

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫЙ ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ И ПРИКЛАДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Журнал выпускается при научно-методическом руководстве Отделения информационных технологий и вычислительных систем

Российской Академии наук

Издается с 1999 г.

Главный редактор Мальцев П. П.

Зам. гл. редактора Лучинин В. В.

Редакционный совет:

Аристов В. В. Асеев А. Л. Гапонов С. В. Каляев И. А. Климов Д. М. Ковальчук М. В. Мокеров В. Г. Никитов С. А. Сигов А. С. Чаплыгин Ю. А. Шевченко В. Я.

Редакционная коллегия:

Абрамов И. И.
Андриевский Р. А.
Антонов Б. И.
Арсентьева И. С.
Астахов М. В.
Быков В. А.
Волчихин В. И.
Горнев Е. С.
Градецкий В. Г.
Гурович Б. А.
Журавлев П. В.
Захаревич В. Г.
Кальнов В. А.
Карякин А. А.
Квардаков В. В.
Колобов Ю. Р.
Кузин А. Ю.
Мокров Е. А.
Нарайкин О. С.
Норенков И. П.
Панич А. Е.
Панфилов Ю. В.
Петросянц К. О.
Петрунин В. Ф.
Путилов А. В.
Пятышев Е. Н.
Сауров А. Н.
Серебряников С. В.
Сухопаров А. И.
Телец В. А.
Тодуа II. А.

Отв. секретарь

Лысенко А. В.

Редакция:

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

> Учредитель: Издательство "Новые технологии"

СОДЕРЖАНИЕ
НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ Жигалина О. М., Хмеленин Д. Н., Воротилов К. А., Сигов А. С., Васильев В. А., Лебо И. Г., Зворыкин В. Д. Электронная микроскопия структурных изменений в пленках титаната бария-стронция после лазерного отжига
МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ
Лучников П. А., Рогачев А. А., Лучников А. П. Наноструктурные и морфологические свойства вакуумных фторполимерных пленок на кремнии
строения изделий из прецизионных сплавов
Ковалевский А. А., Шевчёнок А. А., Долбик А. В., Строгова А. С. Исследование влияния условий термообработки в процессе прессования на степень насыщения водой микро-
и наноструктурированных порошков кремния
своиства структур на основе углеродных нанотрубок
КОНСТРУИРОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ МНСТ
Бычков И. Н. Планирование контактных выводов кристалла и построение проводного монтажа при корпусировании интегральных схем
на основе гетероструктур кремний — сегнетоэлектрическая пленка
и измерительный комплекс для моделирования процессов демпфирования колебаний элементов конструкций с помощью пьезоактюаторов
углеродного соединения
для оптических затворов и методы измерений их характеристик
МОЛЕКУЛЯРНАЯ ЭЛЕКТРОНИКА И БИОТЕХНОЛОГИИ
Соленов Е. И., Попов Л. К., Шевцова А. Г. Оптическая детекция аффинных белковых комплексов в микрожидкостных устройствах
Ушин К. Д., Лацапнёв Е. В. Англо-русский терминологический справочник по микро- и наносистемной технике
Contents
Журнал включен в перечень научных и научно-технических изданий ВАК России
Аннотации статей журнала и требования к оформлению статей доступны на сайте журнала: http://www.microsystems.ru. E-mail: nmst@zknet.ru
ПОДПИСКА: • по каталогу Роспечати (инлекс 79493):

- по каталогу "Пресса России" (индекс 27849)
- . в редакции журнала (тел./факс: 269-55-10) .

© Издательство "Новые технологии", "Нано- и микросистемная техника", 2007.

Санотехнологии и зондовая микроскопия

УДК 621.38.049.77:627.793.3

О. М. Жигалина¹, канд. физ.-мат. наук, Д. Н. Хмеленин¹, К. А. Воротилов^{2*}, д-р техн. наук, проф., А. С. Сигов², член-корр. РАН, В. А. Васильев², И. Г. Лебо^{2, 3}, д-р физ.-мат. наук, проф., В. Д. Зворыкин³ ¹⁾ Институт Кристаллографии имени А. В. Шубникова РАН ²⁾ Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики (технический университет) ³⁾ Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН *e-mail: vorotilov@mirea.ru ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В ПЛЕНКАХ ТИТАНАТА БАРИЯ-СТРОНЦИЯ ПОСЛЕ ЛАЗЕРНОГО ОТЖИГА

Исследовано влияние лазерного отжига на структуру пленок титаната бария-стронция, полученных методом химического осаждения из растворов. Показано, что воздействие лазерного излучения инициализирует процессы кристаллизации и рекристаллизации пленок, а также вызывает аморфизацию внешней поверхности пленки.

Введение

Тонкие сегнетоэлектрические пленки титаната бария-стронция (ТБС) активно исследуются в целях интеграции в технологию создания конденсаторных элементов нового поколения запоминающих устройств с произвольной выборкой (ЗУПВ) высокой степени интеграции и элементов СВЧ устройств [1]. Процесс кристаллизации пленок предусматривает проведение высокотемпературного отжига (600-850 °С), что приводит к нежелательным изменениям в структуре нижнего электрода, а также других элементов интегральной схемы [2]. Для снижения и локализации теплового воздействия в работах [3-5] сообщали об использовании эксимерного лазера при отжиге оксидных сегнетоэлектриков, в частности, цирконата-титаната свинца. Достигнутая температура кристаллизации была значительно ниже, чем при использовании изотермической термообработки. В работе [6] было показано, что излучение с длиной волны $\lambda = 0.25$ мкм и энергией лазера 0,1-0.5 Дж эффективно поглощается в тонком слое ТБС. Основным преимуществом лазерного воздействия является возможность селективного отжига отдель-

ных слоев многослойной композиции путем подбора соответствующих длины волны и мощности излучения, что недостижимо при традиционной термообработке. В то же время высокий градиент температур в процессе отжига может приводить к возникновению значительных механических напряжений и дефектов кристаллического строения. Особый интерес представляет возможность влияния на процессы кристаллизации, в частности, изменение соотношения скоростей гетерогенного зародышеобразования на границе раздела и в объеме пленки, что обеспечивает необходимую микроструктуру [7]. Таким образом, лазерный отжиг может оказывать эффективное воздействие на процессы кристаллизации многослойных гетероструктур на основе сегнетоэлектрических пленок. Механизмы влияния такого рода отжига на микроструктуру формируемых слоев практически не изучены.

Целью настоящей работы было установление влияния лазерного отжига на микроструктуру пленок титаната бария-стронция.

Образцы и методика эксперимента

Исследуемые образцы пленок твердого раствора титаната бария-стронция $Ba_{0,7}Sr_{0,3}TiO_3$ формировались методом химического осаждения из раствора на пластины Si — SiO₂ (300 нм) — Ti (10 нм) — Pt (100 нм) диаметром 100 мм по разработанной нами ранее методике [7].

Лазерный отжиг образцов проводился на установке "ГАРПУН" (эксимерный криптон-фтор лазер с энергией в импульсе до 100 Дж длительностью 100 нс) в Физическом институте им. П. Н. Лебедева. Луч лазера фокусировался на участке пластины диаметром до 1 см. В этой области вырезали образцы для исследования структуры.

Данные по исследованным образцам приведены в таблице.

№ образца	Энергия лазера <i>Р</i> , Дж	Режим нанесения и термообработки
$\begin{array}{c}1_1\\1_2\end{array}$	0,36	$T_{\rm c} = 500$ °C, 10 мин
$2_{1} \\ 2_{2}$	0,86	$T_{\rm c} = 500$ °C, 10 мин; $T_{\rm K} = 700$ °C, 20 мин; четыре слоя, толщина пленки 0,4 мкм, послойная крис- таллизация
$3_1 \\ 3_2 \\ 3_3$	0,57 1,85	$T_{\rm c} = 500$ °C, 10 мин; $T_{\rm K} = 700$ °C, 20 мин; четыре слоя, толщина пленки 0,6 мкм, послойная крис- таллизация

- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 –

Исходная пленка (в таблице — образцы № 1) после сушки $T_c = 500$ °С не имела кристаллической структуры. Образцы 2 и 3 наносили в четыре слоя, после сушки при температуре $T_c = 500$ °С кристаллизовали послойно при температуре $T_{\rm K} = 700$ °С в течение 20 мин.

Структура, фазовый и элементный состав слоев пленок исследовались методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения с помощью микроскопов EM430ST и TECNAI G²30 STWIN с ускоряющим напряжением 200 и 300 кВ в просвечивающе-растровом режиме (STEM) при энергодисперсионном анализе (EDX). Фазовый состав образцов изучался с помощью рентгеноструктурного анализа на дифрактометре RIGAKU на излучении СоК_а симметрично на отражение.

Для получения изображения в просвечивающем электронном микроскопе были приготовлены поперечные срезы образцов. Утонение проводили в два этапа: на первом — механическая шлифовка и полировка с помощью абразивных паст и спреев, на втором — бомбардировка ионами аргона (Ar+) с энергией 3—4 кэВ в установке ионного травления GATAN PIPS 691.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлено изображение поперечного среза образца 1_1 . На дифракционной картине, полученной от пленки ТБС, видно аморфное гало. Очевидно, что после нанесения и сушки при $T_c = 500$ °C пленка не имеет кристаллической структуры, располагается на Pt ровным сплошным слоем. Структура Pt слоя представляет собой столбчатые зерна шириной 20—40 нм, плотно прилегающие друг к другу, толщина слоя составляет около 150 нм. Под платиновым слоем располагается на два подслой толщиной 70—100 нм, состоящий в основном из Ti [8]. Аморфный слой SiO₂ разделяется на два подслоя, различающихся содержанием кислорода (в нижнем подслое его значительно больше).

Электронно-микроскопическое изображение структуры пленки ТБС после лазерного отжига с энергией пучка 0,36 Дж (образец 1₂) представлен на



Рис. 1. Структура образцов после нанесения и сушки при $T_{\rm c}=500~^\circ{\rm C}$:

a — поперечный срез и дифракционная картина от пленки ТБС без воздействия лазера; δ — изображение с высоким разрешением приграничной области ТБС—Рt после лазерного отжига





(б)





a — лазерный отжиг P = 0,86 Дж; δ — лазерный отжиг P = 1,85 Дж; e — без воздействия лазера

3

















(ж)



- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 -

рис. 1, б. В пленке видны кристаллы размером 3—5 нм, в основном округлой формы, которые растут от платиновой подложки в приграничной области Pt—TБС либо зарождаются в толще пленки. Так как в исходном состоянии пленка была аморфной, можно предположить, что образование мелких кристаллов было инициировано воздействием лазера.

Рассмотрим структуру кристаллизованных пленок ТБС до и после лазерного воздействия (см. таблицу, образцы с цифрой 2 и 3). На рис. 2 представлены электронно-микроскопические изображения поперечных срезов образцов, отожженных пучком лазера с различной энергией. Все образцы обнаруживали слоевую столбчатую кристаллическую структуру. Границы слоев на рис. 2 обозначены стрелками. Однако верхний слой у каждого образца был аморфным. На дифракционной картине от пленки наряду с рефлексами присутствует аморфное гало (рис. 2, а). Характерно, что аморфный слой неоднороден по толщине, может иметь разрывы и несплошности сферической формы (рис. 2 а, б). Толщина аморфного слоя на поверхности для образцов, облученных лазером с энергией пучка 0,56—0,87 Дж, составляет 10-30 нм (образец 22), 50-70 нм (образец 32). Максимальную толщину аморфного слоя имел образец 33, облученный лазером с максимальной энергией 1,85 Дж.

Чтобы убедиться, что аморфный слой на поверхности пленки ТБС является результатом воздействия лазера, были приготовлены образцы поперечных срезов из мест пластин, не подвергавшихся лазерному отжигу. Во всех случаях аморфного слоя на поверхности пленки не наблюдалось (см. рис. 2, *в*).

Кроме того, для определения влияния лазерного отжига на химический состав слоев был проведен элементный анализ пленки и металлизационной системы в случае лазерного отжига и без него. Результаты анализа представлены на рис. 3. Темнопольное изображение поперечного среза образца 33 получено в просвечивающем электронном микроскопе в режиме STEM (просвечивающе-растровый режим). Все слои структуры пронумерованы и для каждого взят EDX-спектр. Энергодисперсионный анализ аморфного слоя показал, что там присутствуют химические элементы Ba, Sr, Ti, O. Taким образом, аморфный слой на поверхности пленки ТБС действительно появился в результате локального плавления под действием лазера. В зеренной структуре прилегающих к аморфному слою областей пленки заметна повышенная пористость. Химический анализ нижних слоев показал, что их структура не претерпевает значительных изменений ни по морфологии, ни по химическому составу (рис. 3, в).

Состав, структура и происхождение слоев металлизационной системы были описаны нами в предыдущих работах [2, 8, 10].

Заключение

Исследовано влияние лазерного отжига на структуру композиций ТБС — Pt—Ti—SiO₂—Si, полученных методом химического осаждения из растворов. Показано, что воздействие сфокусированного лазерного пучка с энергией 0,26—0,36 Дж приводит к инициализации процесса кристаллизации в пленках ТБС. При этом образуются кристаллы размером 3— 5 нм во всем объеме пленки. Установлено, что воздействие лазерного пучка с энергией 0,57—1,85 Дж на предварительно кристаллизованную пленку при T = 700 °С локализуется в верхних слоях, что приводит к расплавлению и аморфизации верхней части пленки. При этом толщина аморфного слоя увеличивается от 10—30 нм до 200 нм при увеличении энергии пучка лазера от 0,57 Дж до 1,85 Дж.

Морфология зерен и состав внутренних слоев практически не изменяются, а средний размер зерен после лазерного отжига с энергией 1,85 Дж увеличился на 25 %.

Работа выполнена при поддержке гранта аналитической ведомственной целевой программы "Развитие научного потенциала высшей школы (2006—2008 годы)", подраздел: № 2.1.2 и грантов РФФИ 07-02-12259-офи и 07-02-13661-офи_ц.

Список литературы

1. **Ezhilvalavan S., Tseung-Yseng.** Progress in the development of (Ba, Sr)TiO₃ (BST) thin films fog Gigabit DRAMS // Materials Chemistry and Physics. 2000. V. 65. P. 227–248.

2. Жигалина О. М., Бурмистрова П. В., Васильев А. Л., Родатис В. В., Воротилов К. А., Сигов А. С. Электронная микроскопия элементов сегнетоэлектрических ЗУ на основе многослойных структур Si-SiO₂-Ti-Pt-ЦTC // Микроэлектроника. 2001. Т. 30. № 3. С. 205-217.

3. **Baldus O., Krasser W., Hofman S., et al.** Laser annealing studies of barium-strontium titanate thin films using short laser pulses // Integrated Ferroelectrics. 2000. V. 30. P. 129–138.

4. Knite M., Mezinskis G., Shebanovs L., Pedaja I., Stenberg A. CO₂-laser induced structure changes in PZT sol-gel films // Ferroelectrics. 2003. V. 286. P. 321–326.

5. Vorotilov K. A., Zvorykin V. D., Lebo I. G., Sigov A. S. Laser annealing of thin-film ferroelectric heterostructures // J. of Russian Laser Research. 2004. V. 25. P. 234–238.

6. **Lebo I. G.** "TEPOL" code for computer modeling of laser annealing of thin foils // J. of Russian Laser Research. 2005. V. 26. P. 252–258.

7. Zhigalina O. M., Vorotilov K. A., Sigov A. S., Kumskov A. S. Influence of crystallization process on structural state of CSD BST thin films // Ferroelectrics. 2006. V. 335. P. 13–21.

8. Жигалина О. М., Хмеленин Д. Н., Воротилов К. А., Сигов А. С., Васильев В. А., Лебо И. Г., Зворыкин В. Д., Левченко А. О., Устиновский Н. Н. Влияние лазерного отжига на структуру композиций ТБС-Pt-Ti-SiO₂-Si // Материалы IV международной научно-технической конференции "INTERMATIC – 2006", г. Москва. М.: МИРЭА. 2006. Ч. 3. С. 282–287.

9. Burmistrova P. V., Sigov A. S., Vorotilov K. A., Zakharov D. N., Zhigalina O. M. Microstructure and dielectric properties of $(Ba_{0,7}Sr_{0,3})TiO_3$ thin films // Ferroelectrics. 2003. V. 286. P. 261–265.

10. Жигалина О. М., Воротилов К. А., Сигов А. С., Кумсков А. С. Структура пленок (Ва_{0,7}Sr_{0,3})ТіО₃, полученных химическим осаждением из растворов при кристаллизации на подслое // ФТТ. 2006. Т. 48. Вып. 6. С. 1135—1138.

Материаловедческие и технологические основы МНСТ

УДК 621.315

П. А. Лучников, А. А. Рогачев, А. П. Лучников, Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики (технический университет)

НАНОСТРУКТУРНЫЕ И МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВАКУУМНЫХ ФТОРПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК НА КРЕМНИИ

Изучены структурные и морфологические свойства наноразмерных вакуумных фторполимерных пленок на кремнии, осажденных из активной газовой фазы на начальных стадиях их роста при электронно-лучевом распылении блочного политетрафторэтилена в вакууме. Рассмотрены вопросы строения молекулярной структуры, оптические и адсорбционные свойства полученных пленок толщиной от 0,4 до 50 нм.

Введение

Вакуумные тонкие полимерные пленки, получаемые путем осаждения (полимеризации) на поверхности твердого тела из газовой среды мономера или продуктов распыления исходного блочного полимера, нашли применение в микроэлектронике, оптическом приборостроении и других областях техники в качестве диэлектрических и защитных покрытий [1—5]. Здесь следует отметить, что технология получения таких покрытий хорошо совмещается с технологическими процессами создания приборов микроэлектроники и микросистемной электроники.

Среди широкого ряда вакуумных полимерных пленочных покрытий можно выделить фторполимеры, как наиболее перспективные, благодаря присущим им уникальным физико-химическим свойствам. Такие покрытия получаются в результате конденсации молекулярных фрагментов, продуктов распыления блочного политетрафторэтилена (ПТФЭ) в вакууме на подложке из активной газовой фазы [2–5].

Поскольку синтез вакуумных полимерных пленок проводится в разряженной среде низкого вакуума под воздействием внешнего энергетического воздействия, например ВЧ разряда, пучка ускоренных электронов, гамма-излучения, лазерного луча и других, то его структурные и физические свойства во многом определяются условиями и режимом технологического процесса формирования слоя [4, 5]. Здесь на начальных стадиях осаждения в структуре пленки проявляются различного рода неравновесные релаксационные процессы в молекулярной структуре, приводящие к нестабильности физикохимических свойств получаемых покрытий [2—6].

В настоящей работе рассмотрены вопросы строения молекулярной структуры и адсорбционных свойств наноразмерных полимерных покрытий на начальных стадиях их роста из активной газовой фазы при электронно-лучевом распылении блочного политетрафторэтилена в вакууме.

Образцы и методы исследований

Объектом исследования явились ультратонкие пленки ПТФЭ, получаемые из активной газовой фазы, генерируемой электронно-лучевым диспергированием блочного полимера ПТФЭ в вакууме при остаточном давлении паров $5 \cdot 10^{-3}$ Па, распыляемого ПТФЭ. Осаждение фторполимерных пленок заданной толщины осуществлялось в вакуумной камере с помощью специальной заслонки с электроприводом, управляемым компьютером при температуре поверхности подложки ~ 300 К. Толщина покрытия контролировалась по осажденной массе полимера на подложку непосредственно в процессе напыления с помощью кварцевого измерителя толщины.

Скорость роста покрытия во время нанесения определялась с помощью кварцевого измерителя толщины (КИТ).

