных заменить традиционные металлические межсоединения, имеющие ограниченное быстродействие по причине емкостных задержек. Так, заметный прогресс был достигнут по увеличению эффективности (свыше 1 %) и стабильности (более 1000 ч непрерывной работы) светодиодов на основе пористого кремния [1, 2]. Другим материалом, перспективным для кремниевой оптоэлектроники, является оксид кремния со встроенными кремниевыми наночастицами [3, 4]. Однако в научной литературе практически отсутствуют данные об электролюминесценции кремниевых наночастиц в других диэлектрических материалах. В связи с этим нами изготовлены и исследованы электролюминесцентные структуры на основе наночастиц кремния, встроенных в матрицу анодного оксида алюминия. Приведен ряд параметров и характеристик, на основании чего обсуждены физические явления при светоизлучении в изготовленных структурах.

#### Эксперимент

В качестве исходных подложек использовали кремниевые пластины, легированные бором, с удельным сопротивлением 0,3 Ом см. Подложки обрабатывали в перекисно-аммиачном растворе и в водном растворе плавиковой кислоты для удаления поверхностных органических загрязнений и естественного оксида. Далее на кремниевые пластины осаждали AI + Si пленку при магнетронном распылении составной мишени, содержащей 73 ат. % алюминия и 29 ат. % кремния. Толщина осаждаемой пленки составила 120 ± 10 нм. Состав осаждаемой пленки контролировали Ожеанализом пластин спутников. Затем осажденные пленки подвергали анодному окислению в 1 %-ном водном растворе лимонной кислоты при развертке напряжения

Работа выполнена при финансовой поддержке Фонда фундаментальных исследований Республики Беларусь (проект № Т00-204) и Министерства образования Республики Беларусь (проекты № 01-3110, № 01-3120).

проводящей подзоны в середине запрещенной зоны полимера по механизму, обсуждаемому в работе [11].

При положительной полярности на полупроводнике приповерхностный слой кремния переходит в режим обеднения или даже инверсии, что может привести к существенному уменьшению вероятности туннелирования из зонла в образец.

Все это дает возможность использовать метод сканирующей туннельной микроскопии для записи, перезаписи и воспроизведения информации в структуре Si—SiO<sub>2</sub>—полимер.

#### Список литературы

 Dagata J. A., Schneir J., Harary H. G. et al. Modification of hydrogen-passivated silicon by a scanning tunelling microscope in air // Appl. Phys. Lett 1990. V. 56. N 20. P. 2001—2003.

 Fay P., Brockenbrought R. T., Abeln G. J. et al. Scanning tunelling microscope stimulated oxidation of silicon (100) surfaces // J. Appl. Phys. 1994. V. 75. N 11. P. 7545—7549.

 Болотов Л. Н., Козлов В. А., Макаренко И. В., Титков А. Н. Визуализация поверхности (ПІ) кремниевых шайб р-типа а тмосферных условнох с помощью сканирующего тупнельного микроскопа // ФТП. 1993. Т. 27. № 8. С. 1375—1379.

 Lyding J. W., Shen T.-C., Hubacek J. S. et al. Nanoscale patterning and oxidation of H-passivated Si(100)-2 × 1 surfaces with an ultrahigh vacuum scanning tunelling microscope // Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. N 15. P. 2010—2012.

 Abadal G., Perez-Murano F., Barniol N., Aymerich X. Field induced oxidation of salicon by SPM: study of mechanism at negative sample voltage by STM, ESTM, and AFM // Appl. Phys. A. 1998. V. 66. P. 791—795.

 Пишлова А. В., Яминский И. В. О силах в туннельном контакте // Поверхность. 2000. № 12. С. 83—89.
 Коримлов В. М., Лачинов А. Н. Ис-

 Коринлов В. М., Лачинов А. Н. Исследование полимерных пленок методом сканирующей тупнельной микроскопии // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26. № 21. С. 37—43.
 Коринлов В. М., Лачинов А. Н. Элек-

Коринлов В. М., Лачинов А. Н. Электропроводность в системе металл — полимер — металл: роль граничных условий // ЖЭТФ, 1997. Т. 111. № 4. С. 1513—1529.

 Лачинов А. Н., Загуренко Т. Г., Кориилов В. М. и др. Перенос заряда в системе металл — полимер — нанокристаллический металл // ФТТ. 2000. Т. 42. № 10. С. 1882—1888.

 Lachinov A. N., Kornilov V. M. Electronic character of surface modification in Si—SiO<sub>2</sub> system // Proceedings of International Workshop Scanning Probe Microscopy — 2002. Nizhni Novgorod. 2002. P. 16—18.

 Коринлов В. М., Лачинов А. Н., Загуренко Т. Г. Динамика довушенных состояний в полимерной пленке вблизи порога переключения // Химия и компьютерное моделирование. Буглеровские сообщения. 2001. № 4. УДК 535.37

С. К. Лазарук, канд. техн. наук, А. А. Лешок, канд. физ.-мат. наук, В. Е. Борисенко, д-р физ.-мат. наук, проф., Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (e-mail serg@nano.bsuir.edu.bv)

#### ЭЛЕКТРОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СТРУКТУРЫ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЕВЫХ НАНОЧАСТИЦ, ВСТРОЕННЫХ В АНОДНЫЙ ОКСИД АЛЮМИНИЯ\*

Разработаны электролюминесцентные структуры на основе кремниевых наночастиц, встроенных в анодный оксид алюминия. Структуры формировали одновременным магнетронным осаждением кремния и алюминия с последующей электрохимической обработкой осажденных пленок. Электролюминесценция в исследуемых структурах наблюдается при приложении смещающего напряжения на полупрозрачный металлический контакт при пороговом токе 50 мкА. Приведен ряд параметров и характеристик, на основании чего обсуждены физические явления при светоизлучении в изготовленных структурах.

#### Введение

Электролюминесценция в пленках, содержащих кремниевые наночастицы, интенсивно исследуется в последние годы в целях получения эффективного источника света для кремниевых интегральных микросхем. Разработка такого светоизлучающего элемента необходима для реализации скоростных оптических межсоединений, способных заменить традиционные металлические межсоединения, имеющие ограниченное быстродействие по причине емкостных задержек. Так, заметный прогресс был достигнут по увеличению эффективности (свыше 1 %) и стабильности (более 1000 ч непрерывной работы) светодиодов на основе пористого кремния [1, 2]. Другим материалом, перспективным для кремниевой оптоэлектроники, является оксид кремния со встроенными кремниевыми наночастицами [3, 4]. Однако в научной литературе практически отсутствуют данные об электролюминесценции кремниевых наночастиц в других диэлектрических материалах. В связи с этим нами изготовлены и исследованы электролюминесцентные структуры на основе наночастиц кремния, встроенных в матрицу анодного оксида алюминия. Приведен ряд параметров и характеристик, на основании чего обсуждены физические явления при светоизлучении в изготовленных структурах.

#### Эксперимент

В качестве исходных подложек использовали кремниевые пластины, легированные бором, с удельным сопротивлением 0,3 Ом см. Подложки обрабатывали в перекисно-аммиачном растворе и в водном растворе плавиковой кислоты для удаления поверхностных органических загрязнений и естественного оксида. Далее на кремниевые пластины осаждали AI + Si пленку при магнетронном распылении составной мишени, содержащей 73 ат. % алюминия и 29 ат. % кремния. Толщина осаждаемой пленки составила 120 ± 10 нм. Состав осаждаемой пленки контролировали Ожеанализом пластин спутников. Затем осажденные пленки подвергали анодному окислению в 1 %-ном водном растворе лимонной кислоты при развертке напряжения

Работа выполнена при финансовой поддержке Фонда фундаментальных исследований Республики Беларусь (проект № Т00-204) и Министерства образования Республики Беларусь (проекты № 01-3110, № 01-3120).

формовки до 120 В в течение 5 мин. После этого пластины загружали в вакуумную камеру, где на них формировали полупрозрачные алюминиевые контакты осаждением тонкой алюминиевой пленки толщиной 10 нм через теневую маску. Размер контактов составлял 2 мм в диаметре. Схема поперечного сечения сформированной структуры показана на рис. 1. Для записи спектров фотои электролюминесценции использовали аргоновый лазер (488 нм) и кремниевый фотоприемник.

#### Результаты и их обсуждение

Результаты Оже-анализа исходных AI + Si пленок показали, что содержание кремния в них соответствует 27 ат. %, т. е. такое же, как и в исходной мишени, причем послойное травление исследуемой пленки во время анализа показало однородное распределение кремния по толщине пленки.

При анодировании Al + Si композитной пленки два составляющих материала подвергаются анодному окислению в разной степени. Так, скорость анодного окисления для алюминия составляет 1 нм/В [5], а аналогичная величина для кремния составляет 0,25 нм/В [5]. Следовательно, в результате анодного окисления основная алюминиевая часть полностью переходит в оксид алюминия, в то время как кремниевые наночастицы могут лишь частично окислиться, оставаясь встроенными в широкозонную диэлектрическую матрицу. Исследования получаемых анодных пленок методом просвечивающей элек-

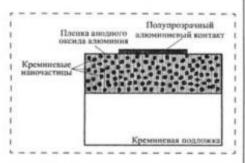


Рис. 1. Поперечное сечение разработанной структуры

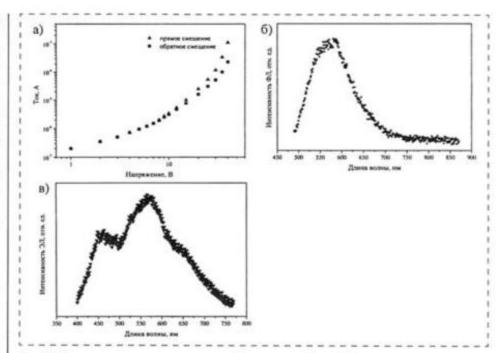


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика (a) и спектры фото- ( $\delta$ ) и электролюминесценции ( $\epsilon$ ) разработанной структуры

тронной микроскопии также показали однородность структуры по всей толщине исследуемых пленок.

На рис. 2, а показаны вольтамперные характеристики изготовленной структуры. Различие прямой и обратной характеристик позволяет говорить о проявлении вентильных свойств исследуемого нанокомпозитного материала. По всей видимости, встроенные кремниевые наночастицы либо соединены между собой, либо расстояние между ними настолько мало, что возможно туннелирование через область широкозонного диэлектрика, что позволяет электрическому току протекать через структуру даже при минимальном напряжении смещения. Как было обнаружено в аналогичных исследованиях [4], при концентрации избыточного кремния в оксидной матрице более 20 % кремниевые наночастицы образуют связанную цепь, что проявляется в резком уменьшении сопротивления по сравнению с чистой пленкой анодного оксида алюминия. Кроме того, превышение тока при положительном смещении подложки свидетельствует о том, что кремниевые наночастицы имеют *p*-тип проводимости. Этот эффект может быть объяснен легированием кремния алюминием (акцепторной примесью), который присутствует в избытке после осаждения исходной AI + Si пленки магнетронным распылением составной мишени.

На рис. 2,  $\delta$  представлен спектр фотолюминесценции (ФЛ) исследуемой наноструктуры. Максимум интенсивности соответствует 570 нм при ширине спектра на половине максимума 120 нм. Важно отметить, что на пленках анодного оксида алюминия, полученных в аналогичных условиях, но не содержащих кремниевые наночастицы, фотолюминесценция в этой области спектра не наблюдалась. Поэтому можно сделать вывод о том, что данный пик соответствует светоизлучению кремниевых наночастиц, равномерно распределенных по толщине пленки анодного оксида.

Излучение света в изготовленных структурах наблюдали при прохождении электрического тока в обоих направлениях. Причем пороговое значение тока, при котором свет виден невооружен-

комнате, составляет 50 мкА для контактов диаметром 2 мм. Квантовая эффективность составляет значение порядка 0,1 %, что соизмеримо с лучшими достижениями светоизлучающих устройств на наноразмерном кремнии [1, 2, 6]. На рис. 2, в представлен спектр электролюминесценции (ЭЛ), измеренный при токе 100 мкА через структуру с площадью контакта 3,14 мм<sup>2</sup>. Совпадение пиков фотолюминесценции и электролюминесценции в желто-зеленой области свидетельствует о том, что основной механизм светоизлучения связан с рекомбинацией электронно-дырочных пар в наноразмерных кремниевых частицах, встроенных в оксидную матрицу. Причем, согласно известным экспериментальным и расчетным данным [6], можно предположить, что размеры кремниевых наночастиц составляют 1,1-1,6 нм. Однако в спектре электролюминесценции кроме основного желто-зеленого пика присутствуют другие менее значимые по интенсивности субпики, поэтому спектр электролюминесценции является более широким, перекрывая практически весь видимый диапазон.

ным глазом в затемненной

Различие в спектрах фотои электролюминесценции жет быть объяснено разными механизмами генерации и рекомбинации электронно-дырочных пар. В случае фотолюминесценции при возбуждении лазером на длине волны 488 нм этот световой поток будет поглощаться кремниевыми наночастицами, потому что широкозонный материал оксидной матрицы является прозрачным для голубого света. В связи с этим спектр фотолюминесценции достаточно однороден. При прохождении электрического тока через исследуемую структуру образование электронно-дырочных пар может происходить как в кремниевых наночастицах с их последующей излучательной ре-

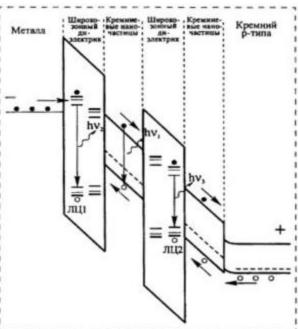


Рис. 3. Зонная диаграмма разработанной структуры при прямом смещении

комбинацией (hv1), так и в оксидной матрице за счет туннелирования, как это показано на рис. 3. При этом появляются условия для излучательной рекомбинации (hv2) на так называемых F-центрах, связанных с кислородными вакансиями. Известно, что F-центры анодного оксида алюминия связаны со светоизлучением на длине волны 450 нм [7], что объясняет наличие субпика электролюминесценции в голубой области видимого диапазона. Наличие субпика в красной области (hv3) может быть объяснено рекомбинацией на дефектах, связанных с кислородными вакансиями оксида кремния [8], который присутствует на поверхности кремниевых наночастиц.

Наблюдаемая электролюминесценция очень похожа на светоизлучение кремниевых наночастиц в пленке оксида кремния [3, 4]. Однако наличие в спектре излучения субпика в голубой области является отличительной чертой наших структур, что может быть интересно для создания новых типов светоизлучательных устройств, включая лазерные [9]. Другой отличительной особенностью разработанного устройства является высокая теплопроводность используемых материалов. В частности, теплопроводность оксида алюминия составляет 17 Вт·м/К [10], что более чем на порядок выше, чем у оксида кремния. Использование материалов с высокой теплопроводностью позволяет эффективно рассеивать выделяемую теплоту, предотвращая наступление необратимого теплового пробоя.

Таким образом, изготовленные электролюминесцентные структуры на основе анодного оксида алюминия со встроенными кремниевым наночастицами имеют преимущества перед другими известными элекролюминесцентными устройствами на основе кремниевых наночастиц, что делает их привлекательными для использо-

вания в качестве источников света в кремниевой технологии интегральных микросхем.

#### Список литературы

 Gelloz B., Koshida N. Electroluminescence with high and stable quantum efficiency and low threshold voltage from anodically oxidized thin porous silicon diode // J. Appl. Phys. 2000. V. 88. N 7. P. 4319-4324.

2. Lazarouk S., Jaguiro P., Borisenko V. Integrated Optoellectronic Unit Based on Porous Silicon // Phys. stat. sol. (a). 1998. V. 165. P. 87-90.

3. Dimaria D. J., Kirtley J. R., Pakulis E. J. et al. Electroluminescence studies in silicon dioxide films containing tiny silicon islands // J. Appl. Phys. 1984. V. 56. N 2. P. 401-416.

4. Franzo G., Irrera A., Moreira E. C. et al. Electroluminescence of silicon nanocrystals in MOS structures // Appl. Phys. A. 2002. V. 74. N 1. P. 1-5.

Юнг Л. Анодные оксидные пленки. Л.: Энергия. 1961. Гл. 17, 19.