Размерные параметры пленок исследовались методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с помощью АСМ-микроскопов НАНОТОП-203 и NT-206, а также на микроскопе S-806 при регистрации массива данных сканирования и дополнительной математической обработке. Определялась средневзвешенная площадь основания частиц, плотность частиц, распределение их плотности и степень заполнения поверхности по площади их основания. Использовался метод секущей плоскости и маркировки кластеров. Строились гистограммы плотности распределения кластеров *W* и степень заполнения поверхности S. При построении распределения кластеров W по доле занимаемой площади S и других размерных характеристик согласно данным АСМ особое значение имеет уровень секущей плоскости [7]. Нами рассматривалось сечение, при котором наблюдается максимальное число обособленных кластеров, найденных методом маркировки. Снимались АСМ изображения для пленок фторполимерного покрытия с эффективной толщиной от ~ 0,4 до ~ 50 нм при поле сканирования 12,6 \times 12,6 мкм.

Для анализа морфологии методом ACM использовались подложки из монокристаллического кремния, а для ИК МНПВО-спектров (многократного нарушенного полного внутреннего отражения) — пленки полиэтилентерефталата, металлизированные алюминием.

Сравнительный анализ содержания исследуемых групп в покрытиях различной толщины проводился

на основании установленной линейной зависимости интенсивности полос, выбранных в качестве внутреннего стандарта, от толщины слоя. Для ПТФЭ в качестве внутреннего стандарта использовалась полоса поглощения ~ 1150 см^{-1} валентных и деформационных колебаний группы (CF₂).

Абсорбционная активность поверхности пленок определялась путем расчета составляющих (дисперсионной и полярной) поверхностной энергии σ . Расчет проводился на основании результатов измерений краевых углов смачивания θ поверхности пленочных образцов фторполимера дистиллятом воды по уравнениям, составленным согласно теории Фоукса [8].

Результаты исследований и их обсуждение

Метод осаждения слоя полимера из активной газовой фазы является процессом вторичной полимеризации при его формировании. При этом наблюдающиеся относительно элементарные акты формирования слоя такие, как адсорбция элементарных фрагментов, их диффузия на поверхности подложки, присоединение к активному ядру полимеризации, молекулярное взаимодействие и процессы структурообразования, протекают в условиях воздействия высокоэнергетического поля поверхности подложки и химического межфазного взаимодействия твердых тел. Это связано с особенностями адсорбции и последующей полимеризации молекулярных фрагментов и влиянием поверхности подложки.

Формирование фторполимерных покрытий из газовой фазы на поверхности полированного кремния протекает по адсорбционному механизму с образованием микрочастиц полимерной фазы с характерной поверхностной неоднородностью, поскольку основной рост микрочастиц полимера происходит на активных центрах подложки. На начальных стадиях осаждения продуктов диспергирования ПТФЭ со скоростью 0,5...0,7 нм/с на поверхности подложки, обработанной растворителем, адсорбция и образование микрочастиц полимерной фазы характеризуются значительной поверхностной неоднородностью. Так на рис. 1 приведены характерные АСМ изображения поверхностного рельефа для эффективных толщин d пленок, равных 2,42 нм (a) и 18,3 нм (б) фторполимерного покрытия, а соответствующие им распределения микрочастиц Шпо доле занимаемой площади S на рис. 2.

На начальных стадиях при эффективной толщине в диапазоне ~ 2,4...12 нм наблюдается процесс образования больших по размеру кластеров высотой до 20 нм (см. рис. 1, *a*). Однако при толщине слоя ~ 7 нм характер распределения степени заполнения поверхности по площади основания частиц существенно изменяется с переходом от многомодового к одномодовому. Неоднородная морфология поверхности с ростом толщины *d* преобразуется в более однородную. Это свидетельствует об изменении характера механизма конденсации вещества из газовой фазы при интенсивном латеральном росте фазы слоя полимера (см. рис. 1, *б*). Наблюдаемые морфологические изменения ярко свидетельствуют о протекании в тонком слое пленки интенсивных процессов



Рис. 1. АСМ изображения фторполимерного покрытия для пленок с эффективной толщиной 2,42 нм (a) и 18,3 нм (b) в поле сканирования 12,6 × 12,6 мкм





полимеризации и структурообразования молекулярного вещества фторполимера.

Анализ полученных распределений W растущих полимерных кластеров по доле занимаемой пощади Sих оснований в слое фторполимерной пленки позволяет выделить несколько основных технологических последовательных стадий их роста:

- стадию зарождения, характеризующуюся неоднородным распределением кластеров по размерам и распределению по доле занимаемой площади;
- стадию термодинамически устойчивого роста островковых образований со взвешенной площадью основания частиц около 0,2 мкм² с изменением характера распределения частиц по значению площади основания;
- стадию увеличения площади частиц, и особенно образования частиц на менее активных участках поверхности;
- стадию зарождения частиц, обусловленную большим числом кластеров, равномерно покрывающих поверхность.

На рис. 3 представлены типичные ИК МНПВОспектры тонких фторполимерных пленок, полученных из активной газовой фазы при их эффективной толщине d: 1 - 2,3 нм; 2 - 6,8 нм; 3 - 15,8 нм.

Изучение ИК-спектров полученных вакуумных наноразмерных фторполимерных пленок методом МНПВО (многократного нарушенного полного внутреннего отражения) выявило наличие в них структурно-чувствительных полос поглощения, которые характерны также для промышленных полимеров политетрафторэтилена (ПТФЭ) и его сополимера ПТФЭ + ГФП (Ф4-МБ) (рис. 3) в следующих областях: полосы ~ 1150 см⁻¹ валентных и деформационных колебаний группы; (СF₂) основной цепи фторполимера; полосы кристалличности 516...650 см⁻¹; полосы (кривая *3*) аморфности 718...735 см⁻¹ [9, 10]. С ростом толщины фторполимерной пленки интенсивность пика колебаний групп CF₂ в области полосы 1150 см⁻¹ изменяется немонотонно. Здесь так-



Рис. 3. ИК МППВО-спектры вакуумных фторполимерных пленок с эффективной толщиной 2,3 нм (кривая I); 6,8 нм (кривая 2); 15,8 нм (кривая 3)

же можно отметить максимум интенсивности полосы при ~ 978 см⁻¹. Рост интенсивности полосы, отвечающей за колебания (CF₃) при 978 см⁻¹, в большей мере обусловлен ее концевым расположением. Имеющее место расширение данной полосы в области 1250 см⁻¹ может быть обусловлено набором различных длин колеблющихся фрагментов. В рассматриваемом интервале эффективных толщин (2...16 нм) можно выделить участки, на которых падение интенсивности колебания концевых групп очень высоко (до 6 нм) и участок, на котором эта величина стабилизируется (8...16 нм).

Экспериментально установлено, что в ИК спектрах фторполимерной пленки с увеличением толщины *d* наблюдается некоторое возрастание относительной интенсивности полос кристалличности (при $d \approx 8$ нм), а затем незначительное уменьшение, в то время как полосы, отвечающие за колебания в аморфной фазе, претерпевают значительное уменьшение. Эти факты говорят об особенностях структурообразования в тонком слое полимера, когда вследствие протекающих полимеризационных процессов в узком диапазоне эффективных толщин *d* образуются упорядоченные структуры, степень кристалличности которых достаточно высока (до 30...50 %). Здесь роль физических узлов полимерной сетки могут выполнять упорядоченные, параллельно расположенные участки макромолекул, которые и являются зародышами кристаллической фазы.

Высокие скорости роста покрытий (больше 5 нм/с) приводят к образованию в слое фторполимера сферических структур с широким распределением по их размеру. Такие сферические нанокластеры от 200 до 500 нм образуют тонкую сетчатую молекулярную структуру пленки.

Следует отметить капельный механизм осаждения фторполимерного покрытия, при котором формируются устойчивые кластеры вследствие термоотжига пленок (толщиной более ~ 10 нм) в вакууме при температуре +180 °С в течение 1,2 кс. Кластеры характеризуются минимальным значением размерности и более узким мультифрактальным спектром. Это показывает, что воздействие повышенной температуры на свежеприготовленную пленку стимулирует процессы рекомбинации радикальных групп при структурной перестройке молекулярных цепей слоя полимера, т. е. самоорганизации и образования морфологически устойчивой полимерной структуры при эффективной толщине ~ 7...12 нм. При этом поверхностная энергия пленки возрастает практически вдвое за счет дисперсионной составляющей, а сплошность покрытия увеличивается.

Сравнительный анализ ИК спектров (рис. 4) промышленной пленки Ф4-МБ с кристалличностью 43 % (рис. 4, кривая 1) и вакуумной фторполимерной пленки толщиной ~ 10 мкм с кристалличностью ~ 27 %, полученной осаждением из газовой фазы при электронно-лучевом диспергировании ПТФЭ (рис. 4, кривая 2), показал, что по своей молекулярной структуре эти фторполимерные пленки сходны. Здесь наблюдается повышенное содержание аморфной фазы и некоторое наличие радикальных групп в полимере. Наблюдаемый пик поглощения в области





978...983 см⁻¹, характерный для промышленной пленки Ф4-МБ (сополимера ТФЭ с гексафторпропиленом ГФП), также проявляется у фторполимерных пленок, получаемых из газовой фазы.

Описанное выше позволяет утверждать, что при диспергировании ПТФЭ в газовую фазу и конденсации продуктов его распыления на поверхности твердого тела формируется слой фторполимера по молекулярной и морфологической структуре, близкий к промышленному полимеру Ф4-МБ с достаточно мягкой матрицей по сравнению с ПТФЭ.

Поглощение в ИК спектрах (рис. 4, δ , кривая 2) в диапазоне 1680...1780 см⁻¹ проявляет образование поперечных сшивок и наличие перекисных радикальных групп в молекулярной цепи фторполимера пленки. Основными радикалами в структуре промышленных полимеров ПТФЭ и Ф4-МБ являются перекисные радикалы концевых групп в структуре основной цепи, проявляющиеся как симметричный синглет (рис. 5, *a*, *г*). В пленках фторполимера, по-



Рис. 5. Спектры ЭПР перекисных радикалов во фторполимерах, зарегистрированные при 300 К:

a — радикалов промышленного ПТФЭ; δ — пленки, осажденной из газовой фазы при электронно-лучевом диспергировании ПТФЭ; e, e — радикалов в порошкообразном Ф4-МБ и облученных γ -излучением дозой 5 · 10⁴ Дж/кг на воздухе с последующей его обработкой парами CO₃OH (e) и светом лампы ДРШ-1000 на воздухе (e); эти спектры ЭПР взяты из работы [10]

лучаемых из газовой фазы, проявляются перекисные радикалы как концевых, так и срединных комплексов — СО-групп (рис. 5, б).

Согласно работе [11] основной вклад в спектр ЭПР (электронный парамагнитный резонанс) фторполимеров могут вносить перекисные радикалы типа ~ $CF_2 - CFO_2^* - CF_2 \sim и \sim CF_2 - CF_2O_2^*$. Таким образом, наблюдаемые нами спектры ЭПР представляют собой в основном суперпозицию сигналов всевозможных срединных и концевых перекисных радикалов. Поскольку промышленный ПТФЭ содержит в основном концевые перекисные радикалы, то в спектре ЭПР проявляется симметричный синглет (рис. 5, а). Регистрируемые спектры (рис. 5, б и в) соответствуют колебаниям срединных перекисных радикалов с проявлением анизотропного сигнала. Спектр, показанный на рис. 5, г, соответствует преимущественно концевым перекисным радикалам с проявлением симметричного синглета [11]. В этой связи можно заключить, что при осаждении фторполимерного покрытия из активной газовой фазы продуктов диспергирования блочного ПТФЭ электронным пучком, на подложке формируется фторполимерный диэлектрик, содержащий в молекулярной структуре перекисные радикалы преимущественно срединного типа.

Поскольку в нашем случае технологическая электронная обработка в полях вакуумной камеры значительно стимулирует рост фторполимерного слоя за счет радиационно-привитых молекулярных комплексов из газовой фазы, то это приводит к дополнительным нарушениям в регулярности формируемой основной структуры полимера и изменяет свойства осаждаемого фторполимера. Последнее утверждение подтверждается в ряде работ [5, 6, 9, 12], в которых отмечено, что при электронно-лучевом диспергировании ПТФЭ в газовой среде образуются летучие продукты с высокой химической активностью и на стадии адсорбции молекулярных фрагментов возникает их химическое взаимодействие с поверхностными атомами подложки. Характер размерных эффектов, физико-механических свойств, структурной неоднородности и образующихся граничных слоев (осаждаемой пленки фторполимера) определяется также дальнодействующим влиянием поверхности подложки и селективностью процессов десорбции молекул с ее поверхности [13, 14].

Экспериментально установлено, что изменение поверхностных свойств подложки существенным образом влияет на процессы формирования фторполимерного слоя. Так, предварительная ионная обработка кремниевой подложки увеличивает поверхностную энергию θ в ~ 1,4—1,5 раза за счет увеличения ее полярной составляющей. В этом случае кластеров на поверхности практически не образуется и полимерный слой пленки становится сплошным уже при 3 нм, а его полярная составляющая поверхностной энергии приближается к значению 14 мДж/м² и остается постоянной при дальнейшем росте толщины покрытия. Повышенная температура подложки (до 185 °C) приводит к интенсивному образованию кластеров площадью ~ 0,005 мкм² с одномодальным распределением по поверхности слоя при его толщине ~ 7,6...8,2 нм. Установлено, что поверхност-





ные свойства исходных и отожженных образцов зависят от эффективной толщины слоя вакуумного фторполимерного покрытия. Формирование слоя фторполимера на подогретой подложке при температуре, превышающей температуру стеклования полимера ПТФЭ (185...190 °C) приводит к образованию однородной структуры пленки, т. е. наблюдается послойный рост полимера на подложке.

На рис. 6 представлены графики зависимости угла смачивания θ глицерином (1) и дистиллятом воды (2) от эффективной толщины *d* фторполимерного покрытия. На рис. 7 представлены графики зависимости полной (*1*), дисперсионной (*2*) и полярой (*3*) поверхностной энергии σ от эффективной толщины *d* фторполимерного покрытия. Здесь перед нанесением пленки фторполимера кремниевая подложка предварительно обрабатывалась растворителем Р-646.

Из рис. 7 видно, что полярная и дисперсионная составляющие поверхностной энергии о свежих фторполимерных пленок изменяются периодически с увеличением толщины слоя пленки до ~ 12 нм, при этом значение полной поверхностной энергии σ достигает ~ 18,5 мДж/м², характерного для значения блочного фторполимера ПТФЭ [15]. Предварительная обработка кремниевой подложки ионами аргона или азота приводит к снижению поверхностной энергии осажденной фторполимерной пленки до ~ 13...15 мДж/м². При формировании фторполимерных покрытий на поверхности кремния, обработанной растворителем Р-646, процессы адсорбции и образования микрочастиц полимерной фазы характеризуются существенной поверхностной неоднородностью.

Последние утверждения достаточно хорошо иллюстрируют результаты экспериментальных исследований (рис. 6 и рис. 7), которые наглядно показывают взаимное согласованное изменение угла смачивания θ жидкостями с соответствующими изменениями дисперсионной и полярной составляющих полной поверхностной энергии и снижение значе-



Рис. 7. Зависимость поверхностной энергии σ от эффективной толщины *d* вакуумного фторполимерного покрытия: полной (1), дисперсионной (2) и полярной (3) составляющих

ния последней. Вероятно это обусловлено выходом более активных центров макромолекул полимера непосредственно на поверхность раздела фаз подложка—покрытие при соответственном уменьшении их плотности на границе раздела подложка—газ до значений толщины слоя пленки $d \approx 9$ нм. Затем с ростом толщины d наблюдается рост полярной составляющей, свидетельствующий об увеличении концентрации активных центров на границе раздела фаз покрытие—газ, как следствие активного процесса образования структуры в более толстых слоях фторполимерного покрытия.

Выводы

При формировании вакуумного наноразмерного фторполимерного пленочного покрытия из активной газовой фазы на поверхности кремния образуется адсорбционный слой фторполимера, молекулярная и надмолекулярная структура которого в сильной степени определяется составом активной газовой среды, факторами энергетического воздействия на растущий слой пленки и типом подложки.

Пленка вакуумного фторполимерного покрытия на кремнии, осажденного из активной газовой фазы, по составу и молекулярной структуре близка к промышленным образцам сополимера тетрафторэтилена с гексафторпропиленом.

Работа выполнена при поддержке гранта аналитической ведомственной целевой программы "Развитие научного потенциала высшей школы (2006—2008 гг.)", подраздел: № 2.1.2. и грантов РФФИ 07-02-12259-офи и 07-02-13661-офи_ц.

Список литературы

1. Вишняков Б. А., Осипов К. А. Электронно-лучевой метод получения тонких пленок из химических соединений. М.: Наука, 1970. 142 с.

2. Красовский А. М., Толстопятов Е. М. Получение тонких пленок распылением полимеров в вакууме / Под ред. В. А. Белого. Минск: Наука и техника, 1989. 181 с. 3. Ясуда Х. Полимеризация в плазме: Пер с англ. М.: Мир, 1988. 376 с.

4. Лучников П. А., Марин В. П., Лучников А. П. Технологические принципы получения электретных гибридных сандвич-структур // Наукоемкие технологии. 2006. № 7—8. С. 99—102.

5. Лучников А. П., Лучников П. А., Сигов А. С. Тепловой режим структурообразования фторполимерных пленок из газовой фазы // Материалы Междунар. НТК "Межфазная релаксация в полиматериалах". М.: МИРЭА, 2001. С. 119—122.

6. Рогачев А. В., Казаченко В. П., Буй М. В., Егоров А. И. Рост полимерных покрытий из активной газовой фазы // Материалы, технология, инструмент. 1998. Т. З. № 1. С. 60—64.

7. Рогачев А. А., Саркисов О. А., Казаченко В. П. Расчет распределения по размерам кластеров железа в полимерной матрице политетрафторэтилена // Сб. докладов 6-й Белорусского семинара по сканирующей зондовой микроскопии. Минск: Изд. ИТМО НАН Беларуси, 2004. С. 149—152.

8. Пугачевич В. И., Бегляров Э. М., Лавыгин И. А. Поверхностные явления в полимерах. М.: Химия, 1982.

9. Камильджанов Б. И., Лучников А. П., Шермухамедов А. Т. Формирование и исследование полимерных пленок в магнитном поле // Известия АН УзССР. Серия физико-математических наук. 1987. № 6. С. 38—41. 10. Бердичевский М. Т., Ворсина П. А., Гаврилов А. И., Князева Л. Е., Марусин В. В. Исследование структурных изменений плазменно-обработанного ПТФЭ методом ИК спектроскопии // Известия СО АН ССР. 1983. № 4/2. С. 31—34.

11. Lunkwitz K., Lappan U., Lehmann D. Modification of fluoropolymers by means of electron beam irradiation // Radiation Physics and Chemistry. 2000. 57. P. 373–376.

12. Казаченко В. П., Рогачев А. В., Баринов В. Ю., Щербаков С. В. Размерный эффект оптических свойств тонких покрытий политетрафторэтилена // Доклады АН БССР. — 1989. Т. 33. № 5. С. 430—432.

13. Рогачев А. В., Лучников А. П., Камильджанов Б. И., Буй М. В., Серенков А. Г. Адгезионное взаимодействие при трении тонких пленок // Трение и износ. 1988. Т. 9. № 5. С. 891—896.

14. Гапонова И. С., Парийский Г. Б., Топтыгин Д. Я. О взаимодействии озона с перекисными радикалами в сополимере тетрафторэтилена с гексафторпропиленом // Высокомолекулярные соединения: Краткие сообщения. 1982. Т. XXIV. № 3. С. 194—198.

15. Паншин Ю. А., Малкевич С. Г., Дунаевская Ц. С. Фторопласты. Л.: Химия, 1978. 232 с.

УДК 621.382.3

А. Г. Мустафаев, канд. техн. наук, Дагестанский государственный технический университет, г. Махачкала

ТЕХНОЛОГИЯ ФОРМИРОВАНИЯ КРЕМНИЕВЫХ ПЛАСТИН СО СКРЫТЫМ СЛОЕМ

Рассмотрены процессы, происходящие при ионной имплантации структур кремний-на-изоляторе. Описано влияние технологических параметров на дефектность структур. Показаны пути улучшения качества структур и повышения стабильности их свойств. Предложен технологический процесс формирования кремниевых пластин со скрытым диэлектрическим слоем, пригодных для создания приборных структур.

Введение

Одним из перспективных направлений развития современной микро- и наноэлектроники является создание приборов и структур по технологии кремний-на-изоляторе (КНИ). К преимуществам этих структур относятся их повышенная радиационная стойкость, термостойкость и низкое энергопотребление. Упрощается масштабирование размеров транзистора и увеличивается плотность упаковки. Приборы изолированы от подложки и паразитные потери снижаются, что уменьшает потребляемую мощность и увеличивает быстродействие. На рис. 1 для сравнения показаны потребляемая мощность и быстродействие структур на КНИ и объемном кремнии.

В настоящее время доминирующими способами изготовления КНИ-пластин с тонкими слоями кремния являются:

- имплантация в глубину кристалла ионов кислорода с последующим синтезом скрытого слоя при отжиге (SIMOX-технология) [1, 2];
- прямое сращивание донорной и опорной пластин кремния с последующим их отделением по слою имплантированного в донорную пластину водорода (Smart Cut-технология, DeleCut-технология) [3, 4];
- эпитаксия на пористом кремнии [5, 6].

Серийное производство приборных структур на основе КНИ затруднено высокой стоимостью пластин КНИ. Так пластина диаметром 100 мм стоит ~ 100 \$; диаметром 200 мм — ~ 450 \$. Уникальные ха-



Рис. 1. Потребляемая мощность и быстродействие для структур на объемном кремнии и на КНИ при различных напряжениях питания

рактеристики КНИ-структур подталкивают ведущих производителей интегральных схем на оптимизацию существующих и поиск новых технологий их получения.

Цель данной работы — разработка технологии формирования кремниевых пластин со скрытым изолирующим слоем SiO₂, пригодных для создания приборных структур.

Эксперимент и результаты

Для проведения эксперимента использовались кремниевые пластины КДБ-10 диаметром 100 мм, ориентации (100). В подложке создавали скрытый слой (BOX—*buried oxide*) методом внедрения ионов кислорода при комнатной температуре с энергией 200 кэВ (проективный пробег $R_p \approx 0.4$ мкм) и дозой $1.8 \cdot 10^{16}$ см⁻². После этапа ионного легирования проводился термический отжиг при различных температуре и времени отжига.

Для исследований использовалась масс-спектрометрия вторичных ионов (ВИМС), сканирующая туннельная (СТМ) и просвечивающая электронная (ПЭМ) микроскопия.

Методом ВИМС были измерены профили распределения кислорода, имплантированного в кремний. Определено, что в процессе отжига происходит постепенное перераспределение внедренных атомов кислорода из аморфизированной области начального распределения ионов в глубину к ее границе с неповрежденным монокристаллом (рис. 2).

При высокой скорости нагрева миграция кислорода завершается до попадания фронта кристалли-



гис. 2. профиль распределения кислорода, внедренного в кремний:

1 — после имплантации; 2 — после отжига при 1200 °С в течение 1 ч.

зации в переходную область Si—SiO₂ и, следовательно, последняя рекристаллизуется в поликристаллическую модификацию. Образование слоев, содержащих двойники кремния, при медленном нагреве вызвано большим содержанием кислорода в переходных областях при прохождении через них фронта кристаллизации.

При формировании скрытого изолирующего слоя методом ионного внедрения критерием для оценки дозы имплантации служит концентрация реагирующих атомов в области максимума распределения. Малые, с точки зрения формирования протяженного слоя, дозы облучения являются достаточно большими по количеству внедренных атомов и превосходят обычные дозы внедрения электрически активных примесей на несколько порядков (10^{17} — 10^{18} против 10^{14} — 10^{16} см⁻²). На формирование профилей распределения примесей оказывают влияние следующие эффекты, сопровождающие ионную имплантацию:

- распыление поверхности, которое даже для малых коэффициентов (0,1—0,3 атома на 1 ион) приводит к удалению с поверхности слоя, толщина которого может достигать нескольких десятков нанометров при указанных дозах облучения;
- радиационное "распухание" мишени, связанное с образованием включений новой фазы, в результате чего уменьшается плотность кремния и изменяются условия торможения примеси по мере ее накопления.

Эти эффекты оказывают противоположное действие на конечное положение максимума распределения: первый приближает поверхность к максимуму, второй — удаляет. Эффективность "распухания" определяется плотностью синтезируемого соединения, эффективность распыления — условиями облучения.

После достижения стехиометрической концентрации в максимуме имплантация кислорода дозами, большими порога стехиометрии, приводит к формированию скрытого слоя постоянной концентрации.

Имплантация сверхстехиометрических доз кислорода при повышенной температуре сопровождается последовательным улучшением кристаллической структуры поверхности с ростом дозы, в то время как облучение при комнатной температуре приводит к аморфизации вышележащего слоя кремния. Если облучение при низкой температуре не привело к аморфизации поверхности в результате уменьшения дозы внедряемых ионов, либо увеличения их энергии, то структура переходной области зависит от скорости нагрева при отжиге. Медленный нагрев до температуры 1400 °С и отжиг в течение 5-20 мин малых доз ионов кислорода сопровождаются образованием скрытого слоя SiO₂, имеющего резкие границы раздела, а в переходных областях выделяются слои, содержащие двойники кремния. При быстром нагреве вместо двойников выделяются слои поликристаллического кремния, а границы раздела становятся размытыми. Это связано с различиями в энергиях активации и скоростях протекания двух процессов, сопровождающих отжиг:

 рекристаллизации, начинающейся по достижении температуры 727 °С, со скоростью около 40 нм/с;



Рис. 3. Зависимость микроструктуры КНИ от температуры отжига

 миграции кислорода к максимуму распределения и формирование скрытого слоя стехиометрического состава.

Изображения КНИ-структур после отжига при разных температурах, полученные методом ПЭМ, показаны на рис. 3. С увеличением температуры отжига кристаллическая структура улучшается, граница раздела Si-BOX становится отчетливой.

В случае имплантации ионов кислорода в вышележащем слое кремния наблюдается большое количество включений оксида кремния (рис. 3), размеры которых увеличиваются по мере движения от поверхности к скрытому слою, а скрытый слой и переходные области имеют аморфную структуру. Освобождение вышележащего слоя кремния от включений оксида начинается от поверхности и захватывает все более широкие слои по мере увеличения времени и температуры отжига.

При температуре 1150—1250 °С за первые 10—20 мин происходит восстановление кристаллической структуры переходных областей. Увеличение дли-



Рис. 4. Топография поверхности кремния КНИ-структуры: *Z* — высота рельефа поверхности; *L* — расстояние в боковом направлении



Z — высота рельефа поверхности; L — расстояние в боковом направлении

тельности отжига до 2 ч сопровождается полным освобождением приповерхностного слоя (~ 100 нм) от кислорода. Образование крутой задней границы раздела происходит после 6 ч отжига при температуре 1200 °С. Значительная часть вышележащего слоя кремния освобождается от SiO₂ при температуре отжига 1250 °С в течение 8 ч. Последовательное освобождение вышележащего слоя кремния от включений оксида зависит от стабильности зародышей во время отжига и эффективности процесса миграции примеси к растущему скрытому слою. Основной причиной распада включений яв-

ляется превышение некоторой критической температуры, зависящей от размера зародыша [7]:

$$T_{\rm kp} = \frac{2\delta}{\Delta H} \frac{T_E}{T_E - T}$$

где ΔH — энтальпия распада; δ — поверхностная свободная энергия; T_E — температура равновесия фаз.

Дальнейшее увеличение времени отжига не сопровождается изменениями. При температуре отжига 1300—1400 °С происходит полное освобождение вышележащего слоя кремния от кислорода и образование планарных границ раздела скрытого слоя, плотность дислокаций достигает 10⁵—10⁶ см⁻².

Таким образом, качество вышележащего слоя кремния определяется вкладами и особенностями взаимодействия следующих двух механизмов, со-провождающих отжиг имплантированных слоев:

- восстановления кристаллической структуры за счет отжига радиационных дефектов;
- миграции примеси к скрытому слою.

Эффективность протекания указанных процессов и конкретный характер их взаимодействия зависят как от "предыстории" образца (режим облучения и тип ионов), так и от способа отжига.

Методом СТМ проведены исследования топографии кремния и оксида кремния в КНИ-структурах (рис. 4, 5).

Из полученных топографий кремния и оксида кремния можно сделать заключение о том, что поверхность кремния на границе Si/BOX в полученных структурах является более ровной, чем поверхность BOX. Сходные результаты получены в работе [8], авторы которой связывают неоднородности поверхности скрытого слоя с процессом имплантации ионов кислорода при высоких энергиях.

Разработанный технологический процесс практически полностью ликвидирует механические напряжения в КНИ-структуре [9—12].

Список литературы

1. Celler G. K., Cristoloveanu S. Frontiers of silicon-on-insulator // J. Appl. Phys. 2001. (93). N 9. P. 4955–4978.

2. Cristoloveanu Š. Silicon on insulator technology and devices: from present to future // Solid state electronics. 2001. (45). P. 1403–1411.

3. Bruel M., Aspar B., Maleville C. // Electrochem. Soc. Proc. 1997. (23). 3.

4. **Попов В. П., Антонова А. И., Французов А. А.** и др. Свойства структур и приборов на кремний-на-изоляторе // ФТП. 2001. (35). № 9. С. 1075—1083.

5. **Tsao S.** Porous silicon techniques for SOI structures // IEEE Circuits and Dev. Mag. 1987. Vol. 3. N 6. P. 3–7.

6. **Benjamin J., Keen J.** et al. Large area, uniform silicon-oninsulator using buried layer of oxidized porous silicon // Appl. Phys. Lett. 1986. Vol. 49. P. 716–718.

 Hon W. L. SIMOX SOI for integrated circuit fabrication // IEEE Circuits and Dev. Mag. 1987. Vol. 3. N 4. P. 6–11.
 Вялых Д. В., Федосеенко С. И. Исследование микро-

 Вялых Д. В., Федосеенко С. И. Исследование микротопографии поверхностей SiO₂ и Si межфазной границы Si/SiO₂ в структурах SIMOX методом сканирующей туннельной микроскопии // ФТП. 1999. Т. 33. Вып. 6. С. 708—711. 9. Мустафаев А. Г., Тешев Р. Ш., Мустафаев Г. А. Способ изготовления полупроводникового прибора с низкой плотностью дефектов. Патент РФ № 2210141, 2002.

10. Мустафаев Г. А., Мустафаев А. Г. Снижение дефектности окисных пленок // Труды Международного симпозиума "Фазовые превращения в твердых растворах и сплавах". Сочи, 2002. С. 25–27.

11. Мустафаев Г. А., Кармоков А. М. Особенности влияния технологии на дефектность и параметры КНИ структуры // Материалы V Международной конференции "Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии", Кисловодск, 2005. С. 10—13.

12. Мустафаев А. Г., Кармоков А. М., Мустафаев Г. А. Способ изготовления полупроводниковой структуры. Патент РФ № 2292607, 2007.

УДК 621.79

В. Ф. Коростелев, д-р техн. наук, проф., Владимирский государственный университет

ТЕХНОЛОГИЯ И УПРАВЛЕНИЕ ФОРМИРОВАНИЕМ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СТРОЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПРЕЦИЗИОННЫХ СПЛАВОВ

Рассматривается возможность формирования нанокристаллического строения материалов путем управления режимами наложения давления на жидкий металл в изотермических условиях, охлаждения до комнатной температуры с последующей инициализацией термически активируемых процессов релаксации, диффузии, упорядочения атомных взаимодействий.

Дальнейшее улучшение массогабаритных характеристик и функциональных возможностей деталей и изделий микросистемной техники может быть достигнуто на основе качественного изменения состава, структуры и свойств применяемых конструкционных материалов.

Можно привести целый ряд примеров, когда к материалам для изготовления точных микроминиатюрных приборов, различных устройств предъявляются одновременно высокие и часто несовместимые требования к физико-химическим и механическим свойствам.

Так, при изготовлении интегрального полупроводникового датчика давления использование новых высокопрочных сплавов с термическим коэффициентом линейного расширения (ТКЛР), близким к значениям ТКЛР кремния, на который наносится микросхема, позволяет уменьшить время измерения, снизить погрешность измерения, увеличить срок службы.

При изготовлении акселерометров интегральная схема наносится на поверхность кварца. Использование подложки, выполненной из сплава с ТКЛР, близким к ТКЛР кварца, обеспечивает стабильность и долговечность работы прибора. Применение высокопрочных инварных сплавов в корпусах телескопов, в платформах для крепления оптикоэлектронной аппаратуры, в высокоточных размеростабильных деталях систем управления позволяет снизить массу конструкций в 2—3 раза, повысить характеристики точности и надежности.

Серьезной проблемой при разработке сплавов прецизионного класса является формирование структурного состояния, обеспечивающего реализацию требуемого сочетания свойств [1—3].

Применяемые в этом плане металлургические технологии и методы термодеформационной обработки по существу исчерпали свои возможности.

Необходимо подчеркнуть, что существенным недостатком существующих подходов к формированию требуемого структурного состояния является отсутствие необходимой теоретической платформы. Противоречивые данные о взаимосвязи структуры и свойств различных прецизионных сплавов свидетельствуют о сложности проблемы и необходимости поиска инновационных подходов к ее решению.

Заслуживают внимания результаты исследований, в которых предпринимается попытка установить определенную общность явлений различной природы с учетом межатомных взаимодействий, электронной структуры сплавов и их кристаллографии.

Так, в работах [4—6] предложена концепция определяющей роли концентрационных неоднородностей в субмикрообъемах, а также процессов ближнего упорядочения в изменениях свойств железоникелевых сплавов. В работах [7—10] показаны возможности управления повышением уровня механических и физических свойств и стабилизации в различных условиях эксплуатации.

Однако, когда речь идет о стабильности свойств, о надежности и повторяемости, оказывается, что препятствием на пути создания наноструктурированных, неоднородных на субмикроскопическом уровне сплавов является макроскопическая неоднородность, которая возникает в условиях реальной кристаллизации как следствие наличия двухфазной зоны, направленного теплоотвода, развития диффузии, массопереноса [11]. Состояние сплава как системы, состоящей из нескольких элементов, может быть представлено следующей системой уравнений:

$$TdS = du + pdV - \Sigma \mu_i dN_i; \tag{1}$$

$$T = \varphi(c); \tag{2}$$

$$a\Delta T - \frac{L}{c}\frac{\partial S}{\partial t} = \frac{\partial T}{\partial t};$$
(3)

$$\nabla (Ds \nabla C) + k(c) C \frac{\partial S}{\partial \tau} = \frac{\partial (SC)}{\partial \tau}, \qquad (4)$$

где T — температура; S — энтропия; u — внутренняя энергия; p — давление; V — объем; μ — химический потенциал; N_i — число элементов сорта i (i = 1, 2, ..., n); C — концентрация, определяемая положением линий диаграммы состояния; Δ — оператор Лапласа; ∇ — оператор "набла"; L — скрытая теплота кристаллизации; c — теплоемкость; t — время; D — коэффициент диффузии.

В существующих технологических процессах возможность перевода системы из данного состояния, определяемого начальными значениями параметров $T_{\rm H}, C_{\rm H}, S_{\rm H},$ в требуемое конечное (терминальное) с параметрами $T_{\rm K}, C_{\rm K}, S_{\rm K}$ практически отсутствует, так как закон тепломассопереноса определяется величинами неконтролируемыми и неуправляемыми. Как только в сечении слитка возникает перепад температур и температуры ликвидус-солидус возникают на разном удалении друг от друга, создаются условия для образования двухфазной зоны. Двухфазная зона неоднородна по своему составу, но положение существенно осложняется тем, что растущие кристаллы вытесняют из расплава растворенные газы и неметаллические включения, которые концентрируются в осевой зоне слитка, а добиться их равномерного распределения в процессе пластического деформирования не представляется возможным. Размеры этих включений измеряются десятыми, сотыми долями миллиметра, что сопоставимо с размерами изделий нано- и микросистемной техники (НМСТ). Следовательно, распределение элементов в соответствующих материалах должно быть однородным настолько, чтобы не наносить ущерб конструктивной прочности и в то же время этим распределением и межатомными взаимодействиями можно было управлять для придания требуемого сочетания свойств. Такая цель, вероятно, может быть достигнута поатомной сборкой наноматериалов, но эта концепция может рассматриваться как одна из возможных в отдаленной перспективе.

В представленной работе в качестве подхода к созданию промышленной технологии производства изделий для HMCT предлагается использование давления для управления формированием структуры.

Из формулы (1) видно, что изменение давления влияет на энтропию, а с технологической точки зрения давление можно регулировать, закон наложения давления можно изменять в широких пределах.

Согласно одному из положений синергетики И. Пригожина, в системе, в которой происходит изменение энергии, существует структурная иерархия энергетических уровней. Наложение давления на расплавленный металл переводит его в состояние, удаленное от равновесного, когда число возможных сценариев фазовых превращений неизмеримо возрастает. Энергия pdV привносит в систему дополнительный и очевидный фактор, влияющий на упругие межатомные взаимодействия, на поведение электронов проводимости, на кристаллографию жидкого металла.

Кроме того, наложение давления сжимает атомы металла, и те объемы пространства, которые, по мнению автора монографии [12], неизбежно присутствуют в структурных элементах жидкого состояния, уменьшаются. В наших исследованиях [13, 14] это аномальное уменьшение объема при сжатии жидкого металла достигало $\Delta V \cong 0, 1V_0$, где V_0 — объем жидкого металла до наложения давления. Учитывая, что коэффициент диффузии элементов в сжатом состоянии может уменьшиться до значений, близких к значениям, характерным для затвердевшего металла, вправе предположить, что накладываемое давление можно использовать как инструмент для изменения механизма фазовых преврашений. В частности, в работе [15] показано, что наложение давления способствует выравниванию химического состава сплава в пределах дендритных ячеек.

Предлагаемая идея "замораживания" жидкого металла в целях фиксации атомов в пространстве, торможения диффузии и устранения причин для массопереноса может быть реализована лишь при условии, как вытекает из уравнений (2)—(4), что перепад температур в стенке слитка по всем направлениям координатных осей будет сведен к минимуму.

Не менее важным является и кинетический аспект.

Давление можно накладывать с различной скоростью, в различных временных интервалах. Сопоставляя время диффузии с временем сжатия, можно влиять на процессы релаксации, на формирование энергетических уровней.

Таким образом, предлагается принципиально новый подход к созданию наноматериалов и изделий из них, основанный на адиабатическом сжатии жидкого металла при температуре на 20...30 К выше температуры начала кристаллизации.

Ниже приводятся возможные варианты технологии и управления процессами формирования равномерного на уровне нескольких межатомных расстояний строения изделий из прецизионных сплавов (рис. 1—3).

Вариант 1.