6. Calcot P., Ossicini S., Cox T. I. Properties of Porous Silicon / Ed. by Canham. L. T. London: INSPEC. 1997. Ch. 7, 10. 7. Du Y., Cai W. L., Mo C. M. et al.

Preparation and photoluminescence of alumina membranes with ordered pore arrays // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 74. N 20. P. 2951-2053.

8. Yuan J., Haneman D. Visible electroluminescence from native SiO2 on n-type Si substrates // J. Appl. Phys. 1999. V. 86. N 4.

P. 2358-2360.

 Pavesi L., Dal Negro L., Mazzoleni C. et al. Opttical gain in silicon nanocrystals // Nature. 2000. V. 408. P. 440-444.

10. Стейдел К. Технология СБИС / Под ред. Зи С. М.: Мир. 1986. Гл. 13.

А. В. Нохрин,

Нижегородский государственный университет

им. Н. И. Лобачевского,

И. М. Макаров,

Научно-исследовательский физико-технический институт ННГУ им. Н. И. Лобачевского

#### ОСОБЕННОСТИ МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ НАНО-И МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Приведена методика приготовления образцов для исследований зеренной структуры нано- и микрокристаллических (НМК) металлов методом атомносиловой микроскопии, обсуждаются возникающие при структурных исследованиях НМК металлов проблемы, а также дан анализ типичных артефактов.

#### Введение

Нано- и микроскристаллические (НМК) металлы (поликристаллы, имеющие средний размер зерен менее 1 мкм), получаемые методами интенсивного пластического деформирования (ИПД), в последние годы вызывают все больший интерес у исследователей [1-4]. В НМК металлах обнаружены аномалии механических [5], демпфирующих [6], диффузионных [7, 8], электрических [9], магнитных [10, 11] свойств. В ряде НМК металлов обнаружены такие уникальные эффекты, как низкотемпературная и высокоскоростная сверхпластичность [7], дающие ключ к принципиально новым высокотехнологическим методам формовки материалов.

В работах [1—9] показано, что большинство уникальных свойств НМК металлов обусловлено их особой дефектной структурой — высокой плотностью дислокаций, а также большой протяженностью и неравновесностью границ зерен.

Для исследования особенностей дефектной структуры и ее эволюции при нагреве НМК металлов используют как различные методики изучения структурно-чувствительных свойств [1—4, 6, 9—11], так и традиционные прямые методы структурных исследований [6, 8, 12], а также сравнительно новые методы, в частности метод атомно-силовой микроскопии (АСМ) [2, 13, 14].

Анализ работ, посвященных исследованиям эволюции структуры НМК металлов, показывает, что во многих случаях приводимые в них результаты неоднозначны - для одного и того же металла приводятся существенно отличающиеся значения температур рекристаллизации, энергии активации процесса рекристаллизации, скорости роста зерен и т. д. [1-5, 15]. Одной из причин неоднозначности результатов являются большие методические трудности, возникающие при структурных исследованиях НМК металлов. В частности, в случае использования традиционных методик подготовки образцов, не учитывающих специфику НМК металлов (неравновесность границ зерен, малый размер зерна, низкая термическая стабильность зеренной структуры) возникают разнообразные артефакты.

Целью настоящей работы являются описание методики приготовления образцов для исследований зеренной структуры НМК металлов методом атомно-силовой микроскопии, обсуждение возникающих при структурных исследованиях НМК металлов проблем, а также анализ типичных артефактов.

## Экспериментальные методы. Объекты исследования

Для исследования микроструктуры НМК металлов использовался универсальный воздушный АСМ/СТМ микроскоп "Accurex-2100".

Зеренная структура изучалась в контактном режиме (Contact Mode), позволяющем "отстроиться" от наличия на поверхности исследуемых образцов адсорбционных слоев. Для исследования использовались тонкопленочный V-образный кантилевер Si<sub>2</sub>N<sub>4</sub> с пирамилальным зондом (отношение длины L зонда к ширине W основания 1:1, радиус закругления конца r < 50 нм) и сканер Tripod с опорной точкой и линеаризатором TrueMetrix (диапазон x и y — 100 мкм, z — 10 мкм). Точность отработки перемещений -0.1 % от максимального диапазона, уровень вибрационного и акустического шума - 0,07 нм. Размер области сканирования варьировался от 1 до 100 мкм в зависимости от характерных размеров изучаемого объекта (артефакта). Число точек, по которым строилось изображение в пределах одного скана, равнялось 300 и оставалось постоянным для всех случаев.

Для контроля результатов атомно-силовых исследований параллельно проводились исследования методами оптической (ОМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Оптические (металлографические) исследования проводились с помощью оптического микроскопа НЕОФОТ-32 при увеличениях 100, 500 и 1000 раз.

ПЭМ-исследования были выполнены на просвечивающих электронных микроскопах ЈЕМ 2000ЕХ и ЈЕМ 2000ЕХ при ускоряющих напряжениях 200 и 120 кВ соответственно. Снимки делались с площади 10 мкм². Фольга для электронно-микроскопических исследований готовилась стандартным методом.

В качестве объекта исследования использовали НМК металлы

различной чистоты — медь высокочистую бескислородную М0б, медь технической чистоты М1 (99,98 %) и никель технической чистоты НП-1 (99,89 %), приготовленные с помощью многоциклового равноканального углового (РКУ) прессования [16] с общим числом циклов деформирования N = 12. РКУ-прессование проводилось при комнатной температуре. Образцы предоставлены В. И. Копыловым.

РКУ-прессование осуществлялось при комнатной температуре в инструменте с углом пересечения рабочего и выходного каналов  $2\Phi = \pi/2$ . Однородность деформации простого сдвига контролировалась на каждом цикле РКУ-прессования с помощью поперечных рисок, механически нанесенных в плоскости течения образца. Использовался максимально жесткий режим РКУ-прессования (режим "D") [16]. При этом режиме заготовка на каждом цикле поворачивается на угол  $\pi/2$ вокруг своей продольной оси. Такой режим позволяет обеспечивать наиболее интенсивное измельчение зеренной структуры.

Интенсивность сдвиговой деформации за цикл РКУ-прессования составляла  $\Delta\Gamma=2$ . Истинная (логарифмическая) деформация при этом вычисляется с помощью выражения  $e=\mathrm{Arsh}\,\Gamma/2$ . Скорость деформирования (или скорость проталкивания заготовки из рабочего в выходной канал) составляла 0,4 мм/с. При этом скорость истинной деформации не превышала 1 с $^{-1}$ .

#### Экспериментальные результаты

При исследованиях зеренной структуры методом атомно-силовой микроскопии к шлифу формально предъявляются такие же требования, как и к шлифу, приготовленному для исследования зеренной структуры стандартными методами оптической микроскопии (металлографии).

Стандартная методика приготовления металлографического шлифа включает в себя механи-

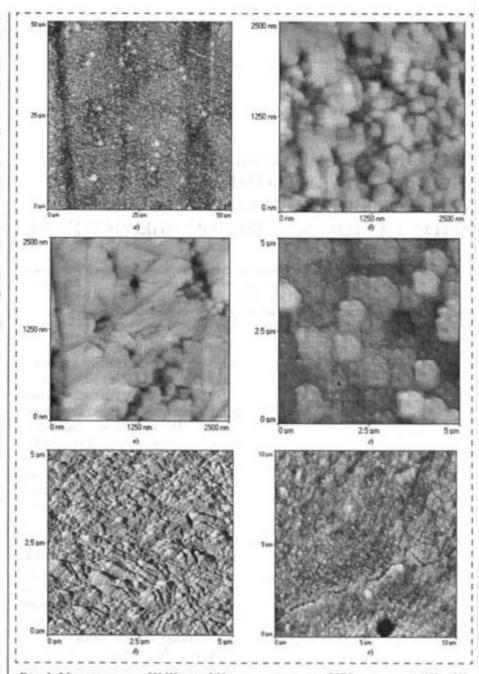


Рис. 1. Микроструктура НМК меди М1 в состоянии после РКУ-прессования (N=12), получаемая по стандартной методике приготовления металлографического шлифа

ческие шлифовку и полировку, а также селективное травление [17-19]. После приготовления шлифа НМК металла по такой методике и его исследования методом АСМ получается неоднозначная, трудно интерпретируемая картина (рис. 1). Изображения микроструктур на разных участках шлифа существенно отличаются и по виду получаемого изображения, и по характерным значениям выявленных структурных элементов. Типичные изображения структур, полученных на разных участках одного шлифа ~2+3 см², приведены на рис. 1. Отличия полученных структур друг от друга столь существенны, что становится очевидной необходимость разработки специальной методики выявления "истинной" структуры. Сравнение полученных структурь с изображениями структуры, полученной методами ПЭМ (рис. 2, см. третью сторону обложки), показывает, что ни одна из представленных

структур не отражает истинной картины зеренной структуры. Отсюда следует, что стандартная методика подготовки поверхности оказывается неприменимой для исследования НМК металлов.

Для разработки АСМ-методики изучения зеренной структуры НМК металлов выделим и опишем основные возникающие при исследованиях артефакты и проанализируем причины их возникновения.

#### Описание основных артефактов

Традиционным и широко используемым способом приготовления поверхности образцов для структурных исследований является механическое полирование с применением алмазных паст различной дисперсности, завершающееся последующим селективным травлением [17-19]. Традиционные приемы механического полирования и селективного травления хорощо отработаны для изучения обычных структур, однако они не обеспечивают выявления реальной зеренной структуры НМК металлов при исследовании протравленной поверхности с помощью методов оптической (ОМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). При использовании традиционных методик возникает целый ряд артефактов. Основные причины их возникновения можно классифицировать следующим образом:

- "царапанье" (грубое механическое полирование поверхности);
- перетрав" поверхности (избыточное время травления);
- "недотрав" поверхности (недостаточное время травления);
- "окисление" (наличие окисных пленок на поверхности);
- загрязнение" (наличие на поверхности остатков продуктов полирования);
- б) "неправильное травление" (неправильный выбор типа селективности травителя);
- "сочетание" (различные комбинации приведенных выше факторов).

Рассмотрим теперь влияние каждого фактора на характер искажения реальной микроструктуры НМК металла.

Фактор 1. Грубое механическое полирование поверхности. Традиционно при изготовлении поверхности образца для последующего селективного травления используется механическое полирование, заключающееся в обработке поверхности образца алмазными пастами различной дисперсности (по убывающей), в результате чего поверхность образца должна приобрести зеркальный блеск без видимых следов царапанья (часто вместо алмазных паст используются различные карбиды класса (по твердости) SiC, TiC и  $Al_2O_3$ ). На практике, используя механическое полирование, вполне реально добиться уровня шероховатости поверхности около 1 мкм (алмазная паста 0/1). Снижение уровня до 0,1-0,2 мкм может быть достигнуто путем использования частиц АІ-Оз, взвешенных в суспензию, при условии, что полируемый объект имеет высокую твердость. Однако на практике к такому полированию редко прибегают вследствие исключительной трудоемкости, ограничиваясь завершением процесса полирования с помощью алмазной пасты 0/1.

Следствием механической полировки на завершающей стадии подготовки поверхности к селективному травлению является образование наклепанного слоя на поверхности металла, который, как правило, распространяется на глубину, равную 2-4 средним размерам царапины на поверхности. В случае травления обычных крупнокристаллических (КК) металлов данный слой устраняется путем травления. Поскольку в случае обычных КК металлов кинетика травления носит достаточно плавный характер, то увеличение времени травления на 5—10 с при правильно подобранной концентрации травителя не оказывает существенного влияния на характер получаемой травлением зеренной структуры. В некоторых случаях для уменьшения толщины наклепанного слоя прибегают к последовательному полированию и травлению поверхности несколько раз подряд.

Применим указанную традиционную процедуру для подготовки поверхности НМК металла. На рис. 3 (см. третью сторону обложки) приведены изображения различных участков поверхности НМК металла, подвергнутых механическому полированию и последующему травлению.

Из представленных рисунков видно, что традиционное механическое полирование приводит к появлению на поверхности НМК металла тонких рисок высотой до 0,1 мкм, естественно не различимых с помощью оптического микроскопа. Наличие таких бороздок существенно изменяет характер травления поверхности и выявляемые таким образом "области" оказываются сопоставимыми с характерными расстояниями между бороздками. Кроме того, поскольку средний размер зерна в структуре НМК металла оказывается сопоставимым с характерным размером шероховатости поверхности (см. рис. 3), а также поскольку наклепанный слой на поверхности НМК металла приводит к ускорению процесса травления, селективное "зеренное" травление по традиционным методикам приводит к появлению так называемого "перетрава". Явление "перетрава" проявляется, в частности, в появлении на поверхности селективно протравленного металла дополнительного контраста от протравившейся зеренной структуры, кристаллографических плоскостей и т. д. Таким образом, наличие наклепанного слоя на поверхности НМК металлов приводит к невозможности выявления реальной зеренной структуры.

Фактор 2. "Перетрав" поверхности (слишком большое время травления). Эффект "перетрава" поверхности является следствием выбора слишком большого времени травления с целью полного

удаления слоя наклепанного металла с поверхности образца (возникшего вследствие использования механического полирования на завершающей стадии). Эффект "перетрава" заключается в появлении на поверхности НМК металла дополнительных ямок и мест травления (дополнительного контраста травления мест выхода дислокаций на поверхность) на фоне селективно вытравленной зеренной структуры. Это так называемый "дислокационный" перетрав. На рис. 4, а-г представлены наиболее типичные топограммы НМК металла, получающиеся в результате "дислокационного" перетрава, - во всех случаях на фоне селективно вытравленной зеренной структуры отчетливо видны следы травления дислокационной структуры. Схематически данная ситуация представлена на рис. 4, д. Появление "дислокационного" перетрава приводит к искажению истинного размера зерен в структуре НМК металла и появлению на гистограмме распределения зерен по размерам второго пика в области малых значений, соответствующего характерному размеру дислокационных петель (рис. 4, ж). В случае травления обычных крупнокристаллических металлов "дислокационный" перетрав поверхности объема зерен не так опасен вследствие более глубокой травимости границ зерен (рис. 4, е).

В некоторых случаях может образовываться так называемый "зернограничный" перетрав (рис. 5,  $a-\varepsilon$ ), заключающийся в том, что активно травящиеся приграничные области начинают расширяться и соприкасаться друг с другом, вследствие чего "эффективный" средний размер зерен, определяемый методом пересечений, оказывается несколько ниже реального (рис. 5, д). Таким образом, образование "зернограничного" перетрава приводит к смещению пика на гистограмме распределения зерен по размерам в сторону меньших значений.

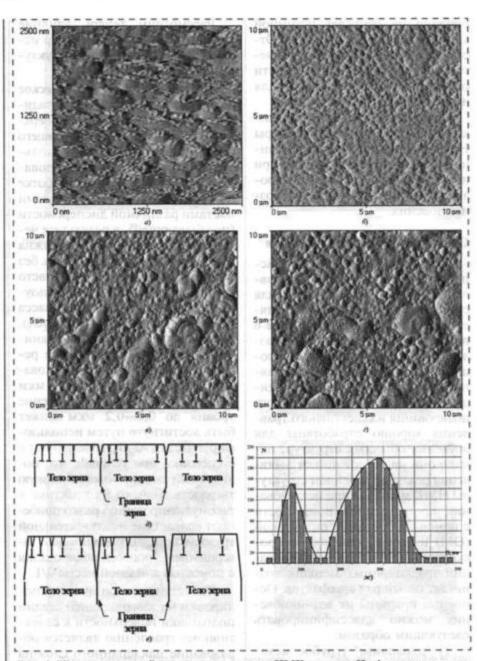


Рис. 4. "Дислокационный" перетрав поверхности НМК метадла. На фоне границ зерен отчетлию видны следы травления, связанные с выходом дислокаций на поверхность ( $a-\varepsilon$ ). Качественная ехема образования "дислокационного" перетрава на поверхности НМК ( $\partial$ ) и КК метадла (e) и качественный вид гистограммы распределения структурных элементов на поверхности в этом случае ( $\infty$ )

Схематически данная ситуация изображена на рис. 5, e.