Варьируемые параметры:

- давление, накладываемое на жидкий металл, как ϕ ункция времени p(t);
- температура жидкого металла $T_{\text{ж.м}}$;
- температура формы T_{ϕ} ;
- скорость отвода теплоты от слитка v_{охл}.
 Технологические переходы:
- заполнение формы жидким металлом -A;
- наложение давления, выдержка, сброс давления В;
- отвод теплоты от слитка C;
- термовременная обработка ТВО. Технолограмма процесса

$$T_{\rm w. M} = T_{\rm cp.} = T_L + 20...30 \text{ K}.$$











Вариант 2.

Варьируемые параметры и технологические переходы такие же, как в варианте 1.

Вариант 3.

Отличие от 1-го и 2-го вариантов состоит в характере изменения температуры формы.

Реализация 1-го варианта требует использования специальных материалов для изготовления форм. При работе с прецизионными сплавами на основе Fe, Ti в качестве материала форм могут быть использованы Mo и W, что достаточно проблематично. В варианте 2 предполагается, что изотермическое сжатие может быть осуществлено в слитках достаточно больших размеров из-под корки закристаллизовавшегося металла. В настоящее время получены слитки \emptyset 150 × 170 мм, с равномерной плотной структурой, объемом 2200 см³, из сплава В95. Этот слиток без пластического деформирования может быть использован для изготовления изделий различных форм и размеров механической обработкой. Точно так же изготовлены слитки \emptyset 120 × 200 мм из бронзы ОФС 12-2-2, у которой интервал температур ликвидус-солидус более 100 К. Твердость сплава повысилась до 180 НВ и одинакова во всем объеме.

По варианту 3, в котором разогрев поверхности форм до температуры, близкой к температуре жидкого металла, осуществляется газовым пламенем или потоками жидкого металла, получены изделия с толщиной стенки 1...1,5 мм массой 100...200 г в виде корпусных плат. Предварительное вакуумирование полости формы обеспечило отсутствие растворенных газов.

Таким образом, необходимая технологическая база и соответствующее оборудование для перевода металла из жидкого состояния в твердое в условиях адиабатического сжатия созданы, а эффект более равномерного распределения компонентов сплавов достигнут.

Этот этап технологии представляет собой создание однородной неравновесной структуры. Следую-



Рис. 4. Структурная схема системы управления формированием нанокристаллического строения слитков и изделий из прецизионных сплавов

щий этап TBO осуществляется в условиях методического нагрева и выдержки в режимах, согласованных с режимами наложения давления. Термически активируемые процессы релаксации напряжений, диффузии, упорядочения на атомном уровне, осуществляемые и контролируемые по заданной программе, предлагается направить в русло формирования требуемой атомно-электронной структуры.

Схематически структура системы управления технологическим комплексом может быть представлен в виде потоков информации (рис. 4).

Существенной особенностью системы является наличие обратных связей в виде блоков коррекции, обеспечивающих генерацию новых знаний о сложных процессах взаимного расположения, взаимодействия, упаковки атомов, рассеяния энергии на колебаниях кристаллической решетки и др.

В заключение необходимо отметить, что предложенный подход не имеет аналогов ни в отечественной, ни в зарубежной практике; основные технические решения по составам прецизионных сплавов и способы их обработки защищены патентами РФ, удостоены высоких наград на международных выставках; разработано специальное оборудование и технологическая оснастка, имеется соответствующее программно-аппаратное обеспечение; созданы предпосылки для использования результатов выполненных исследований в промышленных масштабах.

Список литературы

 Tas Y., Dellay L., Deruyttere A. // Y/Less – Common Metals. 1973. V. 28. N 1. P. 141.
 Wayman C. M. // Y/Less. – Common Metals. 1973. V. 28. N 1. P. 97.

УДК 539.234

А. А. Агасиев, М. М. Панахов, М. З. Мамедов, В. Дж. Мамедова, Бакинский государственный университет, г. Баку, Азербайджан

ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ОПТИЧЕСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ В ПРОВОДЯЩИХ ПЛЕНКАХ SrTiO₃

Рассмотрена температурная зависимость оптического поглощения проводящих пленок SrTiO₃. Обнаружена смена механизмов проводимости от температуры.

Оптические свойства восстановленных кристаллов SrTiO₃ исследованы давно. Обнаружено пять пиков оптического поглощения в видимой и ближней инфракрасной областях при энергиях $\hbar\omega_{max} =$ = 2,9; 2,4; 1,8; 1,0 и 0,25 эВ [1]. Было установлено, что только для одной из этих полос ($\hbar\omega_{max} = 0,25$ эВ) максимум коэффициента поглощения α_{max} линейно растет с ростом концентрации свободных носителей. 3. Гоманьков В. И., Пузей И. М., Мальцев Е. И., Козис Е. В., Сигаев М. В. Прецизионные сплавы. Научные труды ЦНИИЧМ. М.: Металлургия, 1972. № 1. С. 104—107.

4. Горовой А. М., Ушаков А. И., Казаков В. Г., Радионов Ю. Л. Исследование приближения к равновесному состоянию в пленках сплавов Fe—Ni // ФММ. 1984. Т. 58. С. 113—118.

5. **Грузин П. Л., Радионов Ю. Л.** Влияние концентрированных неоднородностей в субмикрообъемах на мартенситное превращение // Металлофизика (Киев). 1974. № 56. С. 54—59.

6. Замбжицкий В. Н., Радионов Ю. Л., Грузин П. Л., Максимова О. П. О роли упорядочения в изменении кинетики и морфологии мартенситного превращения // ДАН СССР. 1976. Т. 230. № 6. С. 1330—1333. 7. Радионов Ю. Л., Замбжицкий В. Н. Влияние темпе-

7. Радионов Ю. Л., Замбжицкий В. Н. Влияние температуры и деформации на распределение атомов в субмикрообъемах и мартенситное превращение сплава Fe-32 %Ni // ДАН СССР. 1975. Т. 221. № 4. С. 72—75.

8. Радионов Ю. Л., Хромова Л. П. Неферромагнитный инварный сплав и изделие, выполненное из него. Патент РФ № 2095455 от 10.11.97.

9. Радионов Ю. Л., Щербединский Г. В., Юдин Г. В., Хромова Л. П. Высокопрочный инварный сплав. Патент РФ № 2154692 от 23.04.99.

10. **Хромова Л. П., Кириллов Ю. Г., Юдин Г. В.** Сплавы прецизионные с заданным тепловым расширением. Свидетельство № 162. Госстандарт РФ. 1993.

11. Борисов В. Т. Теория двухфазной зоны металлического слитка. М.: Металлургия, 1987. 224 с.

12. Гаврилин И. В. Плавление и кристаллизация металлов и сплавов / Владимир: Изд. Владимирский гос. университета. 2000. 260 с.

13. Коростелев В. Ф. Технология литья с наложением давления. М.: Машиностроение, 2000. 204 с.

14. **Коростелев В. Ф.** Теория, технология и автоматизация литья с наложением давления. М.: Новые технологии, 2004. 224 с.

15. Петров А. С., Коростелев В. Ф. Термическая обработка литых алюминиевых сплавов, полученных с наложением регулируемого давления при кристаллизации // Металловедение и термическая обработка металлов. 1992. № 10. С. 36—38.

Поглощение с максимумом при $\hbar \omega_{max} = 1$ эВ обусловлено, видимо, дислокациями, формирующими глубокие центры захвата. Другие пики поглощения связывают обычно с *F*-центрами (*F*-центр — вакансия атома основного вещества, возникающая в результате локализации электрона вблизи вакантного атомного узла).

Также известно, что оптическое поглощение свободными носителями в SrTiO₃ согласуется с моделью полярона малого радиуса [2].

Все это стимулирует интерес к изучению оптических свойств проводящих пленок SrTiO₃, с толщиной 0,7...6,0 мкм в температурном интервале 200...700 К. В этом интервале толщин пленки SrTiO₃ хорошо восстанавливаются. Исследовались пленки с проводимостью $\sigma = 1, 2...6, 4$ Ом⁻¹ · см⁻¹.

Пленки получены методом магнетронного распыления из жидкой фазы [3, 4]. В качестве подложек использованы сколы NaCl, листочки слюды и стекло с проводящим прозрачным слоем SnO₂. Пленки были блочными и имели толщину ~ 3,2 мкм.

Температурные измерения проведены с учетом теплового излучения самих образцов и подвергну-

ты различным проверкам. В однолучевой схеме (ИКС-21) модулятор находился перед образцом, что исключало тепловой фон пленки.

При низких температурах (T < 200 K) полоса поглощения сливается с решеточным поглощением. С повышением температуры пик смещается в область больших энергий и хорошо наблюдается длинноволновой склон (рис. 1).

В указанном температурном интервале коэффициент поглощения в максимуме полосы $\hbar\omega_{max} = 0,25$ эВ линейно связан с проводимостью образцов:

$$\alpha = \frac{4\pi}{n_0} \delta(\omega). \tag{1}$$

С возрастанием температуры (T > 650 K) смещение пика замедляется (рис. 2). Отметим, что выполнение соотношения (1) независимо от способа получения проводящих образцов (легирование, восстановление) исключает поглощение на донорах. Кроме того, с ростом температуры максимум донорного поглощения смещается в сторону меньших энергий.

Поглощение свободными носителями могло бы проявиться как пик вблизи ω_0 (ω_0 — частота продольных оптических фононов). Но для SrTiO₃ $\omega_0 \leq 0,1$ эВ, что существенно меньше ω_{max} .

Зона проводимости в BaTiO₃ считается состоящей из двух частично сливающихся зон (нижней очень узкой, верхней — широкой) [5]. В этой модели можно было бы получать и температурное смещение пика, так как с ростом температуры растет вероятность участия фононов в акте оптического поглощения. При этом пик смещается в область больших частот. Однако расчеты и эксперименты [6, 7] приводят к простой зоне проводимости. Кроме того, при низких температурах электроны находятся в основном в нижней, т. е. узкой зоне, что едва ли можно согласовать с большим значением подвижности ($\mu \ge 10 \text{ см}^2/\text{B} \cdot \text{с}$ при $T \approx 200 \text{ K}$). С уменьшением T





Рис. 2. Положение максимума полосы поглощения в зависимости от температуры

подвижность растет быстрее, хотя верхняя зона в этой модели должна бы истощаться, а ее вклад в проводимость — уменьшаться.

Рассмотрим модель, в которой носителями тока в реализованном интервале температур является полярон малого радиуса (ПМР) в туннельном режиме. Отметим, что при $T < T_0 = \hbar\omega_0/2k\ln(E_0/\hbar\omega_0)$, где E_0 — энергия поляронного сдвига, перескоки не играют роли в движении ПМР. Основной вклад в проводимость дает член, отвечающий туннелированию.

Подвижность µ при $T < T_0$ может быть сравнительно высокой, но $d\mu/dT < 0$, и в области $T \approx 0$ подвижность падает до малых значений, обычных для ПМР, что соответствует значениям SrTiO₃ $\mu \ge 10 \text{ см}^2/(\text{B}\cdot\text{c})$ при T = 200 K и $\mu \ge 0.5 \text{ см}^2/(\text{B}\cdot\text{c})$ при T = 700 K.

Поглощение света инициирует перескоки, и характерный для ПМР вид коэффициента остается в режиме туннельного просачивания [7]. При поглощении света ПМР основную роль играет параметр $\eta_3 = J^2/E_akT$, где J — интервал перекрытия, а E_a — энергия активации. При $\eta_3 \ll 1$ перескоки происходят на соседние узлы, а при $\eta_3 < 1$ большую роль играют перескоки на далекие узлы [8]. Полагаем, что в этом случае энергия активации уже не будет постоянной и в работе [9] отмечается возможная зависимость E_a от R, где R — длина перескока.

Проведем аналогию между перескоками полярона при $\eta_3 < 1$ и моттовскими перескоками по примесям при низких температурах [10]. Различие лишь в том, что для ПМР активация происходит не с примесного уровня, а из поляронной зоны. В моттовском случае также существенны перескоки на далекие узлы, причем существует наиболее вероятная длина перескока R^* , зависящая от температуры ($R^* \approx T^{3/4}$), а соответствующая энергия активации E_a зависит от R:

$$E_{\rm a}^*(T) \sim T^{3/4}$$
. (2)

С ростом температуры $\eta_3 \to 1, E_a^* \to E_a$ (высоко-температурному пределу), следует ожидать, что при $\eta_3 \leq 1$ доминируют перескоки на соседние узлы, E_a^* совпадает с E_a и перестает зависеть от температуры. Считая, как и обычно $\hbar \omega_{max} = 4 E_a^*(T)$, получим температурное смещение пика поглощения и его "остановку" при высоких температурах.

Соотношение (2) хорошо согласуется с экспериментом: если точки с рис. 2 кроме (T > 600 K) перенести на логарифмический масштаб, то они лучше всего ложатся на прямую с наклоном, близким к 3/4. При $T \ge 700$ K, $E_a^* = E_a = 0,09$ эВ, полагая $J \le 0,09$ эВ, получаем $T_0 \ge 800$ К. Следовательно, весь рассматриваемый интервал температуры соответствует режиму туннельного просачивания.

Действительно, при $T \approx 200$ K, $E_a^* \approx 0,04$ эВ и $\eta_3 \approx 10$; при E = 700 K $E_a^* \approx 0,09$ эВ, $\eta_3 \approx 1,3$, т. е. температура "остановки" пика достигает $\eta_3 \approx 1$.

Таким образом, проводящий SrTiO₃ является интересным примером постепенной смены механизмов проводимости с температурой — от $\mu \ge 10^4 \text{ см}^2/\text{B}\cdot\text{c}$ (зонный режим) до $\mu \le 0.5 \text{ см}^2/\text{B}\cdot\text{c}$ (перескоковый режим).

Список литературы

1. Bayer W. S. Entropy of vacancies in ionic crystals // Phys.

Rev. 1966. C. 734–740. 2. Lee C., Destry J., Brebner J. L. Optical absorption and transport in semiconducting SrTiO₃ // Phys. Rev. 1975. B. 11. C. 2299–2310.

3. Агасиев А. А. Формирование и электрофизические свойства пленок сложных металооксидов. Докт. дис. // Баку. 1995.

4. Агасиев А. А., Панахов М. М., Ахундов Ч. Г., Мамедов М. З., Мамедова В. Дж. Получение пленок SrTiO₃ медов М. З., Мамедова Б. дж. получение именто тодом магнетронного ионного распыления из жидкой фазы // Ваки 2006 Vol. XXVI. № 2. HAHA TRANSACTIONS, Baku-2006. Vol. XXVI. № P. 110-114.

5. Gerthsen P., Groth R., Hardtl K. Halbleiteringen schatfen des BaTiO₃ impolaroninbild // Phys. Stat. sol. 1965. T. 11. C. 303. 6. Feng T. Anomalous photoelectronic processes in SrTiO₃//

Phys. Rev. 1982. B. Vol. 25. N 2. P. 627–642.
7. Bayer W. S. Interband Faraday rotation in some perovskite oxides and rutile // J. Phys. Chem Sol. 1967. 29. C. 677.

8. Кудинов Е. К., Мирлин Д. Н., Фирсов Ю. А. Частотная зависимость поляронного поглощения в проводящих кристаллах TiO₂ // ФТТ. 1969. Т. 11. С. 2789—2801. 9. **Фирсов Ю. А.** О форме кривой поглощения и взаи-

модействии света с поляронами малого радиуса // ФТТ. 1968. T. 10. C. 1950.

10. Мотт Н., Дэвис Э. Электронные процессы в некристаллических веществах. М.: Наука, 1974.

УДК 541.1 + 541.451:546.631.832

А. А. Ковалевский, канд. техн. наук, А. А. Шевчёнок, канд. техн. наук, А. В. Долбик, А. С. Строгова, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, г. Минск, Республика Беларусь

E-mail: a kovalevsky@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ТЕРМООБРАБОТКИ В ПРОЦЕССЕ ПРЕССОВАНИЯ НА СТЕПЕНЬ НАСЫЩЕНИЯ ВОДОЙ МИКРО-И НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ КРЕМНИЯ

Исследован процесс насыщения водой таблетированных микро- и наноструктурированных порошков кремния (МНС ПК) в зависимости от условий термообработки в процессе прессования. Установлена корреляция между средой, температурой прессования и поглощательной способностью спрессованных МНС ПК.

Введение

Микро- и нанопорошки определенных типов материалов привлекают к себе пристальное внимание различных групп исследователей [1-3], что связано с перспективностью использования их в керамике, в различного рода синтезе, а также в качестве адсорбента, на поверхности которого адсорбируются ве-

щества, понижающие поверхностное натяжение его относительно окружающей среды.

На протяжении длительного времени отходы полупроводникового монокристаллического кремния безвозвратно уходили в утилизацию. В этом аспекте возникла необходимость рассмотреть отходы электронной промышленности, в частности, полупроводниковый монокристаллический кремний (МК), который широко используется в производстве полупроводниковых приборов и интегральных микросхем. После многократных процессов фотолитографии, эпитаксии, ионной имплантации, диффузии различного рода примесей и термических обработок полупроводниковый монокристаллический кремний, претерпевший структурные изменения, безвозвратно уходит в брак, что экономически крайне нецелесообразно.

Более того, есть возможность использовать этот материал по новому назначению, а именно, в качестве адсорбента воды. Вода, адсорбированная в объеме микро- и наноструктурированных порошков кремния (МНС ПК), в дальнейшем может использоваться для синтеза водорода.

В настоящей статье приводятся результаты исследований по насыщению МНС ПК водой в зависимости от температуры и условий термообработки в процессе прессования и последующей обработки в кислотах.

Методика эксперимента

МНС ПК с размером частиц (кристаллитов) от 20 до 70 нм получали в результате разложения моносилана (SiH₄) в объеме камеры при давлении 20-40 Па в модернизированной плазменной установке типа "Плазма 600", а с размером от 70 до 6000 нм — в результате помола отходов МК в вихревой струйной акустической мельнице ВИМ-8. Средний размер частиц микропорошков определяли по общеизвестным методикам работ [4, 5] способом угольных реплик, оттененных хромом и золотом с разрешением не хуже 5 нм, и по усовершенствованной методике О. П. Пчелякова [6]. Насыщение водой МНС ПК проводили в закрытом скафандре, температура в котором поддерживалась с точностью \pm 1°. Взвешивание образцов ПК до и после насыщения водой и водно-спиртовым раствором проводили на аналитических весах SETRA EL-200S с точностью 10⁻⁶ г.

Для исследования таблетированного материала на основе исходного МНС ПК при термообработке нами использовался термогравиметрический метод анализа [7, 8]. Исследования проводились на дериватографе Q-1550 D фирмы МОМ (Венгрия).

Обработка таблетированного материала проводилось в смеси азотной и фтористоводородной кислот при их различном соотношении, а также с добавлением в их состав уксусной кислоты. Реакция травления представлена уравнением

 $3Si + 4HNO_3 + 18HF = 3H_2[SiF_6] + 4NO + 8H_2O.$

После травления и тщательной сушки образцы взвешивались, а затем насыщались водой или водой со спиртом в процессе их выдержки в сосуде с водой или водой со спиртом, выбранных в соотношении 1:1, в течение 24 ч. Время химической обработки для спрессованных МНС ПК составляло 2 ч, для МНС порошков — 30 мин.

Воспроизводимость опытов оценивалась по критерию Кохрена в результате статистической обработки данных с достоверной вероятностью 0,97.

Результаты и их обсуждение

Исследовано влияние условий прессования (в вакууме, на воздухе, с использованием поливинилового спирта (ПВС) и без него и при различной дисперсности порошка) при температуре 250-1200 °С на предмет насыщения порошков водой до и после обработки их в HNO₃:HF = 1:4 (рис. 1, 2).

Установлено, что прессование микропорошков на воздухе и пропитка их поливиниловым спиртом способствуют подавлению их поглошательной способности а. После такого прессования при температуре 250 °С микропорошки кремния с дисперсностью от 68 до 6000 нм до обработки в кислотах поглощают воды не более 18 %, а после их обработки в смеси азотной и фтористоводородной кислот, выбранных в соотношении 1:4, — до 24 %. Спрессовывание при этой же температуре МНС ПК в вакууме без поливинилового спирта повышает насыщение их водой до 30 %. Однако с повышением температуры термообработки в процессе прессования приводит к резкому падению их поглощательной способности и при температуре прессования 1200 °С не превышает 5 % до обработки и 10 % после обработки. Это обусловлено воздействием кислорода и углерода поливинилового спирта на поверхностные свойства МНС ПК. Воздух, как источник кислорода, приво-



Рис. 1. Зависимости изменения поглощательной способности МНС ПК с температурой термообработки при различных условиях прессования (a) и прошедших дополнительную обработку в HNO₃—HF (δ)

дит к подкислению МНС ПК. На поверхности образуется диоксид кремния, который влияет на процесс травления МНС ПК в кислотных травителях, поскольку образующийся диоксид кремния выступает в качестве маскирующего покрытия при воздействии кислот. В случае развала поливинилового спирта образуется углерод, который способен с МНС ПК образовывать карбид кремния, также влияющий на процесс травления. Выступая в качестве маски диоксид кремния и карбид кремния сдерживают подтравливание отдельных кристаллитов МНС ПК и тем самым в малой степени влияют на изменение его микро- и наноструктуры в результате химической обработки. Дополнительное введение в состав травителя ледяной уксусной кислоты при соотношении компонентов раствора HNO₂:HF:CH₂COOH 2:7:2 способствует увеличению поглощательной способности МНС ПК за счет повышения эффективности протравливания поверхности отдельных кристаллитов до чистого кремния (рис. 3, см. третью сторону обложки).



Следует отметить, что наибольшая поглащательная способность порошкового кремния наблюдается на образцах, спрессованных в вакууме и с самым минимальным содержанием поливинилового спирта. Напротив, МНС ПК, спрессованные на воздухе, отличаются значительно меньшей адсорбционной способностью.

Поскольку после спекания на воздухе в МНС ПК основными фазами являются кремний и диоксид кремния (Si_xO_y), они сильно влияют на адсорбционную способность микропорошка в целом. Известно [7, 8], что диоксид кремния существует при атмосферном давлении в семи модификациях: α-кварц, β-кварц, γ-тридимит, β-тридимит, α-тридимит, β-кристобалит, α-кристобалит, а также в двух аморфных: кварцевое стекло, или лешательерит, и гель SiO₂. Все формы SiO₂ относятся к решетчатым структурам, хотя формально структура SiO₂ одинакова со структурой ортосиликата кремния $\tilde{Si}[SiO_4]$. Решетка SiO₂ — более или менее закрытая. Она образована бесконечно продолжающимися кольцами тетраэдров SiO₄. Кольца в разных модификаторах SiO₂ различаются числом связанных тетраэдров и формой. Существуют две формы колец. Одна из них характеризуется наличием только шестичленных колец, а в другой одновременно с шестичленными появляются и восьмичленные кольца. Кольца образуют спирали с шагом, равным вектору Бюргерса. Полиморфные формы различаются также по значению угла связи Si—O—Si и по длине связи Si—O.

В экстремальных условиях SiO₂ имеет несколько десятков модификаций, в том числе: волокнистый кремнезем W, кремнезем O, стишовит, коэсит, кинит и др. Такое структурное несовершенство влияет на гидрофобность (гидрофильность) микропорошка. Одним из возможных методов повышения качества спрессованных микропоршов, наряду с высокоэнергетическим нагружением, является использование порошковых смесей с полимодальным распределением частиц по размерам. При этом крупные поры между более крупными матричными частицами в объеме спрессовки должны заполняться наноструктурированными частицами ПК. что увеличивает контактность, а значит, скорость протекания и интенсивность диффузионных процессов при термообработке, способствуя росту плотности спеченных МНС ПК и улучшению их физико-химических характеристик [9]. Реальные порошковые смеси и спрессованные микропорошки из них имеют существенную неоднородность по форме и размерам частиц, а их структура зачастую кардинально отличается от модельной.

Как выяснилось в процессе многочисленных исследований, максимальное насыщение как водой, так водой со спиртом наблюдается непосредственно для порошков, синтезированных в процессе разложения моносилана и прошедших обработку в смеси азотной, плавиковой и уксусной кислот, выбранных в соотношении 2:7:2. Оно достигает 45 % от массы исходной навески. Микропорошки, полученные путем помола монокристаллического кремния, поглощают до 34 % воды, т. е. несколько меньше, чем микропорошки, полученные в результате разложения моносилана.

Проведенные исследования по влиянию температуры термической обработки на насыщение микро- и нанопорошков кремния различной дисперсности показали, насколько температура в условиях прессования влияет на насыщение спрессованного порошка кремния водой.

Повышение температуры прессования от 250 до 1200 °С микропорошков кремния, полученных в процессе разложения моносилана, приводит к снижению поглощательной способности таблетированных образцов от 18 до 5 %.

В свою очередь, повышение температуры термообработки от 250 до 1200 °С в процессе прессования МНС ПК, полученных в процессе помола отходов монокристаллического кремния, приводит к снижению поглощательной способности таблетированных образцов с 24 до 10 %. Обработка как тех, так и других образцов спрессованного кремния в кислотах дает возможность в области низких (250—500 °С) температур прессования обеспечить поглощательную способность на уровне 24—34 %. Повышение температуры термообработки в процессе прессования от 500 до 1200 °С приводит соответственно к снижению поглощательной способности спрессованного материала до 9—10 %. Такое поведение спрессованных





порошков можно объяснить зависимостью изменения размеров кристаллитов от температуры (рис. 4).

Плотности различных модификаций неодинаковы, поэтому переходы происходят с изменением объема. Изменение объема при быстро протекающих превращениях менее существенны, чем при медленно протекающих, о чем свидетельствуют результаты по поглощению воды МНС ПК, спрессованными при различных температурах (см. рис. 1). Таким образом среда прессования, температура термообработки в процессе прессования, наличие смачивателя и дисперсность нано- и микропорошков, а также последующая их обработка в кислотах являются основополагающими факторами, влияющими на закономерности насыщения МНС ПК водой.

Выводы

Исследовано влияние условий термической обработки и обработки в кислотах на поглощательную способность МНС ПК. Показано, насколько коррелирует температура в процессе прессования с поглощательной способностью спрессованных МНС ПК.

Проведенные исследования показали, что причиной снижения поглощательной способности спрессованных МНС ПК является их фазовый состав. Он зависит от среды и температуры термообработки в процессе прессования. Повышение температуры в процессе прессования с 250 до 1200 °С МНС ПК, полученных в процессе разложения моносилана, приводит к снижению поглощательной способности спрессованных образцов от 18 до 5 %, а микропорошков кремния, полученных в процессе помола отходов монокристаллического кремния, — к снижению поглощательной способности таблетированных образцов от 24 до 10 % [7—9].

Список литературы

1. **Суздалев И. П.** Нанотехнология. Физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. М.: КомКнига, 2006. 592 с.

2. Clement D., Diener J., Gross E., Kunzner N., Timoshenko V. Yu., Kovalev D. Highly explosive nanosilicon — based composite materials // Phys. Stat. Sol. (a). 2005. V. 202. N 8. P. 1357—1364.

3. **Pritchard D. K.** Literature review — explosion hazards associated with nanopowders // HSL, 2004. N 12. 22 p.

4. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. М.: Мир, 1972. 300 с.

5. **Tanner B. K.** X-Ray Topography and Precision Diffractometry Semiconducting Materials // J. Electrochem. Soc. 1979. V. 136. N 11. P. 3438–3443.

6. Пчеляков О. П. Методика одновременного наблюдения структуры поверхности и объема в просвечивающий электронный микроскоп // Заводская лаборатория. 1974. Т. 40. № 9. С. 1125.

7. Коровский Ш. Я. Новые материалы электрорадиотехники и автоматики. Рига: РКИИГА, 1980. 48 с.

8. Пасынков В. В., Сорокин В. С. Материалы электронной техники. СПб.: Лань. 2001. 364 с.

9. Стрелов К. К. Теоретические основы технологии огнеупорных материалов. М.: Наука, 1985. 480 с.

10. Ковалевский А. А., Долбик А. В., Шевчёнок А. А. Адсорбционная способность неспрессованных и спрессованных порошков кремния // Доклады БГУИР. Международная научно-техническая конференция "Новые технологии изготовления многокристальных модулей". Минск—Нарочь 25—29 сентября 2006 года. 2006. № 5. 73 с.

11. Ковалевский А. А., Долбик А. В., Шевчёнок А. А., Лабунов В. А. Исследование свойств оксидов кремния, сформировавшихся в процессе быстрого окисления порошкового кремния // Доклады БГУИР. Международная научнотехническая конференция "Новые технологии изготовления многокристальных модулей". Минск—Нарочь 25—29 сентября 2006 года. 2006. № 5. 70 с.

12. Ковалевский А. А., Долбик А. В., Иванчиков А. Э., Лабунов В. А. Исследование поведения порошков кремния различной дисперсности к воздействию кислотных и щелочных травителей // Доклады БГУИР. Международная научно-техническая конференция "Новые технологии изготовления многокристальных модулей". Минск—Нарочь 25—29 сентября 2006 года. 2006. № 5. 60 с. И. И. Бобринецкий, канд. техн. наук, В. К. Неволин, д-р физ.-мат. наук, проф., МИЭТ (ТУ), г. Москва (Зеленоград), А. А. Строганов, УНЦ "ЗМНТ", МИЭТ (ТУ), О. М. Иванова, канд. хим. наук, С. А. Крутоверцев, канд. техн. наук, ОАО "Практик-НЦ", г. Москва (Зеленоград)

ВЛИЯНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ВЛАЖНОСТИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ НА ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА СТРУКТУР НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК

Представлено исследование влияния относительной влажности воздуха на транспортные характеристики различных планарных структур на основе углеродных нанотрубок. Рассмотрена роль различных механизмов в чувствительности структур на основе углеродных нанотрубок к изменению относительной влажности воздуха.

Введение

Углеродные нанотрубки [1] являются перспективным материалом для различных приложений нанотехнологии. Благодаря уникальной геометрии и отличительным транспортным свойствам, нанотрубки рассматриваются в качестве активных элементов наноэлектронных устройств, сенсорных и микросистемных структур [2, 3]. В области сенсорной техники была продемонстрирована чувствительность структур на основе углеродных нанотрубок к различным газам (NH₃, NO₂, Cl₂, H₂, CO₂) [4—6] и летучим органическим соединениям [7].

При функционировании сорбционных датчиков в условиях атмосферы чувствительный слой нанотрубок подвергается воздействию внешних факторов в виде молекул органических и неорганических веществ, присутствующих в атмосфере воздуха. В частности, влажность окружающей среды может вносить существенный вклад в работоспособность сорбционных элементов, чувствительная поверхность которых находится в непосредственном контакте с атмосферой воздуха. Изменение влажности может быть связано с сезонными колебаниями (от 10 % зимой до 70 % летом), так и с присутствием вблизи элемента источников влажности (растений, людей и др.). В ряде работ проведено исследование влияния влажности на проводимость транзисторов на основе углеродных нанотрубок [8] и плотных нанотрубных пленок [9]. Тем не менее, большинство исследований влажности проводится в идеализированных условиях при предварительном вакуумировании и отжиге структур, а также не проводится анализ возможных топологических решений для минимизации влияния влажности на проводимость сенсорных структур на основе углеродных нанотрубок.

В настоящей работе описано исследование чувствительности различных типов структур на основе углеродных нанотрубок к изменению относительной влажности в атмосфере воздуха, и анализируются возможные механизмы изменения проводимости данных структур.

Сенсорная структура

Исследование влияния влажности проводилось на стандартных тестовых структурах, представляющих собой ситалловую подложку со сформированной методом традиционной фотолитографии системой никелевых электродов встречно-штыревого типа. Толщина электродов составляла 80 нм, расстояние между ними — 50 мкм. Однослойные углеродные нанотрубки (ОСУНТ), полученные методом дугового испарения [10], предварительно диспергировались в растворе поверхностно-активного вещества (ПАВ, цетилтриметиламмония бромида). Атомно-силовая микроскопия нанотрубок (АСМ), нанесенных на подложку из раствора, показала, что нанотрубки присутствуют как в виде одиночных молекул, так и в виде пучков диаметром до 10 нм.

ОСУНТ из раствора наносились в виде капли объемом 10...40 мкл на кристалл, находящийся под углом 60°. Основной объем нанотрубок с ПАВ удалялся с наклонной поверхности. Оставшийся ПАВ удалялся при помещении в раствор горячего 2-пропанола. Сопротивление структур после отжига составляло несколько килоом в связи с формированием сплошных тонких сеток между электродами (рис. 1, см. третью сторону обложки). Для повышения сопротивления структур применялось механическое удаление части нанотрубок с поверхности. Особенностью геометрии данной структуры является отсутствие какой-либо упорядоченности в сетке пучков нанотрубок, в результате чего между электродами формируется множество контактов, удерживаемых ван-дер-ваальсовыми силами пучков нанотрубок, длиной 3-4 мкм каждый.

Измерительная система

Исследование чувствительности к изменению относительной влажности воздуха проводилось с использованием шестналцатиканального измерителя (ОАО "Практик-НЦ", Зеленоград), состоящего из двух взаимосвязанных схем (молулей) — измерительной схемы и схемы стабилизации температуры. Нагрев обеспечивался путем подачи напряжения на нагревающий элемент, а измерительная схема обеспечивала детектирование сопротивления сенсорной структуры и передачу информации на персональный компьютер. Измерение сопротивления структур выполнялось по 16 каналам с погрешностью 2,5 % в диапазоне сопротивлений от 500 Ом до 1 ГОм. Структуры размещали в камере, позволяющей проводить измерения чувствительности одновременно восьми сенсоров. Предварительно проводился отжиг структур при температуре 200 °С и исследовалась временная стабильность в течение 46 ч. Структуры с наименее стабильными свойствами изменяли свои электрические характеристики не более чем на 1 %



Рис. 2. Схема измерительного стенда

за 80 мин, стабильность большинства структур была на порядок выше и достаточна для проведения лабораторных испытаний.

Изменение относительной влажности в камере происходило согласно схеме, приведенной на рис. 2. Предварительно проводилось продувание камеры сухим воздухом со скоростью 0,1 л/мин. Далее в камеру вводился воздух с требуемой относительной влажностью. Влажность воздуха контролировалась промышленным сорбционно-емкостном сенсором относительной влажности HS-04 (ОАО "Практик-НЦ").

Экспериментальные данные

Была исследована чувствительность структур для трех значений относительной влажности φ : 5 %, 35 %, 68 %. Исследования проводились при температуре 21 °C.

На рис. 3 приведен типичный вид зависимости изменения сопротивления структур от времени t при ступенчатом изменении влажности. Наблюдается нелинейный рост сопротивления структур. При этом увеличение относительной влажности на 30 % приводит к изменению сопротивления структур на 5 %. Зависимость сопротивления от времени аппроксимируется экспоненциальным законом с временной константой 0,1 мин⁻¹, что является следствием кинетических процессов адсорбции молекул воды на поверхности углеродных нанотрубок. Из рис. 3 видно, что скорость изменения сопротивления сенсор-



Рис. 3. Временная зависимость относительного изменения сопротивления структуры, полученной высаживанием нанотрубок из ПАВ, при ступенчатом изменении относительной влажности: R — сопротивление структуры в момент времени t; R_0 начальное сопротивление структуры

ной структуры отстает от скорости изменения относительной влажности в камере, и при достижении насыщения относительной влажности сопротивление структуры продолжает изменяться. Несмотря на то, что чувствительности исследуемых в работе структур варьировались в диапазоне 0,02...0,15 % при изменении относительной влажности на 1 %, константа адсорбции остается постоянной.

Для выявления механизмов чувствительности сенсорной структуры к влажности были дополнительно проведены исследования двух типов структур на основе углеродных нанотрубок с золотыми электродами в качестве подводящих контактов.

Транспортные свойства отдельного пучка ОСУНТ в зависимости от относительной влажности

Первая исследуемая структура представляла собой пучок ОСУНТ диаметром ~ 2 нм, лежащий под золотыми электродами толщиной 100 нм. Расстояние между электродами составляло 1,5 мкм (рис. 4, вставка, см. третью сторону обложки).

В структуре наблюдался эффект управления проводимостью внешним поперечным электрическим полем (рис. 4): при изменении управляющего потенциала на 20 В проводимость структуры изменялась менее чем на порядок, что может быть объяснено присутствием в пучке нанотрубок как металлического, так и полупроводникового типа.

Структура на четырехзондовом держателе помещалась в камеру с контролируемым источником влажности (контроль относительной влажности осуществлялся измерителем влажности ИВТМ-7 (ОАО "Практик-НЦ")). Сопротивление структуры при нулевом смещении на затворе возрастало от значения 1,07 МОм в полтора раза при изменении относительной влажности от 34 до 55 % (рис. 5).

Объяснение наблюдаемого поведения сопротивления может быть дано на основе зонной теории. Известно, что нанотрубки имеют изначально проводимость *p*-типа за счет присутствия на поверхности нанотрубок адсорбированных молекул кислоро-



Рис. 5. Зависимость относительного изменения сопротивления транзистора на основе пучка ОСУНТ от относительной влажности

да [11]. Адсорбируемые на нанотрубках молекулы воды выполняют роль доноров электронов [8, 12]. Для структур, находящихся в атмосфере воздуха, механизм допирования электронами может происходить по двум схемам [13]: непосредственный перенос заряда с молекулы воды на нанотрубки, либо через кислородные вакансии, захватывающие один или два электрона. Заметим, что реакция адсорбции может происходить как с диссоциацией воды, так и без диссоциации.

Таким образом, адсорбированные молекулы воды компенсируют в нанотрубках основные носители заряда (дырки). При адсорбции молекулы

предпочтительнее адсорбируются на поверхности углеродных атомов. Энергия связи и количество переносимого заряда, вычисленные для ОСУНТ и одной адсорбированной молекулы воды, составляют 0,131 эВ/молекула и 0,033 соответственно [14]. При увеличении количества адсорбированных молекул H₂O увеличивается также энергия связи, тогда как перенос заряда на одну молекулу уменьшается. Данный факт связан с взаимодействием, возникающим между молекулами воды, адсорбированными на поверхности нанотрубок. Преимущественную роль в данном процессе предположительно играют водородные связи.

Особенности проводимости структур на основе сеток углеродных нанотрубок при контролируемом изменении влажности воздуха

Структура из сеток ориентированных однослойных углеродных нанотрубок формировалась электрофорезом при постоянной разности потенциалов между крайними электродами 10 В (рис. 6, *a*) [15]. В отличие от структуры с одиночной нанотрубкой сопротивление сеток не модулировалось внешним электрическим полем. Расстояние между электродами, равное 2 мкм, меньше, чем длина отдельных пучков нанотрубок, что обеспечивало в структуре непосредственный транспорт носителей заряда между электродами и пучками нанотрубок без участия контактных сопротивлений нанотрубок друг с другом.

Структура помещалась в среду с изменяющейся относительной влажностью от 30 до 60 %. При повышении относительной влажности до 40 % наблюдался, как и в предыдущих случаях, рост сопротивления R структуры (рис. 6, δ). При относительной влажности больше 40 % изменение сопротивления происходит в сторону уменьшения.