Иногда, в том случае, когда время травления очень велико, в структуре НМК металла начинают вытравливаться так называемые "мезообласти", размер которых много больше среднего размера зерен. Наиболее часто встречающееся мнение об их природе состоит в том, что "мезопере-

трав" является следствием механической обработки поверхности, вследствие чего на глубине до 100 мкм образуются по-разному наклепанные области металла, обладающие принципиально разной травимостью. На рис. 6 (см. четвертую сторону обложки) показаны примеры "мезоперетрава" поверхности, выявляющего "мезообласти", средний раз-

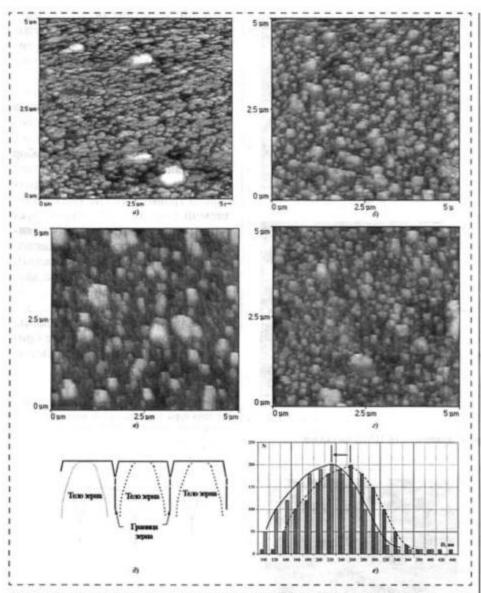


Рис. 5. "Зернограничный перетрав" поверхности НМК металла  $(a-\epsilon)$ . Схема образования "зернограничного перетрава" НМК металла  $(\partial)$  и качественная схема распределения зерен по размерам в этом случае (e)

мер которых намного превышает средний размер зерен НМК металла, лежит в пределах от 1 до 20 мкм. На гистограмме распределения зерен по размерам "мезоперетрав" приводит к появлению второго пика в области больших значений (рис. 6, ж).

Фактор 3. "Недотрав" поверхности (слишком малое, недостаточное, время травления). Эффект "недотрава" поверхности НМК металла заключается в недостаточной "прорисовке" (оконтуривании) при селективном травлении выбранного элемента структуры. На рис. 7 приведены характерные

топограммы "недотравленных" поверхностей НМК металла.

Кроме неверно выбранного (малого) времени травления, к эффекту "недотрава" также может приводить и появление на поверхности окисных пленок, существенно замедляющих скорость химических реакций при травлении.

Гистограмма распределения по размерам выявляемых структурных элементов в случае "недотрава" качественно имеет тот же вид, что и в случае образования окисных пленок на поверхности (см. рис. 8, e).

Фактор 4. Наличие окисных пленок на поверхности. Наличие окисных пленок приводит к существенному замедлению скорости травления НМК металлов.

Наличие окисных пленок, возникших уже после травления поверхности вследствие либо высокой химической активности поверхности, либо вследствие слишком длительного времени выдержки образцов на воздухе (даже в эксикаторе), может существенно исказить топографическую картину селективно протравленной поверхности НМК металла.

В некоторых случаях возникшая окисная пленка вследствие высоких внутренних напряжений трескается, что также существенно влияет на топографию поверхности.

На рис. 8, *а*—г представлены типичные случаи искажения топографической картины селективно протравленной поверхности в результате образования окисных пленок различной толщины. На рис. 8, ∂ представлена качественная схема, поясняющая характер искажений зеренной структуры НМК металла при образовании окисных пленок, а также качественный вид гистограммы распределения зерен по размерам в этом случае (рис. 8, *e*).

Как видно из представленных рисунков, образование окисной пленки на поверхности приводит к существенному сглаживанию "зеренного рельефа" (рис. 8,  $\partial$ ) и некоторому уширению ("размытию") диаграммы распределения зерен по размерам (рис. 8, e).

Фактор 5. Загрязнение поверхности продуктами полирования. Загрязнение протравленной поверхности продуктами шлифования и полирования оказывается весьма существенным фактором при изучении микроструктуры материала методами атомно-силовой микроскопии, так как наличие "грязи" на поверхности образца приводит к затруднению процесса сканирования (необходима смена режима сканирования, из-

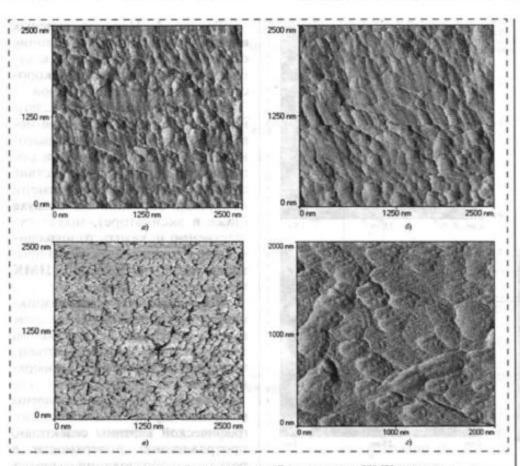


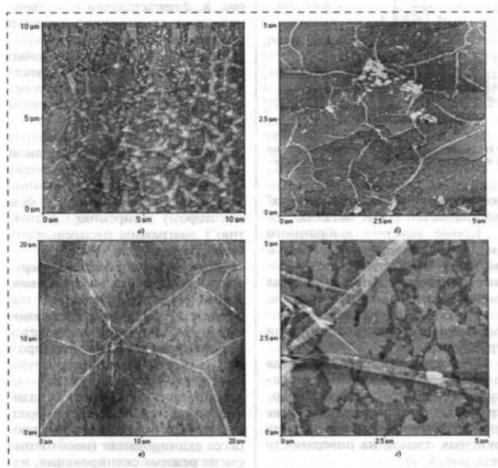
Рис. 7. Типичные топограммы "недотравленной" поверхности НМК металлов

менение констант обратной связи и т. д.) и последующей обработки полученных изображений.

На рис. 9 приведены наиболее характерные изображения топограмм поверхности НМК металлов, поверхность которых не была предварительно подвергнута достаточной степени очистки.

Фактор 6. Неправильный выбор селективности травителя. Традиционно различают три основных класса травителей (по виду выявляемой первичной\* микроструктуры): дислокационный (выявляющий в первую очередь дислокационную структуру металла), зернограничный (в качестве элемента первичной микроструктуры выступают границы зерен) и кристаллографический (травящий в первую очередь выбранные кристаллографические направления в металле).

Первичная микроструктура — микроструктура (или ее отдельный элемент), выявляющаяся данным травителем в первую очередь.



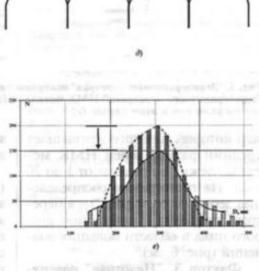


Рис. 8. Искажение топографии селективно протравленной поверхности НМК металла с помощью окисных пленок различной толщины (а—г). Качественная схема искажения зеренной структуры НМК металла при образовании окисной пленки (д) и качественный вид диаграммы распределения зерен по размерам в этом случае (е)

При исследовании зеренной структуры металла пользуются, естественно, вторым классом травителей. Принцип действия данного травителя основан на способности некоторых химических соединений травить вначале наиболее высокоэнергетические области поверхности, к которым в первую очередь и относятся границы зерен (особенно большеугловые границы зерен).

Неправильный выбор селективности травителя в случае НМК металлов приводит, как правило, к одновременному выявлению зернограничной структуры и "прорисовке" того элемента структуры, который обычно травится в равновесном крупнокристаллическом состоянии в этом металле.

В качестве примера на рис. 10 представлены топограммы поверхности НМК металла после травления с помощью "дислокационного" селективного травителя.

При неправильном выборе селективности травителя картина, получающаяся при травлении механически отполированной поверхности НМК металла, будет недостоверной независимо от того, какой именно селективный травитель применяется: при использовании травителя для зеренной структуры получается картина, качественно показанная на рис. 11, a, б; при использовании же травления внутризеренной структуры получается картина, схематически показанная на рис. 11, в, г.

Комбинации различных факторов. Возможные комбинации различных факторов, дающих те или иные артефакты, весьма разнообразны. В связи с этим остановимся наиболее подробно на двух наиболее часто встречающихся комбинациях.

Комбинация "грубая механическая полировка + недотрав поверхности". Одновременная комбинация достаточно грубой механической полировки и "недотрава" поверхности НМК металла приводит к появлению частично протравленных областей поверхности, че-

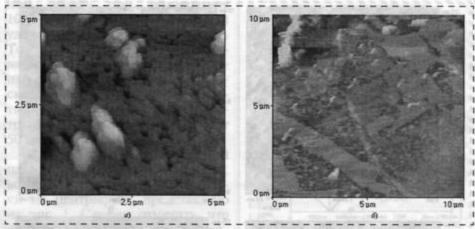


Рис. 9. Топограммы загрязненных поверхностей НМК металлов

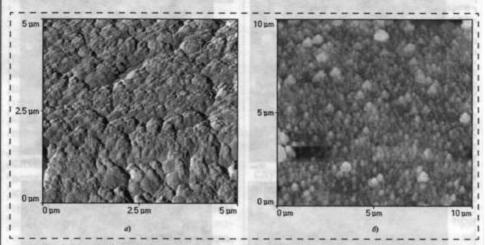


Рис. 10. Селективное травление поверхности НМК металла с помощью селективного травителя первого класса, преимущественно выявляющего дислокационную структуру в КК металлах

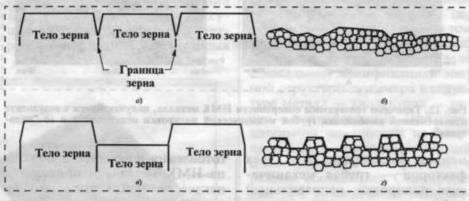


Рис. 11. Травление поверхности КК (a, s) и НМК металла  $(b, \varepsilon)$  травителем, выявляющим структуру границ зерен (a, b) и внутризеренную структуру  $(s, \varepsilon)$ 

редующихся с плоскими непротравленными участками (рис. 12).

Другой вариант проявления "недотрава" механически отполированной поверхности — это отсутствие четко выраженных межзеренных границ — топограмма имеет размытый волнообразный вид, где зерна не отделены друг от друга четкими протравленными границами.

Комбинация "неправильный выбор травителя + перетрав + механическая полировка". Одновре-

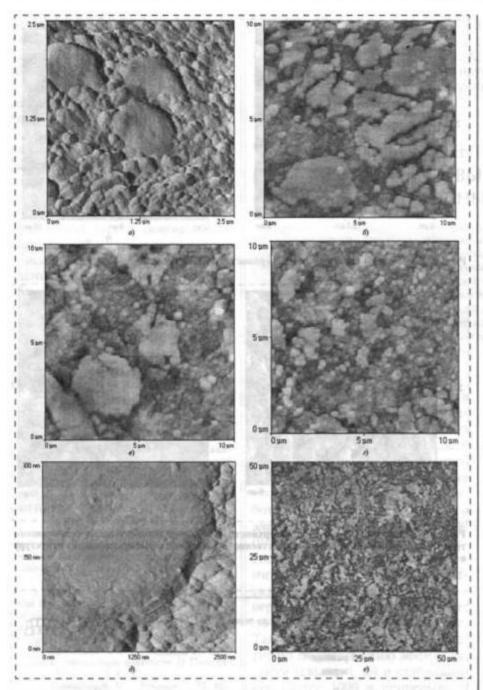


Рис. 12. Типичные топограммы поверхности НМК металла, получающиеся в результате одновременной комбинации грубой механической полировки поверхности и ее "недотрава"

менное воздействие этих трех факторов — грубая механическая полировка, неправильный выбор травителя и перетрав поверхности — приводит к артефакту "прямоугольных зерен" (рис. 13).

#### Способы устранения артефактов. Выявление истинной зеренной структуры

Выше было показано, что механическое полирование является неэффективным способом приготовления поверхности образца из НМК металла и приводит к некачественной картине его зеренной структуры. Таким образом завершающим этапом приготовления поверхности шлифа должен быть метод, полностью исключающий механическое воздействие на поверхность. Традиционно в качестве такого метода используется метод электролитического или электрохимического полирования [17—19]. Недостат-

ком этого процесса является возникновение при полировании кавитацинных пор ("ямок") размером 0,5...3 мкм (рис. 14). Однако наличие пор и их размеры зависят от выбора электролита, режима полирования, качества исходной поверхности и при правильном выборе режимов травления могут быть устранены.

Длительное электрополирование приводит к появлению "волнистости" на поверхности шлифа (рис. 14, а). Данная особенность воздействия электрополирования может привести к тому, что в случае применения оптической микроскопии при больших увеличениях будет возникать проблема точной фокусировки, а в случае использования АСМ возникают затруднения с Z-разрешением (вертикальный ход кантилевера при снятии топограммы может оказаться недостаточным).

В качестве примера, демонстрирующего особенности подготовки поверхности НМК металов, приведем режимы подготовки поверхности НМК меди технической чистоты.

При подготовке поверхности шлифа НМК меди для механического полирования использовались алмазные пасты с минимальной дисперсностью менее 1 мкм (для тонкого механического полирования) и для электролитического полирования - электролит CrO<sub>3</sub> + H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (напряжение ~8— 10 В, плотность тока ~0,4 А/см², время полирования 60 с). Для травления поверхности НМК металла (НМК меди) применялись 4 и 10 %-ные растворы азотной кислоты (НОО3) в дистиллированной воде и спирте для выявления общей дефектной структуры НМК металла (двойников рекристаллизации, дислокационной структуры, границ зерен), а для более детальной "прорисовки" границ зерен использовался 10 %-ный раствор персульфата аммония  $((NH_4)_2S_2O_8)$  в дистиллированной воде [20]. Данная комбинация позволяет достаточно четко выявлять зеренную структуру НМК меди как в состоянии после

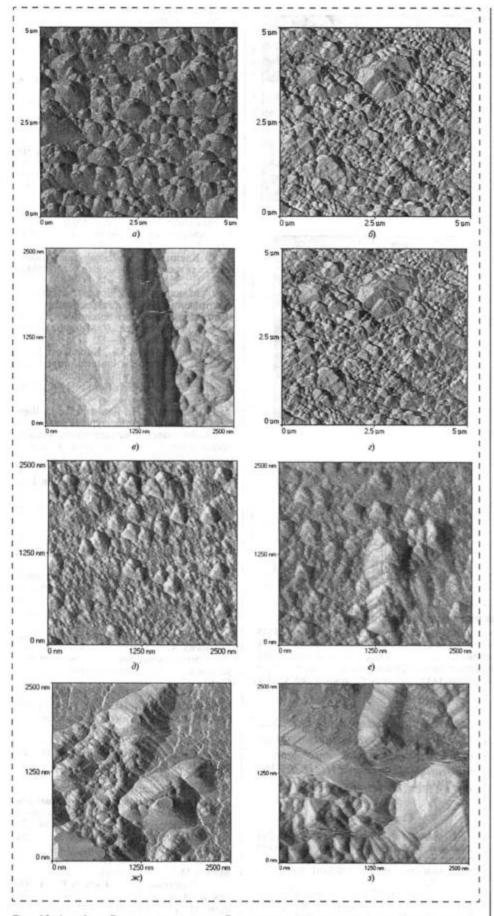


Рис. 13. Артефакт "прямоугольных зерен" как следствие одновременного воздействия на поверхность НМК металла механической полировки и сильного травления неправильно выбранного селективного травителя

РКУ-прессования (рис. 15, а), так и на различных стадиях рекристаллизации (рис. 15,  $\delta$ — $\epsilon$ ). На рис. 15,  $\partial$ , e представлены гистограммы распределения зерен по размерам в структуре НМК меди М1 в состоянии после РКУ-прессования (д) и после рекристаллизационного отжига 280 °С (1 ч) (е). Из представленных гистограмм, в частности, следует, что средний размер зерна, выявляемый таким методом, с хорошей точностью совпадает со средним размером зерна, определяемым с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии (см. рис. 2,  $\theta$ ).

#### Результаты

- 1. Описана методика выявления зеренной структуры нано- и микрокристаллических металлов, приготовленных с помощью многоциклового равноканального углового прессования. Описаны основные артефакты, возникающие при использовании традиционных методов подготовки поверхности образца для структурных исследований нано- и микрокристаллических металлов.
- 2. Использование атомно-силовой микроскопии (АСМ) открывает принципиально новые возможности для изучения структуры материалов. В частности, по сравнению с локальными методами просвечивающей электронной микроскопии АСМ позволяет получить гораздо более представительную картину микроструктуры металлов. Однако методики приготовления образцов для АСМ

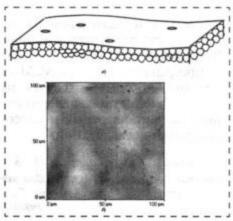


Рис. 14. Поверхность НМК металла после электрополировки (ACM)

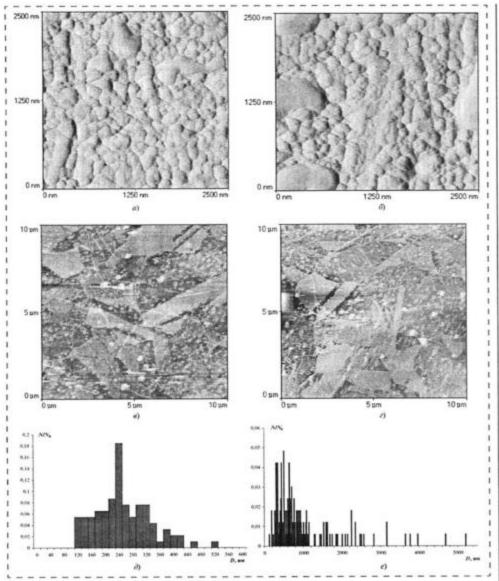


Рис. 15. Структура НМК меди (N=12) на различных стадиях рекристаллизации: a — структура НМК меди в состоянии после РКУ-прессования;  $\delta$  — структура НМК меди в состоянии после РКУ-прессования и рекристаллизационного отжига 200 °C (1 ч);  $\theta$ ,  $\epsilon$  — структура НМК меди в состоянии после РКУ-прессования и рекристаллизационного отжига 280 °C (1 ч);  $\theta$ ,  $\epsilon$  — гистограммы распределения зерен по размерам в состоянии после РКУ-прессования и после рекристаллизационного отжига 280 °C (1 ч) соответственно

нуждаются в тщательной разработке и детальных исследованиях. Важнейшей задачей здесь является превращение методик АСМ из методик, которые находятся на уровне "искусства" экспериментаторов, в стандартный и массовый метод исследований.

Авторы благодарят В. И. Копылова за предоставленные для исследований образцы. Авторы благодарят за поддержку РФФИ (грант 02-03-33043), а также программу "Фундаментальные исследования в высшем образовании" (BRHE) и Научно-образовательный центр "Физика твердотельных наноструктур" (НОЦ ФТНС) ННГУ им. Н. И. Лобачевского.

#### Список литературы

- 1. Валиев Р. З., Корзников А. В., Мулюков Р. Р. Структура и свойства металлических материалов с субмикрокристаллической структурой // ФММ. 1992. № 4. С. 70—86.
- Gleiter H. Nanostructured Materials: Basic Concept and Microstructure // Acta Materialia. 2000. Vol. 48. N 1. P. 1—30.
- Андриевский Р. А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических

- материалах // ФММ. 1999. Т. 88. № 1. С. 50—73 и 2000. Т. 89. № 1. С. 91—112.
- Тусев А. И. Эффекты нанокристаллического состояния в компактных металлах и состояниях // УФН. 1998. Т. 168. № 1. С. 55—83.
- Валиев Р. З., Исламгалиев Р. К. Структура и механическое поведение ультрамелкозернистых металлов и сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации // ФММ. 1998. Т. 85. Вып. 3. С. 161—175.
- Грязнов М. Ю., Сысоев А. Н., Чувильдеев В. Н. Экспериментальные исследования внутреннего трения в микрокристаллической меди // ФММ. 1999. Т. 87. № 2. С. 84—89.
- Лариков Л. Н. Диффузионные пронессы в нанокристаллических материалах // Металлофизика и новейшие технологии.
   1995. Т. 17. № 1. С. 3—30.
- 1995. Т. 17. № 1. С. 3—30. 8. **Клоцман С. М.** Диффузия в нанокристаллических материалах // ФММ. 1993. Т. 75. № 4. С. 5—18.
- Макаров И. М. Возврат электросопротивления в микрокристаллической меди, полученной интенсивной пластической деформацией // Материаловедение. 1999. № 7. С. 36—42.
- Mulyukov Kh. Ya., Korznikova G. F., Valiev R. Z. Magnetic hysteric properties of pure ferromagnetics with submicron grained structure // Mater. Sci. Forum. 1990. V. 62. P. 627—628.
- 11. Елсуков Е. П., Конытин Г. Н., Воронина Е. В. и др. Температурные магнитные и мессбауэровские исследования механически измельченных сплавов железо олово // ФММ. 1999. Т. 88. № 3. С. 5—12.
- олово // ФММ. 1999. Т. 88. № 3. С. 5—12. 12. Valiev R. Z., Salimonenko D. A., Tsenev N. K., Berbon P. B., Langdon T. G. Observation of High Strain Rate Superplasticity in Commercial Aluminum Alloys with Ultrafine Grain Sizes // Scripta Materialia. 1997. Vol. 37. N 12. P. 1945—1950.
- Ultrafine Grain Sizes // Scripta Materialia. 1997. Vol. 37. N 12. P. 1945—1950. 13. Гоголинский К. В., Новиков С. В., Решетов В. Н., Ульянов Т. Н. Применение атомно-силового микроскопа для исследования механических свойств композиционных материалов с гетерофазной структурой // Структура, фазовые превращения и свойства нанокристаллических сплавов. Екатеринбург: УрО РАН, 1997. С. 112—125.
- Бухарев А. А., Овчинников Д. В., Бухарева А. А. Диагностика поверхности с помощью сканирующей зондовой микроскопии // Заводская лаборатория. 1996. С. 10—27.
- 15. Чувильдеев В. Н., Нохрин А. В., Макаров И. М., Копылов В. И. и др. Рекристаллизация в микрокристаллических металлах, полученных методом РКУ-прессования. Часть I—III // ФММ (в печати).
- Сегал В. М., Резников В. И., Копылов В. И. и др. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск: Наука и техника. 1994, 232 с.
- Болховитинов Н. Ф., Болховитинова Е. Н. Атлас макро- и микроструктур металлов и сплавов. М.: Машгиз, 1959. 87 с.
- 18. Металлография железа. В 3-х томах / Пер. с англ. В. П. Калинина, Н. А. Зоидзе и Н. В. Чаргеншвили. (Под ред. Н. Ф. Тавадзе.) М.: Металлургия, 1972.
- 19. Панченко Е. В., Скаков Ю. А., Понов К. В. и др. Лаборатория металлографии. М.: ГНТИЛЧЦМ, 1957. 685 с.
- Беккерт М., Клемм Х. Справочник по металлографическому травлению. М.: Металлургия, 1979. 335 с.

## Конструирование и моделирование МСТ

УДК 535.312

Г. В. Дедков, д-р физ.-мат. наук, проф., А. А. Кясов, канд. физ.-мат. наук, Кабардино-Балкарский государственный университет, г. Нальчик

# ДИССИПАТИВНЫЕ ФЛУКТАЦИОННЫЕ СИЛЫ И ПОТОК ТЕПЛА МЕЖДУ ЗОНДОМ СКАНИРУЮЩЕГО ЗОНДОВОГО МИКРОСКОПА И ПОВЕРХНОСТЬЮ

Рассмотрены основные следствия нерелятивистской теории флуктуационно-электромагнитного взаимодействия частиц и нанозондов, движущихся в квазистационарном режиме вблизи поверхности поляризующейся немагнитной среды. Получены общие соотношения между работой флуктуационного поля над частицей в единицу времени, скорости ее нагрева (охлаждения) и мощностью тангенциальной силы, приложенной к центру масс. В случае сферического атома в основном состоянии нагрев трактуется как разновидность лэмбовского сдвига уровней, вызванного взаимодействием с поверхностью. Даны оценки тангенциальных сил и потока тепла между зондом сканирующего микроскопа и поверхностью через нерадиационные моды флуктуационного электромагнитного поля. Анализируется роль нелокальности диэлектрической функции и структуры поверхности.

#### Введение

Вплоть до последнего времени в литературе было много неясностей и противоречий относительно флуктуационно-диссипативных сил, действующих на малые частицы, движущиеся вблизи поверхности [1-8]. По нашему мнению, они были вызваны недостаточным пониманием фундаментальных соотношений между основными физическими величинами, характеризующими данную задачу, такими как тангенциальная сила (действующая на частицу) и ее мощность, скорость диссипации энергии флуктуационного электромагнитного поля, поток тепла между частицей и поверхностью, роль спонтанных и индуцированных компонент полей и токов и т. д. В наших недавних работах [9—11] такие соотношения были получены как в нерелятивистском, так и в релятивистском приближении. Эти результаты значительно проясняют ситуацию и, в частности, устраняют имевшиеся принципиальные расхождения между нашими более ранними результатами [5, 6] и результатами других авторов [2-4, 8].

Используя развитый нами метод статистического усреднения [5, 6], мы получили наиболее общие формулы для тангенциальной дипольной силы, действующей на движущуюся частицу, а также скорости ее нагрева при произвольных диэлектрических характеристиках и температурах частицы и поверхности. Формула для тангенциальной силы согласуется с результатом работы Томассони и Видома [2], полученным в линейном приближении по скорости (нулевое трение при T = 0), и с недавно полученной более общей формулой Волокитина и Перссона [8] при одинаковых температурах частицы и поверхности. Кроме того, мы обращаем внимание на возможность принципиально новых эффектов, таких как резонансное динамическое взаимодействие частицы с поверхностными возбуждениями, когда на нее действует максимальная тангенциальная сила или максимален тепловой поток между ней и поверхностью, возможность ускорения и нагрева частицы и т. д. При этом важно отметить, что проведенное обобщение теории на релятивистский случай приводит к формулам, тождественно совпадающим с нерелятивистскими аналогами в пределе  $c \to \infty$  (где c — скорость света) [9].

Отмеченные выше особенности принципиально отличают флуктуационно-электромагнитное взаимодействие нейтральной частицы с поверхностью от взаимодействия заряженной частицы и дипольной (мультипольной) молекулы, не имеющих внутренних степеней свободы, когда тангенциальная сила может быть только тормозящей (диссипативной), а поверхность нагревается.

Целью настоящей статьи является изложение принципиальных моментов нерелятивистской теории флуктуационных взаимодействий с учетом пространственной дисперсии диэлектрической проницаемости и структурных эффектов взаимодействия наночастиц с поверхностью, обладающей трансляционной симметрией.

#### Теория

Следуя [10, 11], рассматриваем малую нейтральную сферическую частицу, движущуюся в вакууме параллельно границе полубесконечной среды на расстоянии  $z_0$  от нее. Полупространство  $z \le 0$ , заполненное средой, характеризуется комплексной диэлектрической проницаемостью є, являющейся функцией частоты ю и, в общем случае, волнового вектора k. Частица характеризуется дипольной электрической поляризуемостью α(ω) или диэлектрической проницаемостью  $\varepsilon_1(\omega)$ . Действительные и мнимые компоненты соответствующих функций обозначаются одним и двумя штрихами. Ось д лабораторной системы, связанной с поверхностью, перпендикулярна границе среды, а ось х совпадает с направлением скорости и частицы. Предполагая  $z_0 \gg R$ , где R — характерный размер частицы, мы можем рассматривать ее как точечный флуктуирующий электрический диполь с моментом d(t). Кроме того, будем считать, что  $z_0 \ll c/\omega_0$ , где  $\omega_0$  —

характерная частота спектра поглощения частицы и поверхности. Последнее условие позволяет пренебречь эффектом запаздывания электромагнитных взаимодействий.

При указанных условиях вектор поляризации, индуцируемой флуктуирующим дипольным моментом частицы, определяется соотношением

$$P(x, y, z, t) = \delta(x - vt) \, \delta(y)(z - z_0) \, d(t). \tag{1}$$

В отсутствие излучения закон сохранения энергии системы частица — поверхность имеет вид

$$-\frac{dW}{dt} = \int \langle jE \rangle d^3r, \qquad (2)$$

где в левой части (2) стоит скорость энергетических потерь флуктуационного поля, а в правой — работа, производимая флуктуационным полем над частицей в единицу времени; интегрирование проводится по объему частицы, а угловые скобки означают полное квантовостатическое усреднение. Учитывая, что по определению  $\mathbf{j} = \partial \mathbf{P}/\partial t$ , и подставляя (1) в правую часть (2), получим

$$\int \langle jE \rangle d^3r = v \langle (d\nabla)E_x \rangle + \langle \dot{d}E \rangle = F_x v + dQ/dt, \quad (3)$$

где первое слагаемое представляет мощность тангенциальной силы, а второе — скорость нагрева (охлаждения) частицы. Физический смысл (3) достаточно очевиден: работа флуктуационного поля над частицей расходуется на изменение кинетической энергии ее центра масс (первое слагаемое) и нагрев. Для нейтрального атома нагрев можно ассоциировать с лэмбовским сдвигом атомных уровней, вызванным взаимодействием с поверхностью. Из (3) следует, что пока  $\langle \dot{\bf d} \, E \rangle \neq 0$ , тангенциальная сила не может быть выражена через интеграл диссипации. Вместе с тем, поток тепла также не может быть выражен через этот интеграл, если  $\upsilon \neq 0$ .

Все векторные величины, входящие в (3), берутся с учетом вклада спонтанных (sp) и индуцированных (in) флуктуаций, т. е., например, для тангенциальной силы и потока тепла (в нерелятивистском случае) будем иметь

$$F_{x} = \langle (\boldsymbol{d}^{sp} \nabla) E_{x}^{in} \rangle + \langle (\boldsymbol{d}^{in} \nabla) E_{x}^{sp} \rangle; \tag{4}$$

$$\dot{Q} = \langle \dot{\boldsymbol{d}}^{sp} \boldsymbol{E}^{in} \rangle + \langle \dot{\boldsymbol{d}}^{in} \boldsymbol{E}^{sp} \rangle. \tag{5}$$

Статистическое усреднение в правых частях (4) и (5) проводится методом, развитым в наших работах [5, 6]. В итоге получим (интегрирование по всем переменным проводится по области  $(0, \infty)$ ) [10, 11]

$$F_{x} = \langle (\mathbf{d}^{sp} \nabla) E_{x}^{in} \rangle + \langle (\mathbf{d}^{in} \nabla) E_{x}^{sp} \rangle = -\frac{2\hbar}{\pi^{2}} \times$$

$$\times \iiint d\omega dk_{x} dk_{y} k_{x} k \exp(-2kz_{0}) \times$$

$$\times \begin{cases} \coth\left(\frac{\omega\hbar}{2k_{\rm B}T_{\rm I}}\right)\alpha''(\omega)[\Delta''(\omega+k_{\rm x}v)-\\ -\Delta''(\omega-k_{\rm x}v)] + \coth\left(\frac{\omega\hbar}{2k_{\rm B}T_{\rm 2}}\right)\Delta''(\omega) \times\\ \times \left[\alpha''(\omega+k_{\rm x}v)-\alpha''(\omega-k_{\rm x}v)\right] \end{cases}; \qquad (6)$$

$$\dot{Q} = \langle \dot{\boldsymbol{d}} \boldsymbol{E} \rangle + \langle \dot{\boldsymbol{d}}^{sp} \boldsymbol{E}^{in} \rangle + \langle \dot{\boldsymbol{d}}^{in} \boldsymbol{E}^{sp} \rangle = -\frac{2\hbar}{\pi^2} \times \\ \times \iiint d\omega dk_x dk_y k \exp(-2kz_0) \times$$

$$\times \begin{cases} \coth\left(\frac{\omega\hbar}{2k_{\rm B}T_{\rm l}}\right)\alpha''(\omega)[\omega\Delta''(\omega+k_{\rm x}v)+\\ +\omega\Delta''(\omega-k_{\rm x}v)] - \coth\left(\frac{\omega\hbar}{2k_{\rm B}T_{\rm 2}}\right)\Delta''(\omega) \times\\ \times [(\omega+k_{\rm x}v)\alpha''(\omega+k_{\rm x}v)+\\ + (\omega-k_{\rm x}v)\alpha''(\omega-k_{\rm x}v)] \end{cases}, \quad (7)$$

где  $T_1$ ,  $T_2$  — температуры частиц и поверхности;  $\hbar$ ,  $k_{\rm B}$  — постоянные Планка и Больцмана.