Возможны два механизма повышения проводимости с увеличением влажности. Во-первых, с увеличением влажности возможно насыщение адсорбированными молекулами воды поверхности нанотрубок и полная компенсация дырочных носителей заряда электронами, после чего нанотрубки приобретают *n*-тип проводимости. Данный эффект наблюдался на пленках нанотрубок, находящихся в вакууме [9], и на одиночных нанотрубках полупроводникового ти-



a – АСМ-изображение; *б* – зависимость сопротивления структуры на основе сетки ОСУНТ от относительной влажности

па, находящихся в атмосфере с относительной влажностью выше 65 % [8]. В условиях атмосферы воздуха возможен также второй механизм увеличения проводимости, связанный с формированием мостиков из молекул воды, примесная проводимость в которых обеспечивается за счет присутствующих в атмосфере и на поверхности нанотрубок "загрязнений" [16], а также за счет ловушечных состояний на границе поверхности нанотрубки и подложки [17]. Длина мостиков не превышает нескольких десятков нанометров, и следовательно, проводимость возможна только в очень плотных сетках, в которых расстояние между нанотрубками не превышает указанной длины. Данный факт объясняет отсутствие эффекта увеличения проводимости в сетках, нанесенных на тестовую сенсорную структуру.

Заключение

Были разработаны структуры на основе углеродных нанотрубок с различным топологическим рисунком электрических контактов. Продемонстрирована чувствительность данных структур к изменению относительной влажности воздуха. Было показано, что в случае неупорядоченных тонких сеток изменение сопротивления составляет не более 0,02...0,15 % при изменении относительной влажности на 1 %. Показано, что основной вклад в изменение сопротивления вносит перенос электронов с физически адсорбированных на поверхности полупроводниковых нанотрубок молекул воды. Наибольшая чувствительность к изменению влажности наблюдается в плотных сетках углеродных нанотрубок.

Рассмотрена роль различных механизмов проводимости в сетках при высоких значениях относительной влажности. Полученные результаты могут быть применены при разработке методов минимизации влияния окружающей среды в процессе создания элементов электроники, сенсорной и микросистемной техники на основе углеродных нанотрубок, а также при разработке сорбционных датчиков относительной влажности на основе углеродных нанотрубок.

Выражаем благодарность А. В. Крестинину (ИПХФ РАН) за предоставленный материал углеродных нанотрубок.

Список литературы

1. **Iijima S.** Helical microtubules of graphitic carbon // Nature. 1991. V. 354. P. 56–58.

2. **Харрис П.** Углеродные нанотрубы и родственные структуры. Новые материалы XXI века. М.: Техносфера, 2003. 336 с.

3. **Dresselhaus M. S., Dresselhaus G.** Carbon nanotubes: synthesis, structure, properties and applications. In Topics in Applied Physics; Avouris, Ph., Eds.; Berlin. Springer-Verlag, 2001. 448 p.

4. Kong J., Franklin N. R., Zhou Ch., Chapline M. G., Peng Sh., Cho K., Dai H. Nanotube molecular wires as chemical sensors // Science. 2000. V. 287. P. 622–625.

5. Аксенов А. М., Бобринецкий И. И., Неволин В. К., Симунин М. М. Химические сенсоры на основе пучков углеродных нанотрубок для обнаружения низких концентраций молекул хлора в атмосфере // Нано- и микросистемная техника. 2005. № 12. С. 12—15. 6. Suehiro J., Zhou G., Hara M. Fabrication of a carbon na-

6. Suehiro J., Zhou G., Hara M. Fabrication of a carbon nanotube-based gas sensor using dielectrophoresis and its application for ammonia detection by impedance spectroscopy // J. Phys. D: Appl. Phys. 2003. V. 36. P. L109–L114.

 Li J., Lu Y., Ye. Q., Cinke M., Han J., Meyyappan M. Carbon nanotube sensors for gas and organic vapor detection // Nano Lett. 2003. V. 3. N. 7. P. 929–933.
 8. Na P. S., Kim H., So H.-M., Kong K.-J., Chang H.,

8. Na P. S., Kim H., So H.-M., Kong K.-J., Chang H., Ryu B. H., Choi Yo., Lee Je.-O., Kim B.-K., Kim Ju-J., Kim Ji. Investigation of the humidity effect on the electrical properties of single-walled carbon nanotube transistors // Appl. Phys. Lett. 2005. V. 87. N. 9. P. 093101 (3). 9. Zahab A., Spina L., Poncharal P. Water-vapor effect on the electrical conductivity of a single-walled carbon nanotube mat // Phys. Rev. B. 2000. V. 62. N. 15. P. 10000–10003.

10. **Крестинин А. В.** Однослойные углеродные нанотрубки: механизм образования и перспективы технологии производства на основе электродугового процесса // Российский химический журнал. 2004. Т. 48. № 5. С. 21—27.

11. Collins Ph. G., Bradley K., Ishigami M., Zettl A. Extreme oxygen sensitivity of electronic properties of carbon nanotubes // Science. 2000. V. 287. N. 5459. P. 1800–1804.

12. Romero H. E., Sumanasekera G. U., Kishore S., Eklund P. C. Effects of adsorption of alcohol and water on the electrical transport of carbon nanotube bundles // J. Phys.: Condens. Matter. 2004. V. 16. P. 1939–1949.

13. Marliele C., Poncharal P., Vaccarini L., Zahab A. Effect of gas adsorbtion on the electrical properties of single wall carbon nanotubes mats // Material Research Society Symposium Proceedings. 2000. N. 593. P. 173.

14. **Zhao J., Buldum A., Han J., Lu J. P.** Gas molecule adsorption in carbon nanotubes and nanotube bundles // Nanote-chnology. 2002. V. 13. P. 195–200.

15. **Yamamoto K., Akita S., Nakayama Y.** Orientation of carbon nanotubes using electrophoresis // J. Appl. Phys. 1996. V. 35. N. 7B. P. L917–L918.

16. **Неволин В. К.** Вольтамперные характеристики квазиодномерных микропроводников // Письма в ЖТФ. 1996. Т. 22. В. 21. С. 57—60.

17. Kim W., Javey A., Vermesh O., Wang Q., Li Y., Dai H. Hysteresis caused by water molecules in carbon nanotube field-effect transistors // Nano Letters. 2003. Vol. 3. P. 193–198.

Конструирование и моделирование МНСТ

УДК 004.89

И. Н. Бычков, ЗАО "МЦСТ"

ПЛАНИРОВАНИЕ КОНТАКТНЫХ ВЫВОДОВ КРИСТАЛЛА И ПОСТРОЕНИЕ ПРОВОДНОГО МОНТАЖА ПРИ КОРПУСИРОВАНИИ ИНТЕГРАЛЬНЫХ СХЕМ

Рассматривается проблема безошибочного планирования контактных выводов кристалла и построения проводного монтажа при корпусировании интегральных схем. Для проверки правил корпусирования и решения указанной проблемы используются диаграмма проводного монтажа и ее 3D-модель. Предлагается методология корпусирования, учитывающая специфику сборки микросхем при планировании контактных выводов кристалла и построении проводного монтажа.

Введение

Одной из основных технологий электрического монтажа между выводами кристалла и корпуса интегральных схем (ИС) является технология проводного монтажа (*wires bonding*). Несмотря на появление альтернативной технологии монтажа жесткими объемными выводами на коммутационную плату (*flip-chip*) она постоянно совершенствуется и активно применяется в производстве ИС. Ее основными достоинствами являются высокая надежность и низкая стоимость изготовления корпуса и электрического монтажа. В табл. 1 приведены усредненные по различным видам микросхем данные о стоимости изготовления корпуса и электрического монтажа на одной из действующих фабрик.

С увеличением степени интеграции при переходе на новые технологии изготовления ИС имеет место рост числа входных-выходных выводов кристалла и корпуса, происходящий в основном за счет увеличения числа выводов земли-питания. Кроме того, наблюдается тенденция уменьшения размеров элементов ввода-вывода ИС. В условиях применения неиз-

				Таблица
Стоимость изготовления	корпуса	и элект	рического	монтажа

Стоимость изготовления корпуса и электрического монтажа, усл. ед.				
)водной онтаж	Монтаж жесткими объемными выводами на коммутационную плату			
25 22 12	45 41 29 27			
	рводной онтаж 25 22 12 11			

Основные технологические параметры кристалла для норм КМОП-технологии

Технологические параметры	Нормы КМОП-технологии					
технологические параметры	0,35 мкм	0,25 мкм	0,18 мкм	0,13 мкм	90 нм	65 нм
Минимальный размер вывода (ширина × длина), мкм Минимальный шаг между выводами, мкм	$\begin{array}{c} 85\times85\\90\end{array}$	$70\times70\\80$	$\begin{array}{c} 60\times 60\\70\end{array}$	$\begin{array}{c} 40\times70\\50\end{array}$	$\begin{array}{c} 40\times75\\50\end{array}$	$\begin{array}{c} 40\times75\\50\end{array}$

менной технологии проводного монтажа и технологии тестирования это неизбежно влечет снижение качества сборки микросхем [1]. Такой недостаток приводит к ограничениям на использование уже имеющихся технологий проводного монтажа и тестирования кристалла, а также способствует постоянному совершенствованию этих технологий.

Чтобы оценить тенденцию уменьшения размеров контактных выводов кристалла был проведен анализ массового производства микросхем с применением технологии проводного монтажа на протяжении последних десяти лет. Для основных норм КМОП-технологий минимальные размеры контактных выводов кристалла и шаг между ними при расположении в одном ряду представлены в табл. 2. Из ее анализа можно сделать вывод, что при переходе на нанотехнологии изготовления ИС существуют сложности при уменьшении размеров контактных выводов кристалла и шага между ними.

Применение технологии проводного монтажа при увеличении числа выводов ИС приводит к новым проблемам их автоматизированного проектирования. Что касается этапа корпусирования, то увеличивается число рядов контактных выводов и плотность проводных соединений. Это приводит к необходимости соблюдения все более жестких ограничений на планирование контактных выводов кристалла и построение проводных соединений.

Технологический процесс корпусирования

Технологический процесс корпусирования ИС начинается с разрезания групповой пластины на кристаллы. После этого каждый полученный кристалл фиксируют на посадочное место в корпусе с помощью клея или припоя. В случае использования припоя групповая пластина до разделения ее на отдельные кристаллы должна быть металлизирована для смачивания припоем¹. Далее выполняется последовательное построение проводных соединений различных слоев проводного монтажа. Как правило, в корпусе предусмотрено несколько слоев проводного монтажа, для которых требуются различные настройки параметров проводных соединений.

При технологическом процессе корпусирования важен способ присоединения проводного соединения к контактам кристалла или корпуса. Существует несколько способов присоединения проводного соединения: присоединение клином, присоединение на шарик, присоединение на петлю. Наиболее современными и распространенными способами присоединения проводного соединения являются присоединение на шарик и присоединение на петлю. Следует отметить, что после присоединения на шарик последующее присоединение будет обязательно на петлю и т. д. [2].

После построения проводных соединений на поверхность кристалла может быть нанесено силиконовое покрытие для защиты от попадания влаги, механических воздействий и предотвращения сдвигов контактных выводов. В дальнейшем может применяться заполнение силиконовым наполнителем всей емкости корпуса в целях полной герметизации кристалла и проводных соединений диэлектриком.

Методология корпусирования

В случае применения технологии проводного монтажа существенным ограничением является необходимость размещать контактные выводы кристалла на его периферии². Поэтому корпусирование ИС следует проводить на самом раннем этапе физического проектирования кристалла, параллельно с планированием его периферии.

При этом достигается оптимальное размещение контактных выводов кристалла и построение проводного монтажа.

При наличии множества готовых корпусов целесообразно подобрать имеющийся корпус с наиболее подходящим размером посадочного места кристалла, а также с наиболее подходящим размещением внутренних контактных выводов для проводного монтажа. В случае отсутствия готового корпуса, подходящего для данного кристалла, корпусирование ИС может выполняться на самом раннем этапе проектирования корпуса, параллельно с планированием внутренних контактных выводов корпуса. При этом достигается оптимальное размещение внутренних контактных выводов корпуса и построение проводного монтажа.

В процессе корпусирования ИС для оптимального планирования контактных выводов кристалла и построения проводного монтажа была выявлена необходимость следующих данных:

 размеры кристалла и предварительное или окончательное расположение элементов ввода-вывода;

2) способ крепления кристалла в корпусе;

3) наносится ли на поверхность кристалла силиконовое покрытие;

4) технологические параметры элементов периферии кристалла: размеры контактных выводов для

¹ Металлизируется та сторона групповой пластины, где нет выводных контактов кристаллов.

² Размещение контактных площадок внутри кристалла приводит к снижению выхода годных.



элементов ввода-вывода, а также параметры их планирования;

5) тип корпуса, чертеж посадочного места для кристалла и внутренних контактных выводов, в том числе шин земли-питания;

6) параметры и материал проводных соединений, а также способ их присоединения на контактные выводы кристалла и корпуса.

Для эффективного управления, а также создания, обмена и использования этих данных на этапе корпусирования было предложено использовать CALS-технологии [3]. Применение таких технологий на этом этапе позволило реализовать параллельное проектирование кристалла и корпуса. Поток данных 1—6 для этапа корпусирования показан на рис. 1. При корпусировании многокристальных модулей данные 1—4 необходимы для всех кристаллов. Все перечисленные потоки данных и способы параллельного проектирования в этом случае применяются без изменения для множества кристаллов.

Диаграмма проводного монтажа

Традиционно результатом этапа корпусирования ИС с применением проводных соединений является построение диаграммы проводного монтажа. Примеры диаграмм проводного монтажа высокой плотности, а также многокристальных модулей представлены на рис. 2 (см. четвертую сторону обложки).

Диаграмма проводного монтажа представляет собой 2D-схему или вид сверху на результат технологического процесса корпусирования. Основной частью процесса корпусирования является размещение кристалла в корпусе и построение проводных соединений. На диаграмме проводного монтажа каждое проводное соединение является отрезком на плоскости. Основные элементы этой диаграммы показаны на рис. 3 (см. четвертую сторону обложки). В последнее время активно развиваются технологии проектирования и изготовления систем в корпусе (*system-in-package*) с применением технологии проводного монтажа. Для проектирования этих систем также используется диаграмма проводного монтажа. В этом случае кроме традиционных элементов диаграмма проводного монтажа может содержать несколько кристаллов в стеке, а также различные электронные компоненты для поверхностного монтажа на коммутационную плату в корпусе.

Средство проектирования РСМ

Для решения задачи планирования периферии кристалла и построения проводного монтажа при учете требований технологического процесса корпусирования было разработано программное средство проектирования РСМ (*Package Constraints Manager*), которое является составной частью САПР корпусирования. Данное средство проектирования позволяет решить задачу подбора оптимального корпуса, а также остальные задачи корпусирования согласно предлагаемой в данной работе методологии. За последние десять лет средство проектирования РСМ заслужило признание разработчиков ИС и до сих пор используется при проектировании с применением новейших технологий изготовления кристаллов и сборки микросхем.

Средство проектирования РСМ используется для разработки диаграммы проводного монтажа. Кроме основных элементов на диаграмме проводного монтажа содержится информация о типе применяемого корпуса, параметрах проводных соединений, способе присоединения проводных соединений к контактным выводам кристалла и корпуса, а также способе крепления кристалла в корпусе и наличии у него силиконового покрытия. Такая информация позволяет провести всестороннее моделирование и анализ системы в корпусе, а также оценить затраты при последующем производстве.

Надежность системы в корпусе

Одной из основных задач при корпусировании ИС является минимизация стоимости изготовления микросхем, что достигается высокой вероятностью безотказной работы изделий или увеличением процента выхода годных изделий. Рассмотрим систему в корпусе, состоящую из токопроводящих элементов, которые представлены на диаграмме проводного монтажа. Вероятность безотказной работы системы можно представить в следующем виде [4]:

$$P_{\rm c}(t) = \prod_{i=1}^{n} P_i(t) = \prod_{i=1}^{n} \exp\left[-\int_{0}^{t} \lambda_i(t)dt\right] =$$
$$= \exp\left[-\sum_{i=1}^{n} \int_{0}^{t} \lambda_i(t)dt\right], \tag{1}$$

где $P_i(t)$ — вероятность безотказной работы *i*-го элемента системы за время *t*; *n* — число элементов системы; $\lambda_i(t)$ — интенсивность отказов *i*-го элемента системы.

Элементы одного слоя проводного монтажа, а также одного ряда контактных выводов кристалла и корпуса можно объединить в группы, которые имеют приблизительно равную надежность. Поэтому для системы из K групп элементов преобразуем выражение (1) к виду

$$P_{\rm c} = \exp\left[-\sum_{i=1}^{K} n_i \int_{0}^{t} \lambda_i(t) dt\right],\tag{2}$$

где *n_i* — число элементов в *i*-й группе рассматриваемой системы.

Проверка правил корпусирования

Согласно формуле (2), вероятность безотказной работы системы в корпусе будет тем больше, чем меньше интенсивности отказов элементов всех групп в системе. При увеличении числа элементов групп для сохранения высокой вероятности безотказной работы системы необходимо уменьшение интенсивностей отказов. При неизменном технологическом процессе корпусирования и изготовления кристалла требуемая надежность может быть достигнута только при выполнении более жестких ограничений на проектирование. Эти ограничения формализуются в виде правил корпусирования. Были выделены несколько типов правил корпусирования для различных элементов системы в корпусе:

- ограничения на расположение кристаллов в корпусе;
- ограничения на геометрические размеры и конфигурацию периферии кристалла;
- ограничения на геометрические размеры и конфигурацию выводов корпуса;
- ограничения на геометрические размеры и конфигурацию проводных соединений относительно друг друга и других элементов диаграммы проводного монтажа.

В средстве проектирования PCM из всего множества правил корпусирования выбираются только те, которые относятся к типу выбранного корпуса, диаметру и материалу проводного соединения, а также следующие данные о технологическом процессе:

- способ крепления кристалла в корпусе;
- способ присоединения проводных соединений на контактные выводы кристалла и корпуса;

• наличие у кристалла силиконового покрытия. Для большинства правил корпусирования была реализована автоматизированная проверка их выполнения. Для удобства пользователя после проверки выполнения правил корпусирования осуществляется визуализация нарушений. Это позволило в любой момент при построении диаграммы проводного монтажа получить перечень нарушений вместе со значениями отклонений. Следует отметить, что каждое отклонение напрямую связано с увеличением интенсивности отказов соответствующего элемента на диаграмме проводного монтажа и снижением процента выхода годных изделий.

Планирование контактных выводов кристалла

Увеличение числа выводов ИС приводит к необходимости размещения все большего числа контактных выводов кристалла на его периферии. Решением этой проблемы может быть увеличение размеров кристалла, однако его существенным недостатком является то, что оно приводит к увеличению стоимости изготовления кристалла, главным образом зависящей от занимаемой площади на групповой пластине. Кроме того, уменьшается процент выхода годных кристаллов, который также напрямую зависит от его площади.

Общепринятым решением проблемы увеличивающейся плотности контактных выводов кристалла является использование для них нескольких рядов. Следует отметить, что при переходе на нанотехнологии стали применяться такие элементы ввода-вывода ИС, которые позволяют значительно увеличить плотность контактных выводов в нескольких рядах [5]. Применение нескольких рядов выводов кристалла является эффективным способом планирования периферии кристалла. Поэтому в средстве проектирования РСМ была реализована поддержка этого решения для элементов ввода-вывода различных норм КМОП-технологий. Как правило, используются два ряда контактных выводов кристалла, но существует тенденция увеличения числа проектов с использованием трех рядов выводов. Стоит отметить, что использование четырех и более рядов контактных выводов кристалла приводит к существенным ограничениям на применение существующих технологий проводного монтажа и тестирования кристалла.

Проектирование проводных соединений

Для проектирования проводных соединений на диаграмме проводного монтажа оказалось эффективным использование точного решения для задачи назначения контактных выводов кристалла на внутренние контактные выводы корпуса [6]. Результатом решения задачи назначения является набор проводных соединений с минимально возможной суммарной длиной.