В локальном случае функция диэлектрического отклика поверхности определяется как  $\Delta(\omega) = (\epsilon(\omega-1)/(\epsilon(\omega)+1))$ , а в нелокальном, соответственно,

$$\Delta(q,\,\omega) = \frac{\pi - q I_0}{\pi + q I_0}; \qquad (8)$$

$$I_0 = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{dk_z}{k^2 \varepsilon(\mathbf{k}, \omega)}, \qquad (9)$$

где 
$$k = (q, k_z); q = \sqrt{k_x^2 + k_y^2}.$$

Предел малых скоростей частиц. Для зондовой микроскопии особый интерес представляет предел малых скоростей частицы, когда выполняется условие  $\upsilon/(\omega z_0) \ll 1$ . В этом случае с учетом линейного по скорости члена разложения в (6) и квадратичного в (7) получим (ограничиваясь локальным диэлектрическим откликом) следующие соотношения:

$$F_{x} = -\frac{3\hbar v}{4\pi z_{0}^{5}} \int_{0}^{\infty} d\omega \left[ \frac{1}{\exp[\hbar\omega/(k_{\rm B}T_{1})] - 1} - \frac{1}{\exp[\hbar\omega/(k_{\rm B}T_{2})] - 1} \right] \alpha''(\omega) \frac{d}{d\omega} \Delta''(\omega) - \frac{3\hbar v}{4\pi z_{0}^{5}} \times$$

$$\times \frac{\hbar}{k_{\rm B}T_2} \int_0^\infty d\omega \alpha''(\omega) \Delta''(\omega) \frac{\exp\left(\frac{\omega \hbar}{k_{\rm B}T_2}\right)}{\left[\exp\left(\frac{\omega \hbar}{k_{\rm B}T_2}\right) - 1\right]^2}; \quad (10)$$

$$\dot{Q} = -\frac{\hbar}{\pi z_0^3} \int_0^{\infty} d\omega \omega \alpha''(\omega) \Delta''(\omega) \times \left[ \frac{1}{\exp[\hbar \omega / (k_{\rm B} T_1)] - 1} - \frac{1}{\exp[\hbar \omega / (k_{\rm B} T_2)] - 1} \right] - \frac{3\hbar v^2}{8\pi z_0^5} \int_0^{\infty} d\omega \times \left\{ \coth\left(\frac{\omega \hbar}{2k_{\rm B} T_1}\right) \omega \alpha''(\omega) \frac{d^2 \Delta''}{d\omega^2} - \coth\left(\frac{\omega \hbar}{2k_{\rm B} T_2}\right) \times \right\} \times \left\{ \times \Delta''(\omega) \left( 2\frac{d\alpha''(\omega)}{d\omega} + \omega \frac{d^2 \alpha''(\omega)}{d\omega^2} \right) \right\}. (11)$$

На первый взгляд может показаться, что учет второго слагаемого в (11) выходит за пределы точности разложения. Однако именно оно определяет тепловой поток при равных температурах частицы и поверхности. Кроме того, это слагаемое может играть более заметную роль при резонансной структуре подынтегральных функций.

Из формул (10), (11) следует возможность ускорения частицы и изменения направления теплового потока (от "холодного" тела к "горячему"). В самом деле, в (10) только второй член всегда отвечает тормозящей тангенциальной силе ( $F_x < 0$ ), в то время как первый может дать ускоряющую силу ( $F_x > 0$ ) либо при  $T_2 > T_1$ ,  $d\Delta''/d\omega > 0$ , либо при  $T_1 > T_2$ ,  $d\Delta''/d\omega < 0$  (в пределе высоких температур). Аналогично первое слагаемое (11) положительно при  $T_2 > T_1$  (нагрев частицы полем поверхности). Этот случай можно считать "нормальным". Второй (динамический) вклад в тепловой поток может быть положительным при  $T_1 > T_2$  и, таким образом, соответствует "аномальному" направлению потока тепла.

В нелинейном скоростном режиме возможны интересные особенности резонансного характера. Пусть для простоты  $\omega_{0n}$  и  $\omega_s$  соответствуют частоте атомного перехода  $0 \rightarrow n$  и частоте поверхностного возбуждения,  $f_{0n}$  представляет силу осциллятора атомного перехода. Предполагая, что ширина соответствующих атомных линий много меньше величины  $|\omega_s - \omega_{0n}|$ , из (6), (7) получим

$$F = -\frac{\hbar e^2 f_{0n}}{2m} \frac{\omega_s}{\omega_{0n}} \frac{x^4 (K_0(x) + K_2(x))}{\Delta(\omega) z_0^4} \times \left[ \frac{1}{\exp[\hbar \omega_{0n} / (k_{\rm B} T_1)] - 1} - \frac{1}{\exp[\hbar \omega_s / (k_{\rm B} T_2)] - 1} \right]; \tag{12}$$

$$\dot{Q} = -\frac{\hbar e^2 f_{0n} \omega_s}{2m} \frac{x^3 (K_0(x) + K_2(x))}{|\Delta(\omega)| z_0^3} \times \left[ \frac{1}{\exp[\hbar \omega_{0n} / (k_{\rm B} T_1)] - 1} - \frac{1}{\exp[\hbar \omega_s / (k_{\rm B} T_2)] - 1} \right], \tag{13}$$

где  $\Delta \omega = \omega_s - \omega_{0n}$ ;  $x = 2|\Delta \omega|z_0/v$ ;  $K_{0,2}(x)$  — бесселевы функции; e и m — заряд и масса электрона соответственно.

Функции F(x) и Q(x) достигают максимума при x = 3,25 и x = 2,1 соответственно. Следовательно, тангенциальная сила и тепловой поток максимальны при скоростях частицы  $v = 0.62 |\Delta \omega| z_0$  и  $v = 0.95 |\Delta\omega| z_0$ . Эти условия могут рассматриваться как условия динамического резонанса. Кроме того, из формул (12), (13) следует возможность различного знака для тангенциальной силы и теплового потока, причем знак зависит от соотношения между величинами  $\omega_{0n}/T_1$  и  $\omega_s/T_2$ . Эффекты такого рода могут быть особенно заметными на поверхностях ионных диэлектриков и легированных полупроводников, имеющих пики поверхностных возбуждений в микроволновой области спектра. Для контактов нормальных металлов наличие планковских факторов в формулах (10)—(13) приводит к резкому уменьшению тангенциальных сил и тепловых потоков на частотах плазменного резонанса.

Сила трения и скорость нагрева поверхности зондом сканирующего микроскопа. Для твердых тел с кубической симметрией решетки поляризуемость связана с диэлектрической проницаемостью материала формулой Клаузиуса—Моссотти, поэтому

$$\alpha''(\omega) = \frac{3}{4\pi N} \operatorname{Im} \frac{\varepsilon_1(\omega) - 1}{\varepsilon_1(\omega) + 2}, \tag{14}$$

где N — объемная концентрация атомов зонда. После подстановки (14) в (10) и интегрирования по объему параболического зонда с уравнением поверхности  $z = (x^2 + y^2)/(2R) + d$ , где R — радиус кривизны зонда вблизи апекса, d — расстояние апекса от поверхности, получим (предполагая большим отношение высоты зонда к радиусу) выражение [11]

$$F = -\frac{3}{32\pi} \frac{\hbar Rv}{d^3} J(\varepsilon_1(\omega), \varepsilon_2(\omega)), \tag{15}$$

где  $\varepsilon_2(\omega)$  относится к поверхности, а интеграл перекрытия спектров  $J(\varepsilon_1(\omega), \varepsilon_2(\omega))$  имеет в точности ту же структуру, что и частотные интегралы в (10) с заменой  $\alpha''(\omega)$  на функцию

$$\underline{\Delta}''(\omega) = \operatorname{Im} \frac{\varepsilon_1(\omega) - 1}{\varepsilon_1(\omega) + 2}. \tag{16}$$

В оптической (инфракрасной) области спектра или при достаточно высоких температурах, когда  $\hbar\omega\ll k_{\rm B}T$ , формула (15) приводится к более простому виду

$$F = -\frac{3}{32\pi} \frac{k_{\rm E} TRv}{d^3} J(\varepsilon_1(\omega), \, \varepsilon_2(\omega)); \qquad (17)$$
$$J(\varepsilon_1(\omega), \, \varepsilon_2(\omega)) =$$

$$= \begin{cases} \int_0^{\infty} d\omega \frac{\tilde{\Delta}_1''(\omega)\Delta_2''(\omega)}{\omega^2}, & T_1 = T_2 = T; \\ \int_0^{\infty} \frac{d\omega}{\omega} \tilde{\Delta}_1''(\omega) \frac{d}{d\omega} \Delta_2''(\omega), & T_1 = T, T_2 = 0; \end{cases}$$

$$\int_0^{\infty} \frac{d\omega}{\omega} \Delta_2''(\omega) \frac{d}{d\omega} \tilde{\Delta}_1''(\omega), & T_1 = 0, T_2 = T. \end{cases}$$
(18)

В случае произвольных температур зонда и поверхности модификации формул (16)—(18) очевидна. При использовании нелокальных диэлектрических функций поверхности нужно исходить из общей формулы (6).

Для хороших проводников с проводимостью  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  зонда и поверхности соответственно формулы (17), (18) справедливы при условии  $k_{\rm E}T/(2\pi\hbar)\gg$   $\gg$  max ( $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ ). В противоположном случае при  $k_{\rm E}T/(2\pi\hbar)\ll$  max ( $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ ) из (10) следует, что  $F_{\rm x}\propto T^2$ , причем значение интегралов перекрытия спектров получается меньше. В общем случае показатель степени зависимости  $F_{\rm x}(T)$  для конкретного типа материалов изменяется в пределах 1—2, если не учитывать возможных температурных изменений диэлектрических характеристик зонда и поверхности.

Максимальное значение интегралов (18) для проводников с диэлектрической проницаемостью вида  $\varepsilon(\omega) = 1 + 4\pi\sigma_i/\omega$  достигается при  $3\sigma_1 = 2\sigma_2$ . Тогда с учетом (17), (18) получим

$$F_{x} = -C \frac{k_{\rm B} T R v}{\sigma_{\rm I} d^{3}},\tag{19}$$

где числовая константа C изменяется в пределах 0,01-0,02. При типичных для сканирующей зондовой микроскопии (C3M) параметрах: R=30 нм, d=0,5 нм, T=300 К и v=1 м/с получим оценку  $F_x=-2,8\cdot 10^{-3}/\sigma_1$  (H), поэтому для контактов материалов с металлической проводимостью ( $\sigma_1=10^{17}~{\rm c}^{-1}$ ) тангенциальная сила  $F_x$  пренебрежимо мала. Но для плохих проводников типа аморфного углерода, когда  $\sigma_1\sim 10^9~{\rm c}^{-1}$ , величина  $F_x$  становится заметной, а в контактах диэлектриков и плохих проводников может достигать значений порядка 1 нH, характерных для контактной моды C3M.

В статическом случае (v = 0) для контакта проводящего параболического зонда и проводящей плоской поверхности (с проводимостями  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$ ) из (11) следует:

1) 
$$k_{\rm B}(T_1, T_2)/(2\pi\hbar) \gg \max(\sigma_1, \sigma_2);$$

$$\dot{Q} = -\frac{3\pi}{2} k_B (T_1 - T_2) \frac{R}{d} \frac{\sigma_1 \sigma_2}{(2\sigma_1 + 3\sigma_2)};$$
 (20a)

2)  $\max k_B(T_1, T_2)/(2\pi\hbar) \ll \min(\sigma_1, \sigma_2);$ 

$$\dot{Q} = -\frac{3\pi}{160} \frac{R}{d} \frac{k_{\rm B}^4 (T_1^4 - T_2^4)}{\hbar^3 \sigma_1 \sigma_2},\tag{206}$$

где отрицательный знак Q отвечает охлаждению зонда. Мы видим, что температурные зависимости О радикальным образом зависят от соотношения между проводимостями материалов и частотой Вина  $k_{\rm B}T/\hbar$ . При  $T_1=300$  K,  $T_2=0$ , R/d=30 и  $\sigma_1 = \sigma_2 = 9 \cdot 10^9 \text{ c}^{-1}$  (кремний) из (20a) получим  $\dot{Q} = -1 \cdot 10^{-9}$  Вт. Тогда, предполагая, что эффективно нагреваемая площадь поверхности приблизительно равна  $d^2 = 10^{-18} \text{ м}^2$ , для соответствующей величины теплового потока будем иметь  $1 \cdot 10^9$  Вт/м<sup>2</sup>, т. е. намного больше, чем дает излучение абсолютно черного тела — 4,6 Вт/м<sup>2</sup>. Это согласуется с выводами других авторов [12, 13]. Таким образом, открывается возможность использования нерадиационных мод электромагнитного поля для тепловой модификации поверхности в нанометровых контактах с помощью "теплового штампа".

В нашей недавней работе [14] показано, что для плохих проводников формулами (20) можно пользоваться вплоть до расстояний порядка 100 нм. Для нормальных металлов, начиная с расстояний 10—20 нм, необходимо учитывать эффект запаздывания, но он приводит к уменьшению теплового потока по сравнению с формулой (206). Тем не менее ее можно использовать для верхней оценки скорости нагрева поверхности.

Влияние пространственной дисперсии. Для того чтобы показать возможную роль нелокального вклада в диэлектрическую функцию, рассмотрим низкочастотный вклад в силу торможения нейтрального атома, имеющего скорость  $v \ll v_F$ , где  $v_F$ — скорость Ферми. В этом случае для мнимой части атомной поляризуемости будем иметь (в этом подразделе используем атомные единицы)

$$\alpha''(\omega) = \omega \sum_{n} \frac{f_{0n} \gamma_{0n}}{\omega_{0n}^{3}}, \qquad (21)$$

где  $f_{0n}$ ,  $\omega_{0n}$  имеют тот же смысл, что в (12), (13);  $\gamma_{0n}$  — ширина линии. В соответствии с [11] в асимптотическом пределе  $z_0 \gg 1/(2k_{TF})$ , где  $k_{TF}$  — волновой вектор Томаса—Ферми, мнимая часть функции диэлектрического отклика поверхности

$$\Delta''(q, \omega) = \omega \left( \frac{2}{\sqrt{3}\omega_P} \frac{q}{k_{TF}} \left( \ln(2k_{TF}/q) - \frac{1}{2} \right) + \frac{1}{2\pi\sigma} \right), \tag{22}$$

где  $\sigma$  — статическая проводимость;  $\omega_P$  — частота объемных плазмонов. Подставляя (21), (22) в (6) и

применяя линейное разложение по скорости при условии  $2\pi\sigma > k_B T$ , получим

где 
$$k_1 = -\int_0^\infty \frac{x dx}{\exp(x) - 1} + \int_0^\infty \frac{x^2 dx}{\exp(x) - 1} +$$

$$+ \int_{0}^{\infty} \frac{x^2 dx}{(\exp(x) - 1)^2} = 1,645; k_2 = \sum_{n} f_{0n} \gamma_{0n} / \omega_{0n}^3.$$

Для нормальных металлов ( $\sigma=10^{17}$  с $^{-1}$ ,  $\omega_P=10^{15}$  с $^{-1}$ ,  $k_{TF}=1$  а. е.) второй член в квадратных скобках (23) много меньше первого, поэтому нелокальный вклад доминирует. Для числовой оценки можно принять  $k_2\approx\alpha(0)\langle\gamma_{0n}/\omega_{0n}\rangle\sim0.01\alpha(0)$ , где  $\alpha(0)$  — статическая поляризуемость атома. Тогда при  $T_1=0$ ,  $T_2=300$  K,  $\alpha(0)=27$  а. е. (Xe),  $z_0=10$  а. е., v=1 м/с из (23) получим  $F=0.4\cdot10^{-19}$  H, а для легированных полупроводников с  $\omega_P\sim1\div10$  мэВ — на два — три порядка выше. Для более резистивных материалов ( $\sigma=10^9\div10^{11}$  с $^{-1}$ ) в (23) доминирует второе слагаемое, но при наличии диспергирующих низкочастотных поверхностных возбуждений (например, поверхностных поляритонов) вклад нелокальных эффектов может снова оказаться заметным.

Структурные эффекты. В заключение коснемся возможной роли структурных эффектов. Если поверхность имеет локальную трансляционную симметрию, то электронная плотность в приповерхностной зоне не является однородной и также имеет соответствующую пространственную периодичность. То же самое можно сказать о функции диэлектрического отклика поверхности. В этом случае для заданной траектории частицы над поверхностью сила торможения может быть представлена в виде

$$\frac{dE}{dx}(\mathbf{r}) = \left(\frac{dE}{dx}\right)_0 + \sum_{\mathbf{G}} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\mathbf{G}} \exp(i\mathbf{G}\mathbf{r}), \tag{24}$$

где  $\left(\frac{dE}{dx}\right)_0$  соответствует однородному распределе-

нию электронов, а  $\left(\frac{dE}{dx}\right)_{G}$  — Фурье-компонента,

отвечающая двумерному вектору обратной решетки G; r — радиус-вектор частицы.

Соответствующее обобщение теории может быть сделано аналогично тому, что используется в расчетах энергетических потерь каналированных заряженных частиц в кристаллах [15]. В нашем случае структурно-зависимая функция диэлектрического отклика поверхности будет определяться соотношением

$$\Delta(\mathbf{q},\,\omega,\,\mathbf{G}) = \Delta_{\mathbf{c}}(\mathbf{q},\,\omega)f(\mathbf{G})e(\mathbf{q})e(\mathbf{q}+\mathbf{G}), \tag{25}$$

где  $\Delta_s(q, \omega)$  — стандартная функция отклика бесструктурной поверхности; f(G) — нормализованная Фурье-компонента электронной плотности; e(q) и e(q+G) — единичные векторы в направлениях 2D-векторов q и G. Очевидно, произведение e(q)e(q+G) можно представить в виде

$$e(q) e(q + G) = \frac{q + G\cos\phi}{(q^2 + G^2 - 2qG\cos\phi)^{1/2}},$$
 (26)

где  $\phi$  — угол между q и G.

Предполагая наличие радиальной симметрии типичной функции распределения электронов в атоме (n(r)) для нормализованного Фурье-фактора f(G) получим

$$f(G) = \frac{\int_{0}^{\infty} n(\sqrt{r^2 + z_0^2}) J_0(Gr) r dr}{\int_{0}^{\infty} n(\sqrt{r^2 + z_0^2}) r dr},$$
 (27)

где  $J_0(x)$  — функция Бесселя;  $z_0$  — расстояние частицы от поверхности. Тогда, например, при n(r) =

= 
$$\frac{Z\lambda^2}{4\pi a^2}$$
 exp $(-\lambda r/a)$  (где  $\lambda$  — модельный параметр;

а — длина экранирования), из (27) получим

$$f(G) = \frac{\lambda}{(\lambda^2 + G^2 a^2)^{1/2}} \times \exp(-z_0((\lambda^2 + G^2 a^2)^{1/2} - \lambda)).$$
(28)

Поскольку f(G) содержит экспоненциальный фактор, то в сумме (24) будут существенны только вклады от векторов G минимальной длины. Если траектория не совпадает с направлением одного из них, то вклад второго слагаемого в (24) оказывается осциллирующим (в зависимости от r) и после усреднения по траектории исчезает. Однако при движении частицы вдоль направления вектора G структурный вклад может стать заметным.

#### Заключение

Используя методы флуктуационной электролинамики, мы получили общие нерелятивистские соотношения между мощностью флуктуационноэлектромагнитного поля при его взаимодействии с флуктуирующими токами движущейся частицы, скоростью ее нагрева (охлаждения) и мощностью тангенциальной силы, действующей на частицу. Получены замкнутые выражения для тангенциальной силы и скорости нагрева в зависимости от диэлектрических свойств материалов и их температуры при квазистационарном движении частицы.

Проанализированы случай малых скоростей частиц, когда нелинейными скоростными эффектами можно пренебречь, и случай резонансного взаимодействия частица — поверхность, когда нелинейные эффекты значительны. Показано, что танген-

циальная сила может быть при определенных условиях ускоряющей, а поток тепла — аномальным (от "холодного" тела к "горячему"). Физически это обусловлено наличием у частицы внутренних степеней свободы, в результате чего обмен энергией и импульсом в системе движущаяся частица — поверхность не является столь тривиальным, как, например, при движении заряженной частицы. На подобные эффекты обращалось внимание В. Г. Полевым [1] при рассмотрении флуктуационно-диссипативного взаимодействия двух полубесконечных пространств, разделенных плоской щелью и находящихся в относительном движении.

Показано, что зонд сканирующего зондового микроскопа может быть использован как "тепловой штамп" для модификации поверхности образца через ближнепольные моды флуктуационного электромагнитного поля, поскольку соответствующий поток тепла на много порядков превышает поток излучения абсолютно черного тела той же температуры.

Наконец, сделана оценка вклада структурных эффектов в тангенциальную силу и скорость нагрева частицы. Такие эффекты могут наблюдаться при движении в направлении низкоиндексных направлений двумерных структур, находящихся на поверхности образца.

#### Список литературы

1. Полевой В. Г. Тангенциальные молекулярные силы между движущимися телами, обусловленные флуктуационным электромагнитным полем // ЖЭТФ. 1990. Т. 98. Вып. 6(12). С. 1990—1999.

- Tomassone M. S., Widom A. Electronic friction forces on molecules moving near metals // Phys. Rev. 1997. V. B56. P. 4938— 4943.
- Pendry J. B. Shearing the vacuum quantum friction // J. Phys. C: Solid State Phys. 1997. V. 9. P. 10301—10320.
- Volokitin A. I., Persson B. N. J. Theory of friction: contribution from fluctuating electromagnetic field // Phys. Low-Dim. Struct. 1998. V. 7/8. P. 17—28.
- Dedkov G. V., Kyasov A. A. Electromagnetic friction forces on the scanning probe asperity moving near surface // Phys. Lett. 1999. V. A259. P. 38-42.
- Dedkov G. V., Kyasov A. A. Electromagnetic fluctuation forces on a particle moving near a surface // Surf. Sci. 2000. V. 463. N 1. P. 11—21.
- Dorofeyev I., Fuchs H., Wenning G., Gotsmann B. Damping of a moving particle near a wall: a relativistic approach // Phys. Rev. 2001. V. B54. P. 35403—35410.
- Volokitin A. I., Persson B. N. J. Dissipative van der Waals interaction between a small particle and a metal surface // Phus. Rev. 2002. V. B65. P. 115419—115430.
- Kyasov A. A., Dedkov G. V. Relativistic theory of fluctuating electromagnetic slowing down of neutral spherical particles moving in close vicinity to a flat surface // Nucl. Instr. Meth. 2002. V. B195. N 3-4. P. 247-259.
- Дедков Г. В., Кясов А. А. Диссипация энергии флуктуационного электромагнитного поля, тангенциальная сила и скорость нагрева нейтральной частицы, движущейся вблизи плоской поверхности // ФТТ. 2002. Т. 28. № 8. С. 79—84.
- Дедков Г. В., Кясов А. А. Электромагнитные и флуктуационно-электромагнитные силы взаимодействия движущихся частиц и нанозондов с поверхностями. Нерелятивистское рассмотрение // ФТТ. 2002. Т. 44. № 10. С. 1729—1751.
- Pendry J. B. Radiative exchange of heat between nanostructures // J. Phys.: Condens. Matter. 1999. V. 11. P. 6621—6633.
- Volokitin A. I., Persson B. N. J. Radiative heat transfer between nanostructures // Phys. Rec. 2001. V. B63. P. 205404—205415.
- 14. Дедков Г. В., Кясов А. А. Об эффекте теплообмена между пробной наночастицей и поверхностью через ближнепольные моды флуктуационного электромагнитного поля // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. № 23. С. 50—57.
- Beloshitsky V. V., Komarov F. F. and Kumakhov M. A. Dechanneling, flux — peaking and energy losses of fast charged particles through thick crystals // Phys. Rep. 1986. V. 139. N 6. P. 293—364.

УДК 681.586.773

В. А. Дьяченко, д-р техн. наук, проф., А. Б. Смирнов, канд. техн. наук, Санкт-Петербургский государственный технический университет

# РАСЧЕТ И ПРОЕКТИРОВАНИЕ МИКРОМАНИПУЛЯТОРОВ С ПЬЕЗОПРИВОДАМИ

Рассматриваются микроманипуляционные системы с биморфными пьезоприводами, предназначенные для биологических исследований. Анализируются конструктивные решения устройств с тремя степенями свободы. Приводится расчет перемещений рабочего органа микроманипулятора в зависимости от напряжения, подаваемого на пьезоприводы. Определяются области перемещений и траектории движения при определенных законах изменения напряжения.

Последние достижения в области медицины и биологии, в частности в генной инженерии (кло-

нирование) и цитологии, в немалой степени обязаны бурному развитию микроманипуляционных систем, способных проводить тончайшие операции на клеточном уровне. Рабочими органами таких устройств служат микропипетки, микроинъекторы и микроэлектроды.

Современные микроманипуляторы обычно имеют два уровня перемещений — грубые и точные. Первые осуществляются в относительно больших зонах (20...40 мм) на скоростях до 10 мм/с при разрешении 0,1 мм за счет ручного или электромеханического приводов, в состав которых входят электродвигатели и механические передачи (реечные, винтовые). Точные перемещения (ход до 1...2 мм) при максимальном разрешении 0,2 мкм осуществляются с помощью модулей, установленных на приводах грубых перемещений, включающих электромеханические приводы с червячными, рычажными и ленточными передачами, или с мембранными объемными гидравлическими передачами. В основном эти микроманипуляционные системы

циальная сила может быть при определенных условиях ускоряющей, а поток тепла — аномальным (от "холодного" тела к "горячему"). Физически это обусловлено наличием у частицы внутренних степеней свободы, в результате чего обмен энергией и импульсом в системе движущаяся частица — поверхность не является столь тривиальным, как, например, при движении заряженной частицы. На подобные эффекты обращалось внимание В. Г. Полевым [1] при рассмотрении флуктуационно-диссипативного взаимодействия двух полубесконечных пространств, разделенных плоской щелью и находящихся в относительном движении.

Показано, что зонд сканирующего зондового микроскопа может быть использован как "тепловой штамп" для модификации поверхности образца через ближнепольные моды флуктуационного электромагнитного поля, поскольку соответствующий поток тепла на много порядков превышает поток излучения абсолютно черного тела той же температуры.

Наконец, сделана оценка вклада структурных эффектов в тангенциальную силу и скорость нагрева частицы. Такие эффекты могут наблюдаться при движении в направлении низкоиндексных направлений двумерных структур, находящихся на поверхности образца.

#### Список литературы

1. Полевой В. Г. Тангенциальные молекулярные силы между движущимися телами, обусловленные флуктуационным электромагнитным полем // ЖЭТФ. 1990. Т. 98. Вып. 6(12). С. 1990—1999.

- Tomassone M. S., Widom A. Electronic friction forces on molecules moving near metals // Phys. Rev. 1997. V. B56. P. 4938— 4943.
- Pendry J. B. Shearing the vacuum quantum friction // J. Phys. C: Solid State Phys. 1997. V. 9. P. 10301—10320.
- Volokitin A. I., Persson B. N. J. Theory of friction: contribution from fluctuating electromagnetic field // Phys. Low-Dim. Struct. 1998. V. 7/8. P. 17—28.
- Dedkov G. V., Kyasov A. A. Electromagnetic friction forces on the scanning probe asperity moving near surface // Phys. Lett. 1999. V. A259. P. 38-42.
- Dedkov G. V., Kyasov A. A. Electromagnetic fluctuation forces on a particle moving near a surface // Surf. Sci. 2000. V. 463. N 1. P. 11—21.
- Dorofeyev I., Fuchs H., Wenning G., Gotsmann B. Damping of a moving particle near a wall: a relativistic approach // Phys. Rev. 2001. V. B54. P. 35403—35410.
- Volokitin A. I., Persson B. N. J. Dissipative van der Waals interaction between a small particle and a metal surface // Phus. Rev. 2002. V. B65. P. 115419—115430.
- Kyasov A. A., Dedkov G. V. Relativistic theory of fluctuating electromagnetic slowing down of neutral spherical particles moving in close vicinity to a flat surface // Nucl. Instr. Meth. 2002. V. B195. N 3-4. P. 247-259.
- Дедков Г. В., Кясов А. А. Диссипация энергии флуктуационного электромагнитного поля, тангенциальная сила и скорость нагрева нейтральной частицы, движущейся вблизи плоской поверхности // ФТТ. 2002. Т. 28. № 8. С. 79—84.
- Дедков Г. В., Кясов А. А. Электромагнитные и флуктуационно-электромагнитные силы взаимодействия движущихся частиц и нанозондов с поверхностями. Нерелятивистское рассмотрение // ФТТ. 2002. Т. 44. № 10. С. 1729—1751.
- Pendry J. B. Radiative exchange of heat between nanostructures // J. Phys.: Condens. Matter. 1999. V. 11. P. 6621—6633.
- Volokitin A. I., Persson B. N. J. Radiative heat transfer between nanostructures // Phys. Rec. 2001. V. B63. P. 205404—205415.
- 14. Дедков Г. В., Кясов А. А. Об эффекте теплообмена между пробной наночастицей и поверхностью через ближнепольные моды флуктуационного электромагнитного поля // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. № 23. С. 50—57.
- Beloshitsky V. V., Komarov F. F. and Kumakhov M. A. Dechanneling, flux — peaking and energy losses of fast charged particles through thick crystals // Phys. Rep. 1986. V. 139. N 6. P. 293—364.

УДК 681.586.773

В. А. Дьяченко, д-р техн. наук, проф., А. Б. Смирнов, канд. техн. наук, Санкт-Петербургский государственный технический университет

# РАСЧЕТ И ПРОЕКТИРОВАНИЕ МИКРОМАНИПУЛЯТОРОВ С ПЬЕЗОПРИВОДАМИ

Рассматриваются микроманипуляционные системы с биморфными пьезоприводами, предназначенные для биологических исследований. Анализируются конструктивные решения устройств с тремя степенями свободы. Приводится расчет перемещений рабочего органа микроманипулятора в зависимости от напряжения, подаваемого на пьезоприводы. Определяются области перемещений и траектории движения при определенных законах изменения напряжения.

Последние достижения в области медицины и биологии, в частности в генной инженерии (кло-

нирование) и цитологии, в немалой степени обязаны бурному развитию микроманипуляционных систем, способных проводить тончайшие операции на клеточном уровне. Рабочими органами таких устройств служат микропипетки, микроинъекторы и микроэлектроды.

Современные микроманипуляторы обычно имеют два уровня перемещений — грубые и точные. Первые осуществляются в относительно больших зонах (20...40 мм) на скоростях до 10 мм/с при разрешении 0,1 мм за счет ручного или электромеханического приводов, в состав которых входят электродвигатели и механические передачи (реечные, винтовые). Точные перемещения (ход до 1...2 мм) при максимальном разрешении 0,2 мкм осуществляются с помощью модулей, установленных на приводах грубых перемещений, включающих электромеханические приводы с червячными, рычажными и ленточными передачами, или с мембранными объемными гидравлическими передачами. В основном эти микроманипуляционные системы

имеют по три степени свободы на модулях грубого и точного перемещений.