Специфика данной задачи назначения заключается в использовании евклидовой метрики. Оптимальность решения гарантирует при этом отсутствие пересечений проводных соединений, поскольку в любом выпуклом четырехугольнике сумма длин противоположных сторон не может превышать суммы длин его диагоналей. Использование точного алгоритма решения задачи о назначениях на матрицах общего вида позволит избежать нарушений для многих правил корпусирования. К примеру, минимизируется число нарушений ограничения на угол между проводом и перпендикуляром к краю кристалла.

Как правило, проектирование диаграммы проводного монтажа состоит из нескольких этапов:

- проектирование внутреннего ряда проводных соединений (*inner loop*);
- проектирование внешнего ряда проводных соединений (*outer loop*);
- проектирование проводных соединений к шинам земли-питания.

После разводки проводных соединений для логических сигналов необходимо выполнить построение проводных соединений на шины земли и питания. Для этой цели предлагается эвристический алгоритм, реализованный в средстве проектирования PCM, который состоит из следующих шагов.

1. Шины разбиваются на точки соединения с минимально допустимым шагом.

2. Для очередного контакта кристалла определяется множество допустимых точек соединения на шине, удовлетворяющих следующим правилам корпусирования:

- ограничение на максимально допустимый угол между проводным соединением и перпендикуляром к краю кристалла;
- ограничение на наличие пересечений с уже существующими проводниками;
- ограничение на минимально допустимое расстояние до соседних проводников.

3. Из множества допустимых точек соединения выбирается точка, которая задает оптимальное проводное соединение по критерию близости к лучу, проходящему через центр кристалла и разводимый контакт кристалла.

4. Итерация повторяется, начиная со второго шага, до тех пор, пока не будут обработаны все контакты земли-питания.

Применение методов решения задачи о назначениях для шин земли-питания оказывается неэффективным, так как минимально допустимый шаг между приемниками достаточно мал, что приводит к задачам большой размерности.

Следует отметить, что в корпусе могут быть шины для логических сигналов. Поскольку размеры этих шин невелики, то целесообразно разбить их на точки соединения, которые рассматриваются как контактные выводы корпуса и назначаются на контактные выводы кристалла при точном решении задачи назначения.

Применение 3D-моделирования

После построения диаграммы проводного монтажа целесообразно использовать 3D-моделирование. Наличие 3D-модели позволило технологам эффективно провести настройку технологического процесса корпусирования. Кроме того, с помощью 3D-модели стала возможными более точная оценка тепловыделения и моделирование электрических и временных характеристик. Пример изображения 3D-модели показан на рис. 4 (см. четвертую сторону обложки).

Из всего множества правил корпусирования можно выделить подмножество 3D-правил корпусирования. С увеличением плотности проводного монтажа и развитием технологий изготовления систем в корпусе наблюдается тенденция появления новых 3D-правил корпусирования. Проверка таких правил возможна только после построения 3D-модели.

На основе диаграммы проводного монтажа в средстве проектирования РСМ была реализована возможность построения 3D-модели. Для этого нужно задать высоту каждого кристалла и параметры проводных соединений. Параметры проводных со-

единений задаются согласно стандарту JFSD59. К этим параметрам также относится направление монтирования проводного соединения.

Для представления 3D-модели был выбран язык сценариев VRML (Virtual Reality Modeling Language). Стандарт этого языка широко используется для хранения и передачи 3D-моделей в сети Интернет. Сценарий на языке VRML обрабатывается специальным программным обеспечением, которое встраивается в любой браузер. Основным преимуществом сценариев на языке VRML является наличие на различных платформах нескольких десятков реализаций программного обеспечения для их визуализации. Кроме того, это программное обеспечение использует библиотеку Direct3d или OpenGL с поддержкой аппаратного ускорения трехмерной графики.

Следует отметить, что при наличии 3D-модели системы в корпусе можно с достаточно высокой точностью оценить длины проводных соединений, а также их взаимную индуктивность и емкость. Это позволит провести коррекцию IBIS (*I/O Buffer Information Specification*) модели для проектируемой микросхемы. Такие модели для микросхем позволяют проводить моделирование передачи данных между ними при проектировании печатных плат.

Выводы

Увеличение числа выводов микросхем и развитие технологии проводного монтажа требуют выполнения все более жестких ограничений при корпусировании ИС. Это приводит к необходимости учета все большего числа факторов при планировании контактных выводов кристалла и построении проводного монтажа. Для проверки всего множества правил корпусирования можно использовать 3D-модель, которую предлагается создавать на основе диаграммы проводного монтажа.

В статье предложена методология корпусирования, эффективность которой подтверждена опытом проектирования на этапе корпусирования ИС, а также при разработке и поддержке соответствующих ей компонентов САПР.

Список литературы

1. Chylak B., Tang S., Smith L., Keller F. Overcoming the Key Barriers in 35umPitch Wire Bond Packaging: Probe, Mold, and Substrate Solutions and Trade-offs // International Electronics Manufacturing Technology Symposium, July 17–18, 2002.

2. ANSI/IPC-SM-780 Std—1988. Component Packaging and Interconnecting with Emphasis on Surface Mounting. 1988. P. 115–119.

3. Поляков А. А., Цветков В. Я. Прикладная информатика. М.: Янус-К, 2002.

4. Билибин К. И., Власов А. И., Журавлева Л. В. Конструкторско-технологическое проектирование электронной аппаратуры. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2005.

5. Hess K., Downey S., Hall G., Lee T., Mercado L., Miller J., Ng C. Willson, Wontor D. Reliability of Bond Over Active Pad Structures for 0.13-µm CMOS Technology // Electronic Components and Technology Conference. 2003.

6. **Ирбенек В. С., Келенин К. В.** Алгоритмы решения задачи о назначениях и их применение // Программные продукты и системы. 1999. № 1. С. 20—24. **Н. А. Зайцев,** д-р. техн. наук, проф., ОАО "Элпа"

ФИЗИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПРОЕКТИРОВАНИЯ ПРИБОРОВ НА ОСНОВЕ ГЕТЕРОСТРУКТУР КРЕМНИЙ — СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ ПЛЕНКА

Проведен анализ конструктивно-технологических параметров сегнетоэлектрических приборов на начальном этапе их проектирования. Предложены аналитические зависимости для их оценки.

Обычно свойства исходных сегнетоэлектрических структур определяют перечень приборов, которые целесообразно изготавливать на их основе. Для разработки различных устройств на базе пьезоэлектрической керамики к последней предъявляют технические требования, соответствующие данному классу приборов. Другими словами, из известных марок выбирают тот тип пьезокерамики, который наиболее полно удовлетворяет требованиям того или иного разрабатываемого изделия. Да и выбор марок пьезокерамики очень не богатый.

Так, когда необходимо объяснить высокие характеристики прибора по мощности, например, для вибромоторов, трансформаторов и актюаторов большой мощности, используют пьезокерамику с относительно высоким пьезоэлектрическим модулем (d_{33}) и высоким фактором механической добротности (Q_m), что приводит к снижению потерь.

Для устройств, работающих в резонансе малых мощностей или там, где требуется высокая зарядовая чувствительность, например, датчиков давления, акселерометров, необходима керамика с высокой диэлектрической постоянной (ε) и высоким коэффициентом электромеханической связи (k).

При разработке запоминающих устройств пьезокерамические пленки должны иметь низкое значение коэрцитивного поля (~ $U_{\rm K}$), при этом процесс поляризация/деполяризация должен проходить легче.

Основой электрической ячейки памяти (FRAM) является сегнетоэлектрик, способный сохранять свой электрический дипольный момент в отсутствие внешнего электрического поля. FRAM создается размещением тонкой (~ 0,1 мкм) кристаллической пленки между двумя металлическими электродами. Как показывают многочисленные исследования, например [1], данная память превосходит схемы EEPROM практически по всем показателям более чем на порядок.

В связи с расширением номенклатуры изделий на основе сегнетоэлектрических материалов, а также с предъявлением к ним повышенных технико-эксплутационных характеристик (например, малые управляющие напряжения, высокая чувствительность к внешним воздействиям, однородность и воспроизводимость электрических свойств и т. д.) приводит к необходимости целенаправленного синтеза новых материалов или локальной и/или тотальной модификации свойств технологических слоев. Это должно сопровождаться целенаправленным изменением, например, структуры, фазового состава и стехиометрии сегнетоэлектрических слоев. Для того чтобы это реализовать, необходимо установить адекватную взаимосвязь перечисленных выше параметров с электрофизическими свойствами сегнетоэлектрических структур и электрических параметров приборов на их основе.

Кроме этого, при конструировании приборов с использованием сегнетоэлектрических пленок (на основе доступной и не систематизированной информации) достаточно сложно описать их поведение даже на качественном уровне.

Понимая всю сложность практического решения этой задачи, автор, тем не менее, взял на себя смелость изложить свой взгляд, связанный с поведением доменов (диполей) в тонких сегнетоэлектрических пленках.

Под действием электрического поля происходит поляризация сегнетоэлектрика. В зависимости от полярности приложенного напряжения возникает петля гистерезиса (рис. 1), на которой обозначены состояния ячейки памяти как "0" и "1". По энергетическому значению они разнесены так, что возможно провести их однозначную идентификацию.

На рисунке приняты следующие обозначения: $P_{\rm H}$ — поляризация насыщения, когда диполи поворачиваются вдоль поля; P_r — остаточная поляризация — амплитуда поляризации при U = 0; $U_{\rm K}$ — коэрцитивное напряжение, при котором значение поляризации диэлектрика становится равным нулю. Если после снятия электрического поля диполи не изменили своего направления, то значение остаточной поляризации P_r и значение поляризации насыщения $P_{\rm H}$ будут равны.

В многодоменном кристалле при $U_{\rm K}$ половина диполей ориентирована вдоль поля, а другая — против, при этом суммарная поляризация многодоменного кристалла равна нулю.



- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 -

Очевидно, что с увеличением частоты переключения "0" из "1" (и наоборот) величина гистерезиса, а также логические уровни "0" и "1" для сегнетоэлектрического конденсатора будут изменяться. Для уменьшения времени переключения при данных значениях логических уровней "0" и "1" необходимо, чтобы процесс поляризации и деполяризации диэлектрика проходил с большой скоростью, а для этого надо увеличить подвижность диполей в поляризованной среде диэлектрика. Для того чтобы повернуть диполь, необходимо преодолеть энергетический барьер, состоящий из энергии деформации и электрической энергии диполей, находящихся в среде с электрической проницаемостью є и плотностью р. Коэрцитивная сила F_c, с точки зрения технологии, в большей степени зависит от размера а зерна сегнетоэлектрической пленки. Рост зерна а приводит к уменьшению внутренних напряжений в пленке, в результате чего уменьшается F_c, понижается напряженность электрического поля, переключающего ориентацию диполей.

Как следует из эксперимента [2], этого можно достичь с помощью увеличения температуры спекания $T_{\rm сп}$ порошка сегнетоэлектрической пленки. Увеличение подвижности диполей сопровождается увеличением остаточной поляризации P_r сегнетоэлектрической пленки. На диполь, помещенный во внешнее электрическое поле, действует сила F, определяемая формулой

$$F = P_l \frac{\delta E}{\delta l},\tag{1}$$

где l — длина диполя; P_l — дипольный момент; E — напряженность электрического поля.

Сила F направлена вдоль вектора $\delta E/\delta l$ и стремится переместить диполь в область больших значений E.

Дипольный момент P₁ определяется выражением

$$P_l = \frac{\varepsilon_0(\varepsilon - 1)El}{2\cos\varphi},\tag{2}$$

где φ — угол между осью диполя и напряженностью вектора *E*. Когда диполь ориентирован параллельно полю, то $\cos \varphi = 1$.

Этот процесс происходит в результате поляризации диэлектрика во внешнем электрическом поле. Благодаря этому процессу сегнетоэлектрическая керамика, которая в неполяризованном состоянии изотропная, вследствие хаотичного распределения доменов кристаллов становится полярной пьезоэлектрической текстурой. Процесс поляризации определяется следующими основными параметрами: напряженностью поляризующего поля, температурой и временем выдержки диэлектрика под электрическим полем. Температура поляризации наиболее эффективна при 271...283 К, которая ниже температуры Кюри $T_{\rm K}$.

Для керамики на основе состава цинк — титан — свинец (ЦТС) $T_{\rm K}$ = 523...623 К. Время поляризации определяется экспериментально, в этом случае максимальное число диполей должно быть ориентировано параллельно вектору электрического поля. Поляризующее поле должно превышать коэрцитивную силу и прикладываться к образцу, который находится при температуре ниже точки Кюри и при этом токи утечки через образец должны быть минимальны. Как показали исследования [2], твердые растворы многокомпонентных систем на основе ЦТС обладают достаточно высоким удельным объемным сопротивлением (R_v): при 373 К сопротивление $R_v = 10^8...10^9$ Ом · см и поляризующее поле составляет 3,5...4,5 кВ/мм. Поляризация происходит при 413...433 К в течение 20 мин с последующим охлаждением под электрическим полем до 353...363 К в течение 25...30 мин [2].

Напряженность электрического поля диполя (*E*), на расстоянии *r* определяется уравнением

$$E = \frac{P_l}{2\pi\varepsilon\varepsilon_0 r^3}.$$
(3)

При поляризации структурного комплекса диэлектрика электрическое поле, вызывающее смещение зарядов (поляризацию) в нем, равно

$$E' = E + P_l / (\beta \varepsilon \varepsilon_0), \qquad (4)$$

где β — поляризуемость молекулы (структурного комплекса).

Поляризуемость молекулы можно определить из известного соотношения Клаузиуса— Моссоти

$$\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon - 2} \cdot \frac{\mu}{\rho} = \frac{N_A \beta}{3},\tag{5}$$

где µ, р — молекулярный вес и плотность вещества соответственно; N_A — число Авогадро.

Второй член в уравнении (4) дает вклад за счет электростатического поля соседних структурных комплексов, в данном случае за счет диполя *P*₁.

Энергия диполя с моментом P_{l1} во внешнем электрическом поле другого диполя с моментом P_{l2} определяется формулой

$$W_1 = -\frac{3P_{l1}P_{l2}\cos\varphi}{2\pi\epsilon\epsilon_0 r l_1 l_2},$$
 (6)

где r — расстояние между диполями; l_1 , l_2 — расстояние между зарядами для первого и второго диполей соответственно; ε — диэлектрическая проницаемость диэлектрика, разделяющего диполи.

В этом случае для того, чтобы обеспечить относительно свободное перемещение диполей друг относительно друга, необходимо приложить силу, превышающую силу их взаимодействия.

При поляризации диэлектрика, как было отмечено выше, его нагревают. В этом случае тепловая энергия приводит к разориентации диполей, и это можно записать следующим образом:

$$W_2 = -\frac{2P_{l1}^2 P_{l2}^2 \cos\varphi}{3kTr^6},$$
(7)

где *k* — постоянная Больцмана; *T* — температура.

Чтобы относительно свободный диполь ориентировать по направлению электрического поля в диэлектрике (E'), необходимо приложить усилие (F) для перемещения диполя в полярной среде:



$$F = \frac{d_{33}}{S_{33}} E'S.$$
 (8)

Здесь d_{33} — пьезоэлектрический модуль — наведенная поляризация в направлении 3 (параллельно оси поляризации) на единицу механического давления, приложенного в направлении 3 (рис. 2); *S* площадь; S_{33} — упругая податливость среды для направления, параллельного оси поляризации, определяемая формулой

$$S_{33} = \frac{1}{Y_{33}},\tag{9}$$

где Y_{33} — модуль Юнга.

Диполи, изменяя свое положение в электрическом поле, изменяют и значение пьезомодуля за счет изменения величины *E*cos_φ.

Очевидно, что даже в сильных поляризующих полях могут осуществиться не все доменные повороты. Чем ближе форма элементарной ячейки к кубической, тем меньше затрачивается энергия на механические деформации, возникающие при переориентации доменов. Эти деформации определяются спонтанной деформацией ячейки, т. е. можно ожидать увеличение числа доменных переориентаций при уменьшении ячейки, что должно приводить к более высоким значениям остаточной поляризации (P_r).

Приведенный выше анализ справедлив для диэлектрических материалов, обладающих постоянным фазовым и структурным составом.

Наиболее изученная двухкомпонентная система цирконат—титанат свинца (ЦТС) — $Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O_3$ широко используется в разработке различных сегнето- и пьезоэлектрических приборов. На рис. 3 приведены зависимости остаточной поляризации (P_r), диэлектрической проницаемости $\varepsilon_{33}^{T}/\varepsilon_0$, где индекс "T" означает значение диэлектрической проницаемости при постоянном давлении, а также пьезоэлектрического коэффициента по напряжению (g_{33}) [2] от состава твердых растворов системы ЦТС.

Штриховыми линиями на рис. 3 выделена морфотропная область (МО), расположенная между тетрагональной (Т) и ромбоэдрической (P_3) областями. Видно, что максимум остаточной поляризации $P_r = 48 \cdot 10^2 \text{ Кл/м}^2$ принадлежит составу ЦТС с ромбоэдрической структурой, который при этом не обладает максимальными значениями пьезоэлектрических параметров.





Противоречивые точки зрения высказаны по поводу свойств тетрагональной и ромбоэдрической фаз в МО. Так, в одних работах [3] делается вывод об изменении структурных параметров сосуществующих фаз в этой области, а в других [4] утверждается их неизменность. Однако существует и другая, отличная от первых двух, точка зрения [5], согласно которой МО имеет сложную структуру, различную для центральной и периферийной ее частей. Объяснение, а тем более количественное описание всей совокупности электромеханических параметров ЦТС в МО представляет собой сложную и до сих пор нерешенную задачу [2].

Поэтому для того, чтобы определить пьезокоэффициенты и электрофизические свойства этой области, нужны прямые эксперименты.





Для качественной оценки электрических параметров приборов, изготовленных на основе ЦТС, состав которых смещен в правую или левую сторону от МО, возможно использование аналитических зависимостей (1)—(9), определенных в данной работе. На основании уравнения (3) построена зависимость изменения напряженности поля диполя от расстояния (рис. 4).

Как видно на рис. 4, влияние электрического поля диполя на соседний точечный заряд сводится к минимуму на расстоянии $r \ge 20$ Å, причем это влияние ослабевает с увеличением диэлектрической постоянной среды, в которой находятся диполи.

Таким образом, на расстоянии ~ 40Å два диполя практически не "видят" друг друга, и в этом случае на взаимную ориентацию влияют в первую очередь упругие свойства окружающей среды.

Увеличение модуля Юнга среды сопровождается снижением ее упругой податливости [уравнения (8), (9)], что делает предпочтительным эти диэлектрики

для изготовления на их основе преобразователей большой мощности.

Таким образом, проведенный в данной работе анализ, позволяет адекватно оценивать поведение приборов на основе сегнетоэлектрических пленок.

Список литературы

1. Атлас Electronic Group. Микросхемы энергонезависимой памяти: накануне революции. Ростов-на-Дону: Изд. РГТУ. 2004.

2. Данцигер А. Я., Разумовская О. Н., Родниченко Л. А. и др. Многокомпактные системы сегнетоэлектрических сложных оксидов: физика, кристаллохимия, технология. Аспекты дизайна пьезоэлектрических материалов. Т. 1. Ростов-на-Дону: Книга, 2001. 408 с.

3. **Фрейманис В. А.** Физические свойства сегнетоэлектрических материалов / Под общей ред. В. Я. Фрицберга. Рига: Латвийский гос. ун-т. им. П. Стучки, 1981. 64 с.