Мировой лидер в производстве микроманипуляторов — японская компания NARISHIGE — выпустила на рынок манипуляторы с пьезоэлектрическими приводами точных перемещений, установленными на модулях грубых перемещений с гидропередачей [1]. Для получения точных перемещений (в зоне до 0,1 мм по каждой степени свободы) в них используются составные пьезоэлектрические преобразователи (ПП), состоящие из набора пьезокерамических шайб. Примером может быть образец (рис. 1), состоящий из пакета секций 1 тонких пьезокерамических шайб (ПКШ) и имеющий по концам два фланца 2, стянутых винтовой шпилькой 3 с тонкой средней частью посредством двух гаек 4. Стяжка секций необходима для выборки зазоров и люфтов между ПКШ, повышения жесткости пьезоэлектрического привода и уменьшения петли гистерезиса. Тонкостенная пластмассовая втулка 5 служит в качестве изолятора и элемента, центрирующего весь пакет секций ПКШ. Слюдяные шайбы 6 также являются изоляторами, обладающими высокой жесткостью при сжатии. Обычно секция 1 состоит из 10...20 ПКШ толщиной 0,5...1 мм с серебряными электродами, нанесенными на плоские торцевые поверхности, которые электрически параллельно соединены между собой.

Для увеличения диапазона перемещений пьезопривода может быть использован простейший принцип мультиплекции перемещений — применение разноплечного рычага. На рис. 2 показано устройство, состоящее из ПП 1, рычага 2 с упругим шарниром 3 и выходного звена 4. Коэффициент мультиплекции этой системы  $k = L/l_p$ . Однако такие конструктивные решения становятся громоздкими.

Особенностью ПП является то, что они представляют собой твердотельные элементы, преобразующие электрическую энергию в энергию механического движения, которые могут быть достаточно просто закреплены на механических передаточных звеньях или исполнительных органах. Они фиксируются на механических частях обычно с помощью клеевых или резьбовых соединений.

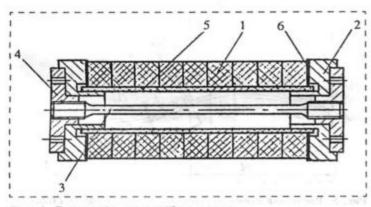


Рис. 1. Составной пьезопреобразователь

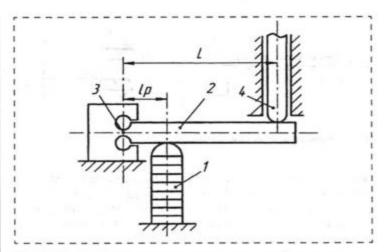


Рис. 2. Мультиплекция перемещений пьезопреобразователя

Управляемое перемещение этих звеньев осуществляется за счет изменения формы и (или) размеров ПП, являющихся конструктивными элементами механической цепи манипулятора.

Пьезокерамические элементы имеют высокую надежность, поэтому применение их в механических системах не снижает общего уровня надежности. Однако узким местом при их применении является хрупкость пьезокерамики. ПП не требуют смазки, они не подвержены коррозии, могут работать при температурах до 400 °С. КПД преобразования электрической энергии в механическую близок к КПД электромагнитных систем.

Важный принцип мехатроники, заключающийся в соединении в единую систему электромеханических преобразователей энергии, передаточных механизмов и рабочих органов, может быть воплощен при разработке микроманипуляторов с помощью ПП, встроенных в передаточные механизмы или даже непосредственно в рабочие органы. Этим достигается высокая компактность устройств в целом.

Для микроманипуляционных систем перспективно использование биморфных пьезоэлектрических преобразователей (БПП) [2], которые соответствуют указанному принципу мехатроники. В них используются изгибные деформации многослойных структур, состоящих из активных - пьезоэлектрических слоев и неактивных - металлических или полимерных слоев. При определенном направлении поляризации пьезокерамических элементов в них возникают управляемые изгибные деформации, которые приводят к многократному увеличению перемещений по сравнению с ПП, работающими на растяжение-сжатие. Кинематические упругие устройства со встроенными в них БПП становятся активными, т. е. кроме обеспечения заданной траектории движения они одновременно служат для преобразования электрической энергии в механическую [3].

Наиболее технологичной является конструкция БПП (рис. 3), состоящая из двух пьезокерамиче-

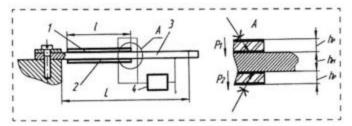


Рис. 3. Биморфный пьезопреобразователь

ских пластин I, 2 с одинаковым направлением векторов поляризации  $P_1$  и  $P_2$  и металлической рессоры 3, склеенных между собой. Электрическое напряжение подается от источника 4 на электроды пьезокерамических пластин I и 2. Толщина пьезоэлемента  $h_p$  обычно не превышает 1 мм, а толщина металлической рессоры  $h_{\rm M}$  — не более 0,5 мм. Соотношение длин I/L может меняться от 0,3 до 1.

Последовательное соединение трех БПП может послужить основой для создания модуля точных перемещений с тремя степенями свободы. Авторы предлагают компактное устройство микроманипулятора (рис. 4). Расположенные в одной плоскости два БПП 1 с одной стороны консольно закреплены на модуле грубых перемещений, а с другой - жестко связаны со второй парой БПП 2, которые параллельны друг другу. В свою очередь, с другой стороны БПП 2 связаны с жесткой платформой 3, образуя упругий параллелограмм. На противоположных гранях платформы 3 зафиксированы два других параллельно расположенных БПП 4, концы которых установлены на второй жесткой платформе 5, образуя второй упругий параллелограмм. На платформе 5 находится рабочий орган 6 (например, микроэлектрод). При подаче напряжения на БПП 1 точка С выходного звена совершает перемещение вдоль оси г, при подаче напряжения на БПП 2 точка C перемещается по оси x, а при подаче напряжения на БПП 4 точка С движется по оси у.

Такое схемное решение модуля точных перемещений позволяет перемещать рабочий орган в зоне  $1 \times 0.5 \times 0.5$  мм при максимальных линейных габаритах модуля до 60 мм. Оно имеет невысокую жесткость из-за последовательного соединения БПП и, как следствие, невысокое быстродействие.

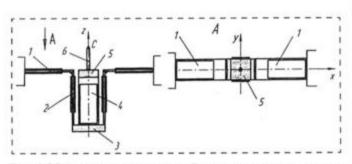


Рис. 4. Модуль точных перемещений микроманипулятора с тремя степенями свободы

Повышение жесткости и упрощение конструктивной схемы манипулятора может быть достигнуто за счет применения активного упругого шарнира (АУШ) на базе металлической рессоры с наклеенными на ней двумя парами пьезокерамических пластинок, образующих два БПП, у которого в точке 0 закреплено выходное звено в виде жесткого стержня (расчетная схема такого устройства показана на рис. 5).

Концы рессоры в точках *А* и *В* имеют сосредоточенные упругие шарниры, моменты реакции в которых незначительны. Схема с АУШ выгодно отличается от предыдущей схемы тем, что при подаче на оба БПП напряжения противоположной полярности рессора изгибается таким образом, что точка *С* выходного звена совершает качание вокруг точки 0, а при подаче напряжения одинаковой полярности выходное звено движется поступательно. Таким образом, эта малогабаритная конструктивная схема имеет две степени свободы.

Для осуществления перемещения точки 0 на два БПП подаются различные по амплитуде и фазе напряжения  $U_1$  и  $U_2$ , которые в расчетах можно заменить эквивалентными моментами  $M_{E1}$  и  $M_{E2}$ , изгибающими БПП:

$$\begin{split} M_{Ei} &= -\frac{3}{2} \; \frac{d_{31} \bigg[ \bigg( h_p + \frac{h_{\rm M}}{2} \bigg)^2 - \frac{h_{\rm M}^2}{4} \bigg]}{ \bigg\{ E_m s_{11}^E \; \frac{h_{\rm M}^3}{8} + \bigg[ \bigg( h_p + \frac{h_{\rm M}}{2} \bigg)^3 - \frac{h_{\rm M}^3}{8} \bigg] \bigg\} h_p \lambda_b} \; U_i, \\ i &= 1, 2, \end{split}$$

где  $s_{11}^E$  — податливость пьезокерамики при постоянной напряженности электрического поля;  $d_{31}$  — пьезоэлектрический модуль пьезоэлемента при действии электрического напряжения в направлении, перпендикулярном его деформации;  $E_{\rm M}$  — модуль Юнга для металла рессоры;  $h_{\rm p}$  — толщина пье-

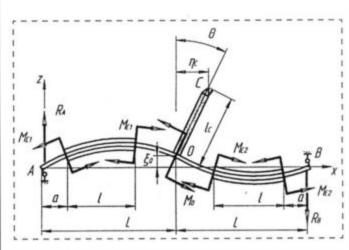


Рис. 5. Расчетная схема микроманипулятора с двумя степенями свободы при подаче напряжений на пьезоэлементы

зокерамических пластинок;  $h_{\rm M}$  — толщина металлической рессоры;  $\lambda_b$  — податливость сечения БПП.

В нашем случае БПП представляет собой композит, состоящий из трех склеенных слоев, поэтому податливость поперечного сечения определяется формулой [4]

$$\lambda_b = \frac{12}{b \left\{ E_{\rm M} h_{\rm M}^3 + 2 \frac{h_p^2}{s_{11}^E} \left[ 1 + 3 \left( 1 + \frac{h_{\rm M}}{h_p} \right)^2 \right] \right\}}$$

где b — ширина БПП, равная ширине как пьезоэлементов, так и рессоры.

Рассчитав перемещения точки C выходного звена упругой системы при действии эквивалентных моментов, определим рабочую зону выходного звена модуля точных перемещений. Пусть напряжения  $U_1$  и  $U_2$  изменяются в пределах  $-U \le U_i \le U$ , i=1,2, тогда область, в которой может находиться точка C, будет ограничена четырьмя прямыми линиями и будет представлять собой ромб (рис. 6, штриховой линией показана эллиптическая траектория движения точки C при подаче гармонического напряжения на два БПП со сдвигом фаз на угол  $90^\circ$ ):

$$\begin{cases} \xi_C = -A\eta_C + BU; \\ \xi_C = -A\eta_C - BU; \\ \xi_C = A\eta_C - BU; \\ \xi_C = A\eta_C + BU, \end{cases}$$

где  $\xi_C$  и  $\eta_C$  — перемещения точки C по осям  $\xi$  и  $\eta$  соответственно,  $A = \frac{L}{L}$ ;

$$B = -\frac{3\lambda_{b}(l+2a)l}{4} \times \frac{d_{31}\left[\left(h_{p} + \frac{h_{M}}{2}\right)^{2} - \frac{h_{M}^{2}}{4}\right]}{\left\{E_{M}s_{11}^{E} \frac{h_{M}^{3}}{8} + \left[\left(h_{p} + \frac{h_{M}}{2}\right)^{3} - \frac{h_{M}^{3}}{8}\right]\right\}h_{p}\lambda_{b}}$$

Для упругой системы, имеющей следующие числовые значения параметров: L=40 мм, l=30 мм, a=10 мм, b=15 мм,  $h_{\rm M}=0.1$  мм,  $h_p=0.8$  мм,  $l_C=40$  мм,  $E_{\rm M}=0.71\cdot 10^5$  МПа (дюралюминий),  $s_{11}^E=10.7\cdot 10^{-6}$  МПа $^{-1}$ ,  $d_{31}=-158\cdot 10^{-12}$  Кл/Н (пьезокерамика ЦТБС-3), в диапазоне изменения напряжений -500 В  $\leq U_{1,2} \leq 500$  В получим эквивалентные моменты в диапазоне  $M_{1,2}=\pm 0.10$  Н · м и следующие диапазоны перемещений:  $\xi_{0E}=\pm 0.13$  мм (см. рис. 6),  $\eta_{0E}=\pm 0.13$  мм,  $\theta_{0E}=\pm 0.19^\circ$ . Таким

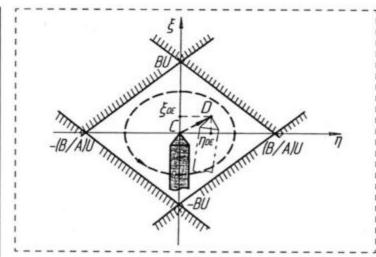


Рис. 6. Область перемещения точки С выходного звена и траектории ее движения в местной системе координат

образом, рабочая зона перемещений представляет собой квадрат. При одновременном действии эквивалентных моментов в указанном диапазоне и момента нагрузки  $M_0$  его значение, при котором выходное звено не сможет повернуться ( $\theta_0 = 0$ ), составит  $M_0 = 0,10$   $\mathrm{H} \cdot \mathrm{M}$ .

Повышение быстродействия и увеличение числа степеней свободы до трех может быть получено при крестообразном соединении двух рессор с БПП. Конструктивная схема экспериментального образца показана на рис. 7. На модуле грубых перемещений 1 закреплены параллельно располо-

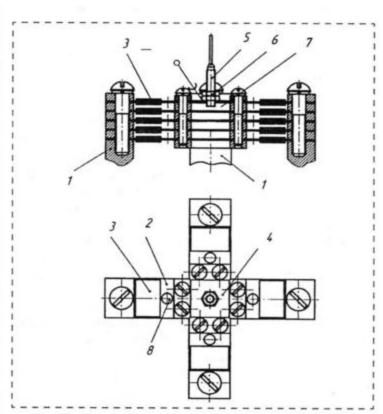


Рис. 7. Модуль точных перемещений с тремя степенями свободы

женные рессоры 2 с БПП 3, к концам которых прикреплена одна крестообразная рессора 4. В ее центре расположено выходное звено 5, закрепленное с помощью гайки 6 и контргайки. Рессоры с БПП собираются в пакеты с помощью планок 7. Отверстия 8 необходимы для уменьшения жесткости рессор 2. При подаче различных по фазе и по амплитуде напряжений на плечи манипулятора выходное звено 5 может двигаться как в вертикальном направлении, так и качаться вокруг горизонтальных взаимно перпендикулярных осей. Параллельное соединение нескольких рессор с БПП в каждом плече позволяет повысить жесткость системы и компенсировать погрешности перемещения, вызванные гистерезисом пьезокерамического материала.

Таким образом, разнообразные упругие системы с БПП позволяют создать микроманипуляторы с несколькими степенями свободы, имеющие малые габаритные размеры и высокую точность отработки задаваемых перемещений.

#### Список литературы

- 1. http://www.narishige.co.jp/products/products.htm.
- 2. **Ерофеев А. А., Бойцов С. В.** Пьезоэлектронные микродвигатели, манипуляторы: Учеб. пособие. СПб.: СПбГТУ, 1992—56 с.
- Смирнов А. Б. Активные упругие направляющие и шарниры с биморфными пьезопреобразователями // Фундаментальные исследования в технических университетах. М-лы V Всероссийской конференции по проблемам науки и высшей школы. Изд. СПбГТУ, 2001. С. 175—177.
- Смярнов А. Б. Пьезоэлектрические вибропитатели: Учеб. пособие. СПб.: СПбГТУ, 1995. 33 с.



#### Информационное сообщение о 10-м Международном симпозиуме "НАНОСТРУКТУРЫ: ФИЗИКА И ТЕХНОЛОГИЯ"

Симпозиум "Наноструктуры: физика и технология" проводится ежегодно, начиная с 1993 г., под руководством лауреата Нобелевской премии акад. РАН Ж. И. Алферова. 10-й Международный симпозиум проходил с 17 по 21 июня 2002 г. в Санкт-Петербурге и на теплоходе во время экскурсии Санкт-Петербург — Кижи — Валаам — Санкт-Петербург.

Организаторами симпозиума выступили:

- Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН;
- Научно-технологический центр микроэлектроники при ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН;
- Министерство промышленности, науки и технологий Российской Федерации;
- Отделение общей физики и астрономии РАН и Санкт-Петербургский научный центр РАН.

Симпозиум проводился при финансовой поддержке Министерства промышленности, науки и технологий Российской Федерации, Российского фонда фундаментальных исследований, а также ряда зарубежных организаций, в частности, Германии и Великобритании.

Всего на симпозиуме было представлено более 160 докладов из более чем 20 стран мира: России, США, Германии, Франции, Японии, Великобритании, Канады и др. По сравнению с 9-м Между-

народным симпозиумом тематика докладов существенно не изменилась, однако в 2002 г. не были выделены в отдельные направления доклады, в которых обсуждались общие свойства низкоразмерных структур и упорядоченные массивы наночастиц. В итоге в рамках научной программы симпозиума обсуждались доклады по следующим направлениям:

- технология наноструктур;
- наноструктуры на основе кремния;
- инфракрасные явления в наноструктурах;
- широкозонные наноструктуры;
- микрорезонаторы и фотонные кристаллы;
- характеризация наноструктур и новые методы сканирующей зондовой микроскопии;
- квантовые ямы и сверхрешетки;
- квантовые проволоки и квантовые точки;
- туннельные явления;
- спиновые явления в наноструктурах;
- квантовые компьютеры;
- приборы на основе наноструктур;
- транспортные явления в наноструктурах;
- лазеры и оптоэлектронные устройства;
- экситоны в наноструктурах;
- двумерный электронный газ.

Представленные на симпозиуме доклады позволяют в определенной степени оценить современженные рессоры 2 с БПП 3, к концам которых прикреплена одна крестообразная рессора 4. В ее центре расположено выходное звено 5, закрепленное с помощью гайки 6 и контргайки. Рессоры с БПП собираются в пакеты с помощью планок 7. Отверстия 8 необходимы для уменьшения жесткости рессор 2. При подаче различных по фазе и по амплитуде напряжений на плечи манипулятора выходное звено 5 может двигаться как в вертикальном направлении, так и качаться вокруг горизонтальных взаимно перпендикулярных осей. Параллельное соединение нескольких рессор с БПП в каждом плече позволяет повысить жесткость системы и компенсировать погрешности перемещения, вызванные гистерезисом пьезокерамического материала.

Таким образом, разнообразные упругие системы с БПП позволяют создать микроманипуляторы с несколькими степенями свободы, имеющие малые габаритные размеры и высокую точность отработки задаваемых перемещений.

#### Список литературы

- 1. http://www.narishige.co.jp/products/products.htm.
- 2. **Ерофеев А. А., Бойцов С. В.** Пьезоэлектронные микродвигатели, манипуляторы: Учеб. пособие. СПб.: СПбГТУ, 1992—56 с.
- Смирнов А. Б. Активные упругие направляющие и шарниры с биморфными пьезопреобразователями // Фундаментальные исследования в технических университетах. М-лы V Всероссийской конференции по проблемам науки и высшей школы. Изд. СПбГТУ, 2001. С. 175—177.
- Смярнов А. Б. Пьезоэлектрические вибропитатели: Учеб. пособие. СПб.: СПбГТУ, 1995. 33 с.



#### Информационное сообщение о 10-м Международном симпозиуме "НАНОСТРУКТУРЫ: ФИЗИКА И ТЕХНОЛОГИЯ"

Симпозиум "Наноструктуры: физика и технология" проводится ежегодно, начиная с 1993 г., под руководством лауреата Нобелевской премии акад. РАН Ж. И. Алферова. 10-й Международный симпозиум проходил с 17 по 21 июня 2002 г. в Санкт-Петербурге и на теплоходе во время экскурсии Санкт-Петербург — Кижи — Валаам — Санкт-Петербург.

Организаторами симпозиума выступили:

- Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН;
- Научно-технологический центр микроэлектроники при ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН;
- Министерство промышленности, науки и технологий Российской Федерации;
- Отделение общей физики и астрономии РАН и Санкт-Петербургский научный центр РАН.

Симпозиум проводился при финансовой поддержке Министерства промышленности, науки и технологий Российской Федерации, Российского фонда фундаментальных исследований, а также ряда зарубежных организаций, в частности, Германии и Великобритании.

Всего на симпозиуме было представлено более 160 докладов из более чем 20 стран мира: России, США, Германии, Франции, Японии, Великобритании, Канады и др. По сравнению с 9-м Между-

народным симпозиумом тематика докладов существенно не изменилась, однако в 2002 г. не были выделены в отдельные направления доклады, в которых обсуждались общие свойства низкоразмерных структур и упорядоченные массивы наночастиц. В итоге в рамках научной программы симпозиума обсуждались доклады по следующим направлениям:

- технология наноструктур;
- наноструктуры на основе кремния;
- инфракрасные явления в наноструктурах;
- широкозонные наноструктуры;
- микрорезонаторы и фотонные кристаллы;
- характеризация наноструктур и новые методы сканирующей зондовой микроскопии;
- квантовые ямы и сверхрешетки;
- квантовые проволоки и квантовые точки;
- туннельные явления;
- спиновые явления в наноструктурах;
- квантовые компьютеры;
- приборы на основе наноструктур;
- транспортные явления в наноструктурах;
- лазеры и оптоэлектронные устройства;
- экситоны в наноструктурах;
- двумерный электронный газ.

Представленные на симпозиуме доклады позволяют в определенной степени оценить современный уровень нанотехнологий и возможности их применения для дальнейшего развития микросистемной техники.

В этом плане прежде всего следует отметить доклады, представленные по направлению "Приборы на основе наноструктур". Здесь по-прежнему наибольший интерес вызывают исследования, связанные с созданием транзистора на одной квантовой точке, а в перспективе — на одном электроне (так называемый одноэлектронный транзистор), появление которого позволит перейти к практической реализации принципиально новых устройств микро- и наноэлектроники.

По-прежнему не ослабевает интерес к исследованиям в области полупроводниковых лазеров, которые обеспечивают возможность создания целого класса микро- и нанооптоэлектронных устройств различного назначения. Новые перспективы в создании подобных микросистем открывают полупроводниковые лазеры на основе квантовых точек и квантово-волновых явлений, а также лазеры на основе материалов с большой шириной запрещенной зоны, обеспечивающие генерацию излучения в коротковолновой области спектра. Доклады по этим направлениям исследований представлены в разделах "Широкозонные наноструктуры", "Лазеры и оптоэлектронные устройства" и некоторых других.

С содержанием этих и других материалов симпозиума можно ознакомиться в сборнике трудов "Наноструктуры: физика и технология", Санкт-Петербург: ФТИ РАН, 2002. 630 с., а также на сайте http://www.ioffe.rssi.ru/NANO2002.

> Член Секции прикладных проблем канд. техн. наук с.н.с. **А. Н. Сергушичев**

#### Конференция

## "АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ТВЕРДОТЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ И МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ"

Завершила свою работу 8-я Международная научно-техническая конференция "Актуальные проблемы твердотельной электроники и микроэлектроники", которая в этом году была посвящена 50-

радиотехнического университета.

К началу конференции были изданы сборники трудов, включающие 158 докладов из России, Украины, Белоруссии, Азербайджана, Молдавии, Узбекистана, Германии и США. Одна из секций была посвящена исследованиям по микросистемной технике (представлено 17 докладов).

летнему юбилею Таганрогского государственного

Конференция состояла из двух сессий: первая сессия проходила в Таганроге 12—13 сентября, вторая — в пос. Дивноморское Геленджикского района Краснодарского края с 14 по 19 сентября 2002 г.

На пленарных заседаниях с интересными докладами выступили известные ученые:

- акад. РАН К. А. Валиев "Квантовая информатика: компьютеры, связь и криптография";
- чл.-корр. РАН А. А. Орликовский "Технологические проблемы создания кремниевых нанотранзисторов с длиной затвора в суб-100 нм диапазоне";
- проф. А. С. Сигов "Перспективы применения сегнетоэлектриков в микроэлектронике";
- проф. П. П. Мальцев "Перспективы разработки микросистемной техники в России";
- проф. В. К. Неволин и проф. Ю. А. Чаплыгин "Элементы наноэлектроники на основе квантовых проводов: состояние и перспективы" и др.

В решении конференции отмечены наиболее перспективные направления развития электроники в странах СНГ.

Полные тексты трудов конференции размещены по адресу: http://www.fep.tsure.ru/books/conferenc/pem2002/index.html

Председатель оргкомитета конференции ПЭМ-2002

Б. Г. Коноплев

ный уровень нанотехнологий и возможности их применения для дальнейшего развития микросистемной техники.

В этом плане прежде всего следует отметить доклады, представленные по направлению "Приборы на основе наноструктур". Здесь по-прежнему наибольший интерес вызывают исследования, связанные с созданием транзистора на одной квантовой точке, а в перспективе — на одном электроне (так называемый одноэлектронный транзистор), появление которого позволит перейти к практической реализации принципиально новых устройств микро- и наноэлектроники.

По-прежнему не ослабевает интерес к исследованиям в области полупроводниковых лазеров, которые обеспечивают возможность создания целого класса микро- и нанооптоэлектронных устройств различного назначения. Новые перспективы в создании подобных микросистем открывают полупроводниковые лазеры на основе квантовых точек и квантово-волновых явлений, а также лазеры на основе материалов с большой шириной запрещенной зоны, обеспечивающие генерацию излучения в коротковолновой области спектра. Доклады по этим направлениям исследований представлены в разделах "Широкозонные наноструктуры", "Лазеры и оптоэлектронные устройства" и некоторых других.

С содержанием этих и других материалов симпозиума можно ознакомиться в сборнике трудов "Наноструктуры: физика и технология", Санкт-Петербург: ФТИ РАН, 2002. 630 с., а также на сайте http://www.ioffe.rssi.ru/NANO2002.

> Член Секции прикладных проблем канд. техн. наук с.н.с. **А. Н. Сергушичев**

#### Конференция

## "АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ТВЕРДОТЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ И МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ"

Завершила свою работу 8-я Международная научно-техническая конференция "Актуальные проблемы твердотельной электроники и микроэлектроники", которая в этом году была посвящена 50-

радиотехнического университета.

К началу конференции были изданы сборники трудов, включающие 158 докладов из России, Украины, Белоруссии, Азербайджана, Молдавии, Узбекистана, Германии и США. Одна из секций была посвящена исследованиям по микросистемной технике (представлено 17 докладов).

летнему юбилею Таганрогского государственного

Конференция состояла из двух сессий: первая сессия проходила в Таганроге 12—13 сентября, вторая — в пос. Дивноморское Геленджикского района Краснодарского края с 14 по 19 сентября 2002 г.

На пленарных заседаниях с интересными докладами выступили известные ученые:

- акад. РАН К. А. Валиев "Квантовая информатика: компьютеры, связь и криптография";
- чл.-корр. РАН А. А. Орликовский "Технологические проблемы создания кремниевых нанотранзисторов с длиной затвора в суб-100 нм диапазоне";
- проф. А. С. Сигов "Перспективы применения сегнетоэлектриков в микроэлектронике";
- проф. П. П. Мальцев "Перспективы разработки микросистемной техники в России";
- проф. В. К. Неволин и проф. Ю. А. Чаплыгин "Элементы наноэлектроники на основе квантовых проводов: состояние и перспективы" и др.

В решении конференции отмечены наиболее перспективные направления развития электроники в странах СНГ.

Полные тексты трудов конференции размещены по адресу: http://www.fep.tsure.ru/books/conferenc/pem2002/index.html

Председатель оргкомитета конференции ПЭМ-2002

Б. Г. Коноплев

#### CONTENTS

Sokolov L. V., Shkolnikov V. M. Integral Silicon Pressure-Temperature Multisensor With the Three-Dimentional Micromecanical Structure and Topology Based on the Created (Original) Array Cristals.....3

Optomization methodology for integral pressure-temperature multisensors is presented aimed at higher linearity of tensor-sensitive membrane elements in low-pressure cases and lowering cross-sensitivity for temperature sensitive elements.

Based on the original array cristals the methodology is highly effective.

The minimal number of extra masks needed is determined only by the modern series multisensors (nomenclature).

Integral pressure-temperature multi-sensors and high precision transducer on its base are prodused with extended precision along the pressure chanal as a result of optimization metodology.

Mihajlov P. G. Piezofilms Data Units: The State and Perspectives of the Development.

The perspective direction of microelectron data units development that is piezofilms sensitive elements use made by planarno-films technology is considered. The experimental results are reduced and the perspectives of use are shown.

Pavlov S. V. Boundary Conditions Effect on Polarization Profile of Thin Ferroelectric Film

Theoretical dependences of polarization profile in thin ferroelectric films for irregular boundary conditions are investigated. Domain structure and polarization switching was demonstrated have evolved for certain value of phenomenological parameters.

Sreseli O. M., Goryachev D. N., Osipov V. Yu., Belyakov L. V., Vulj S. P., Serenkov I. T., Sakharov V. I., Vulj A. Ya.

Carbonized Porous Silicon.

Porous silicon layers with embedded different forms of carbon (fullerene, ultradispersive diamond, carbohydrates) have been investigated. It was found that high-temperature annealing in hydrogen atmosphere brings about a strong transformation of photoluminescence spectra. That is suggested to be a result of cubic modification silicon carbide crystallites formation and of quantum size effect in those.

The paper presents the results of the STM inverstigation of the Si-Si-O<sub>2</sub>-polymer system on the air. Earlier the Si surface modification with the use of STM was explained by the irrevesible oxidization. The modern techniques of the surface etching and passivation together with the existence of the uncontrolled adsorbate layer hamper obtaining of the reliable information about the surface. In order to exclude surface adsorption, desorption and oxidization the polymer coating was used. Earlier it was shown that the polyheteroarylenes films of less than 100 nm thick deposited on the conductive surface can be studied with the use of STM. The specific emission "pseudorelief" was registered in these experiments. The electrophysical properties of thin films of these polymers is known to strongly affected by the processes on the metal-polymer interface which makes it possible to use these films as specific sensors for charge phenomena.

It was shown that modification of the pseudorelief is possible in certain scanning modes. These modes are near the same as those for the initial Si-SiO<sub>2</sub> surface. When the positive voltage is applied to the sample, depressions are registered, in the opposite polarity "protrusions" are observed. The conditions for "rewriting" of the pseudorelief on the same place were found. The electronic model of the phenomenon is discussed. The model considers tunneling of the charge into the polymer through the oxide layer with its subsequent capturing by the polymer traps. The captured charge influences the tunneling parameters of STM. This phenomenon makes it possible to use STM for recording, erasing and reading of information on the Si-SiO<sub>2</sub>-polymer structure.

Lazarouk S. K., Leshok A. A., Borisenko V. E. Electroluminescent Structures Based on Silicon Nanoparticles in Anodic Alumina . . . . 16

Electroluminescent structures based on silicon nanoparticles in anodic alumina have been developed. Silicon contamination in anodic alumina films was about 27 at. % according to Auger analysis. Light emission starts at current above 50  $\mu A$  in both directions. Photo- and electroluminescence spectra have maximum at 570 nm. Mechnisms of light emission have been proposed.

Nokhrin A. V., Makarov I. M. Peculiarity of Nanoand Microcrystalline Metalls Grain Structure Investigations by Atomic-Force Microscopy

Present work purpose is description of sample preparation method to investigate a grain structure of nano- and microcrystalline (NMC) metalls using atomic-force microscopy and discussion of problems appeared under structural investigations of NMC metalls and typical artefacts analysis.

Dedkov G. V., Kyasov A. A. Dissipative Fluctuating Forces and Warm Flow between the Probe of Scanar Microscope and the Surface . . . 29

Using methods of fluctuation electrodynamics, closed nonrelativistic relations are obtained between the power of fluctuation electromagnetic field acting on a moving particle, rate of its heating (cooling) and power of tangential force. The expressions are derived for both the tangential force and rate of heating in dependence of dielectric properties of contacting materials and their temperatures, assuming quasistationary motion of the particle. It is shown that the tangential force can be accelerating under the certain conditions, while the heat flux can be of "anomalous direction": from "cold" to "hot" body. It is shown that the tip of scanning probe microscope can be used as "heating stamp" when modifying a surface via evanescent electromagnetic field, because the corresponding rate of surface heating is by about 9 orders of magnitude higher than the black body radiation with the same temperature. Also, an influence of structural effects on tangential force and heat flux is discussed.

Djachenko V. A., Smirnov A. B. Calculation and Design of Micromanipulators with Piezodrives.....

Micromanipulaing systems with bimorph piezodrives intended for biological investigations are considered. The constructive decisions of the devices with three degrees of freedom is analyzed. The calculation of movings of the working device of the micromanipulator depending on voltage being given on piezodrives is reduced. The areas of movings and the trajectories of movement with some definite voltage variation laws are determined.

#### Подписку за рубежом принимают:

For foreign subscribers:

ЗАО МК-Периодика. E-mail: info@periodicals.ru;

Editor-in-Chief Ph. D. Petr P. Maltsev Index 79493.

Address is: 4, Stromynsky Lane, Moscow, 107076, Russia. Tel./Fax: (7 095) 269-5510.

E-mail: it@novtex.ru