4. Hanh L., Uchino K., Nomura S. Stress and orientation effects in ferroelectric thin films, Japan // J. Appl. Phys. 1978. V. 17. N 4. P. 637.

5. Турик А. В., Куприянов М. Ф., Сидоренко Е. Н., Зайцев С. М. О пьезокерамике и перспективах ее применения // ЖТФ. 1980. Т. 50. № 10. С. 2146.

УДК 538.9

С. Ш. Рехвиашвили, канд. физ.-мат. наук, Кабардино-Балкарский государственный университет, г. Нальчик

КВАНТОВЫЙ ЭФФЕКТ ХОЛЛА: ИНТЕРПРЕТАЦИЯ И НОВОЕ ПРИМЕНЕНИЕ

Дана простая и общая интерпретация целочисленного и дробного квантового эффекта Холла. Предложено использовать эффект для создания генератора высокочастотных электрических колебаний.

В большинстве случаев в качестве физической основы функционирования наносистем используются принципы квантовой теории. При этом особое внимание уделяется эффектам, возникающим в квантующем магнитном поле. Среди таких эффектов центральное место занимает квантовый эффект Холла (КЭХ), который до сих пор не прекращает привлекать к себе внимание как теоретиков, так и экспериментаторов. Как известно, в основе этого метода лежит квантование радиусов электронных орбит в магнитном поле — каждой орбите отвечает определенная энергия (уровень Ландау). Несмотря на большие успехи в исследованиях, которые продолжаются более двадцати лет, ряд вопросов все же остается нерешенным. Прежде всего, это относится к дробному КЭХ, окончательная теория которого отсутствует. Считается, что интерпретация наблюдаемых при экспериментах дробных значений кванта электропроводности $q^2/(2\pi\hbar)$, где q и \hbar — заряд электрона и постоянная Планка, должна базироваться на учете взаимодействия электронов. К настоящему времени наибольшее распространение получили теория Лафлина [1], основанная на анализе многоэлектронной волновой функции, и теория композитных фермионов Джейна, основанная на предположении об образовании из электронов и квантов потока новых не взаимодействующих квазичастиц [2]. Недавно в работе [3] С. В. Иорданским была предложена топологическая концепция, в рамках которой рассматривается вихревая текстура электронных возбуждений. Автором воспроизведен результат теории Джейна, но без привлечения спорных представлений о свойствах электрона.

В данной статье показано, что дробный КЭХ можно достаточно тривиально объяснить исходя из обычной теории Ландау [4] для свободных электронов в квантующем магнитном поле. Объяснение опирается на понятие эффективного *g*-фактора, который зависит от конкретной зонной структуры полупроводника.

Прежде чем перейти к сути вопроса, мы проанализируем вывод формулы для холловского сопротивления, предложенный фон Клитцингом [5] и ставший уже классическим. Исходным здесь является уравнение Шредингера для электрона в магнитном поле. При рассмотрении также вводится двумерная плотность электронных состояний, через которую и находится формула для холловского сопротивления. Этот вывод, однако, представляется непоследовательным. Дело в том, что сама по себе плотность электронных состояний, взятая из задачи о квантовании фазового пространства, не связана напрямую с уравнением Шредингера и его решением (в [5] формулу (9) можно было записать сразу без (4)-(6)). В результате полученное выражение для холловского сопротивления не содержит квантовых чисел *n* и *s*, т. е., по сути, не отражает особенностей,

обусловленных наличием уровней Ландау. В [6] допущена аналогичная неточность: вместо множителя i в знаменателе холловского сопротивления должен стоять множитель 2i - 1 (в обозначениях [6]).

Вышеуказанную ситуацию легко поправить. В двумерном случае число электронов dN, отнесенное к интервалу поперечных энергий $d\varepsilon_{1}$, равно

$$\frac{dN}{d\varepsilon_{\perp}} = \frac{m\Omega}{\pi\hbar^2},\tag{1}$$

где ε_{\perp} — поперечная энергия; *m* — масса электрона; Ω — площадь образца в направлении, перпендикулярном внешнему магнитному полю. При нулевой температуре по причине вырождения все энергетические уровни, лежащие ниже некоторого заданного уровня E_{\perp} , будут заполнены. Если проинтегрировать (1) по энергии от 0 до E_{\perp} и учесть при этом выражение для собственных значений энергии электрона в квантующем магнитном поле *B*

$$E_{\perp} = \frac{qB\hbar}{m}(n + sg + 1/2), \qquad (2)$$

найденное из решения одноэлектронного уравнения Шредингера, то нетрудно получить

$$N = \frac{qB\Omega}{\pi\hbar} (n + sg + 1/2), \qquad (3)$$

где *g* — фактор, учитывающий расщепление энергетических уровней вследствие спин-орбитального взаимодействия. С учетом формулы (3) окончательно вычисляется холловское сопротивление

$$R_H = \frac{B\Omega}{qN} = \frac{q\pi\hbar}{iq^2}, \ i = 2(n+sg) + 1.$$
(4)

Перейдем теперь к интерпретации дробного КЭХ. Из формулы (4) следует условие, при котором должен возникать дробный КЭХ: g < -n/s. Взаимодействие результирующего магнитного момента электрона с внешним магнитным полем сопровождается зеемановским расшеплением. В адиабатическом пределе полагается, что электронный транспорт осуществляется в поле потенциала, создаваемого неподвижными ионами кристаллической решетки. В приближении эффективной массы это приводит к появлению в выражении (4) эффективного д-фактора, который уже не обязан быть целочисленным и положительным. Используя результаты вычислений зонной структуры по теории возмущений (см. [7, с. 72-74, 476-477]), для эффективного g-фактора находим

$$g \approx 2 \Big(1 - \frac{1}{3} \frac{\Delta_0}{E_0 + \Delta_0} \Big(\frac{m}{m^*} - 1 \Big) \Big),$$
 (5)

где m^* — эффективная масса электрона; E_0 — ширина запрещенной зоны; Δ_0 — спин-орбитальное расщепление. Формулы (4) и (5) позволяют заключить, что дробный КЭХ является следствием движения "легких" электронов, для которых $m^* < m$. По всей видимости, за дробные значения кванта холловского сопротивления ответственна специфическая структура энергетических зон в тонком слое полупроводника. В некотором смысле аналогией этому

служит эффект Ганна, который проявляется в многодолинных полупроводниках, помещенных в сильное электрическое поле. В сильном магнитном поле часть электронов переходит на верхние уровни, где их подвижность становится существенно выше. При сужении области движения электронов в направлении, перпендикулярном внешнему магнитному полю, вероятность рассеяния уменьшпется примерно в λ/w раз, где λ — длина волны электрона, w — толщина области. Поэтому для подвижности квазидвумерного электронного газа можно написать

$$\mu_{2D} = \frac{\mu_{3D}\lambda}{w} = \frac{2\pi\hbar\mu_{3D}}{w\sqrt{2m^{*}E_{\perp}}},$$
(6)

где µ_{3D} — подвижность электронов в объеме полупроводника. Из (6) следует, что с уменьшением эффективной массы и g-фактора подвижность электронов возрастает. С физической точки зрения наиболее естественно считать, что механизм образования плато для целочисленного и дробного КЭХ должен быть единым. Соответствующий механизм подробно рассматривается в [8] и при наличии эффективного *g*-фактора, очевидно, остается в силе. Что же касается электронных взаимодействий, то нет достаточно оснований думать, что они отсутствуют в случае целочисленного эффекта и появляются в случае дробного эффекта. В качестве косвенного подтверждения высказанным идеям выступает тот факт, что дробные значения кванта холловского сопротивления не являются универсальными в том смысле, что в различных экспериментальных ситуациях фиксируются при различных значениях напряженности магнитного поля.

Электроны на уровнях Ландау кроме холловского сопротивления будут обусловливать индуктивность и емкость, которые находятся из элементарных соображений:

$$L = \frac{\pi}{E_{\perp}} \left(\frac{\hbar}{q}\right)^2; \ C = \frac{E_{\perp}}{\pi} \left(\frac{m}{\hbar B}\right)^2. \tag{7}$$

Это говорит о перспективе создания высокочастотного генератора с уникальными свойствами на КЭХ. Наилучшая его конструкция может быть достигнута при использовании структуры полевого транзистора на гетеропереходе с одним затвором, двумя истоками и двумя стоками, размещенными крестообразно. Затвор структуры ориентируется перпендикулярно внешнему магнитному полю. Частота резонанса такого генератора не зависит от числа уровней Ландау и равна циклотронной частоте:

$$\omega_0 = 1/\sqrt{LC} = qB/m.$$

В качестве примера при n = s = 0 и B = 1 Тл находим следующие характеристики: $L = 1,5 \cdot 10^{-7}$ Гн, $C = 2,2 \cdot 10^{-16} \Phi$ и $\omega_0 = 1,8 \cdot 10^{11}$ с⁻¹.

Отметим, что на фоне столь малых значений индуктивности и емкости отрицательную роль будут играть контакты, представляющие собой диоды Шоттки и обладающие паразитной емкостью. Обнадеживающим является то, что влияние контактов можно существенно снизить технологическим путем за счет подбора режимов легирования истока и стока.

В заключение отметим, что более подробная теория КЭХ должна включать расчеты зонной структуры вблизи границы гетероперехода и оценку эффективной массы электрона.

Список литературы

1. Laughlin R. B. Anomalous Quantum Hall Effect: An Incompressible Quantum Fluid with Fractionally Charged Excitations // Phys. Rev. Lett. 1983. V. 50. P. 1395.

УДК 620.1.08-53.08

В. А. Акопьян, канд. техн. наук, Е. В. Рожков, Южный федеральный университет, А. Н. Соловьев, д-р физ.-мат. наук, С. Н. Шевцов, д-р техн. наук, Донской государственный университет, г. Ростов-на-Дону

МЕТОДИКА И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ДЕМПФИРОВАНИЯ КОЛЕБАНИЙ ЭЛЕМЕНТОВ КОНСТРУКЦИЙ С ПОМОШЬЮ ПЬЕЗОАКТЮАТОРОВ

Представлены описание конструкции, выполняемые функции измерительного комплекса для моделирования процессов активного демпфирования колебаний конструкций, методика демпфирования смарт-пластин с помощью пьезоактюаторов. Приведен пример моделирования процесса демпфирования полимеркомпозитной пластины. Измерительный комплекс и методика найдут применение при разработке малошумных интеллектуальных конструкций, а также для идентификации механических свойств полимеркомпозитных материалов, используемых в этих конструкциях.

В проблеме подавления вибраций и шума летательных аппаратов (ЛА) и космической техники можно выделить два аспекта. Первый связан со штатной работой соответствующей техники и предполагает общие конструктивные механические проблемы пьезоэлектрических актюаторов и области их применения, второй связан с предотвращением нежелательных режимов колебаний отдельных ее элементов и одним из путей решения проблемы в этом случае является построение активной интеллектуальной системы демпфирования этих движений. При этом в качестве силовых элементов могут быть использованы пьезоактюаторы, а в качестве системы управления — нейронные сети. В настоящее время

2. Jain J. K. Composite-fermion approach for the fractional quantum Hall effect // Phys. Rev. Lett. 1989. V. 63. P. 199.

3. Иорданский С. В. Дробный квантовый эффект Холла, правило Джейна и топологические структуры // Письма в ЖЭТФ. 2003. Т. 77. С. 292.

4. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Квантовая механика. Нерелятивистская теория. М.: Наука, 1989. 766 с.

5. Фон Клитцинг К. Квантовый эффект Холла // УФН. 1986. Т. 150. С. 107.
6. Штермер Х. Дробный квантовый эффект Холла //

УФН. 2000. Т. 170. С. 304.

7. Ю. П., Кардона М. Основы физики полупроводников. М.: Физматлит., 2002. 560 с.

8. Гантмахер В. Ф. Электроны в неупорядоченных средах. М.: Физматлит., 2003. 232 с.

этой проблеме посвящено много работ, некоторый обзор которых можно найти в работе [1]. В частности, решением отдельных ее аспектов занимается специально созданный в рамках NASA Центр LaRC, а также Мерилендский университет США, финансируемый фирмами Boeing и MIT в рамках программ SMART и SAMPSON. Результаты этих работ приведены в [1-3].

В настоящей работе описаны измерительный комплекс и методика для моделирования процессов активного демпфирования колебаний пластин с имплантированными в них пьезоактюаторами и определения параметров, обеспечивающих эффективное подавление этих колебаний. Кроме того, возможно использование этого комплекса для решения обратных задач по идентификации свойств полимеркомпозитов, в частности, для определения модуля упругости и добротности на возбуждаемых модах колебаний.

Конструкция комплекса

Структурная схема и общий вид измерительного комплекса приведены на рис. 1. Комплекс состоит из основания 15, на котором установлена опора-держатель образца 1, обеспечивающая жесткую заделку одного его конца. На основании 15 установлены направляющие 5, а на них — рамка для крепления датчика оптического измерителя перемещений (ОИП) 6. Благодаря такой конструкции датчик может легко перемещаться вдоль образца без изменения базового расстояния между плоскостью образца и линзой датчика, положение датчика при этом фиксируется измерительной линейкой. Испытуемый образец пьезоактюатора (ПЭА) 4 с наклеенными на нем пьезоэлементами 2 через прослойки клея 3 представляет собой композитную или металлическую пластину, закрепленную в опоре-держателе 1. На подложке образца пьезоактюатора закреплены в двух точках (на конце и в середине образца) тонкие ферромагнитные пластины для возбуждения вынужденных колебаний с помощью электромагнитного возбудителя 13, который может устанавливаться под этими пластинами. Возможен вариант установки большего числа пластин.


Рис. 1. Структурная схема измерительного комплекса и общий его вид (без электронных блоков)

Кроме того, в комплекс включены согласующее устройство ОИП 7, коммутатор фазы колебаний 8, генератор 9, усилитель мощности 10, источник постоянного тока 11, цифровой осциллограф Wave Surfer LeCrow 12.

На основании 15 установлен электромагнитный возбудитель вынужденных колебаний (ЭДВ) 13, запитанный током от источника питания 11 и переменным напряжением от генератора 9. В схему комплекса также включен частотомер 14, с помощью которого регистрируется частота колебаний ПЭА.

Конструктивно в комплекс встроен блок калибровки 16 измерителя ОИП.

Функционирование комплекса

Измерительный комплекс (см. рис. 1) работает следующим образом. В испытуемом образце пьезоактюатора 4 с помощью электромагнитного возбудителя 13, источника питания 11, генератора 9 и биморфного пьезоэлемента 2, согласующего устройства ОИП 7, усилителя 10 и коммутатора 8 возбуждаются механические колебания, частота которых регистрируется частотомером 14. а форма колебаний отображается на мониторе цифрового осциллографа 12. Коэффициент усиления усилителя 10 может плавно изменяться в пределах 1...50. Коммутатор 8 позволяет менять фазу электрического напряжения, подаваемого на пьезолементы 2. В режиме колебаний с помощью датчика ОИП 6 измеряются поперечные смещения подложки (например, испытуемой композитной пластины), которые также регистрируются и обрабатываются измерителем ОИП, осциллографом и соединенным с ним кабелем компьютером. Измерения поперечных смещений пластины проводятся в нескольких узловых точках и пучностях ее изгибных колебаний. Положение датчика ОИП в горизонтальном направлении параллельно плоскости пластинчатой подложки испытуемого образца регистрируется по градуированной измерительной линейке, закрепленной на основании 15. В комплексе также предусмотрена возможность встраивания в него блока контроля формы колебаний испытуемой пластины. В этом блоке осуществляется поверка воспроизведения чисто изгибных или крутильных колебаний по траектории колебаний точки, нанесенной на торце пластины.

Оптический измеритель перемещений ОИП работает по схеме датчика отражательно-пропускательного типа [4]. Принцип действия основан на зависимости интенсивности отраженного излучения от расстояния между торцом излучающего светодиода и отражающей поверхностью.

В описанном выше комплексе отражающей поверхностью является поверхность испытуемого образца, коэффициент отражения которого оказался достаточным для получения на выходе из измерителя ОИП электрического сигнала с достаточно большой амплитудой.

Блок тарировки оптического датчика схематично изображен на рис. 2 и состоит из кронштейна 11, предназначенного для установки микрометрической головки 12, направляющей 10 для обеспечения параллельности оси поступательного перемещения штока микрометрической головки к оптической оси головки ОИП. К штоку микрометрической головки 12 жестко прикреплен поводок 9, обеспечивающий пошаговый изгиб испытуемого образца пластины 8. Кронштейн 11 и держатель 3 жестко скреплены друг с другом, благодаря чему обеспечиваются минимальные погрешности в процессе тарировки оптического датчика, которые не намного превышают погреш-



Рис. 2. Блок тарировки оптического датчика:

1— головка оптического датчика (ОИП); 2— кронштейн крепления направляющей верхний; 3— держатель датчика; 4— ползунок; 5— направляющие датчика ОИП; 6— кронштейн крепления направляющей нижний; 7— основание; 8— испытуемый образец; 9— поводок; 10— направляющий цилиндр; 11— кронштейн микрометрической головки; 12— микрометрическая головка (передняя стенка устройства условно не показана)

ность микрометрической головки, равную 10 мкм. Электрический разъем датчика ОИП соединен кабелем через согласующее устройство ОИП со входом цифрового вольтметра В7-38.

Методика тарировки заключается в следующем. Датчик устанавливается в первой позиции на расстоянии $l_1 = 3$ мм от свободного торца испытуемой пластины и жестко закрепляется в кронштейне таким образом, чтобы расстояние от рабочей поверхности линзы датчика до поверхности пластины (в свободном состоянии) было равно $1,8 \pm 0,1$ мм. Это начальное (недеформированное) положение пластины 8.

Далее последовательно с помощью микрометрического винта 12 и поводка 9 пластину 8 изгибают вверх с шагом 0,2 мм (фиксируется по лимбу винта 12). На каждой ступеньке изгиба пластины регистрируют значение выходного сигнала ОИП по вольтметру В7-38. Эту операцию повторяют до момента касания пластины с линзой датчика 1.

На следующем этапе в обратной последовательности изгибают пластину 8 вниз от нейтрального (ненагруженного) положения в диапазоне 0...-2,6 мм и регистрируют текущее значение выходного сигнала ОИП.

Измерения этого сигнала (напряжения на выходе оптического датчика ОИП) и соответствующего значения вертикального смещения (по оси x на рис. 3) пластины были проведены трижды, а затем рассчитаны их средние арифметические значения.

На следующих этапах датчик перемещали на вторую и третью позиции, расположенные на расстоянии $l_2 = 60$ мм и $l_3 = 118$ мм соответственно от свободного торца пластины, и закрепляли его жестко в этих положениях.

Далее повторяли операции по регистрации парных значений смещений пластины и выходного сигнала в том же порядке, как и ранее. По средним арифметическим значениям зарегистрированных величин были построены тарировочные зависимости ОИП для трех позиций датчика (см. рис. 3). Несовпадение кривых 1, 2, 3 связано с геометрией образца и влиянием остаточного заряда на пьезоактюаторах, которые изгибают образец (см. рис. 1) (учи-





тывается при расчете систематической ошибки измерения).

Из анализа тарировочных зависимостей следует, что: 1) выходная характеристика ОИП имеет нелинейный характер, неодинаковый в положительном и отрицательном диапазонах (по оси x); 2) диапазон измерения смещений в пределах 0...1,0 мм является наиболее оптимальным, так как в нем наблюдается наибольшая чувствительность ОИП (2 В/мм) и нелинейность его характеристики, не превышающая 3 %. Однако измерения динамических смещений с помощью ОИП допустимы в диапазоне от -2,2 до +1,2 мм (размах колебаний 3,4 мм), но при этом необходимо учитывать уменьшение чувствительности до 0,6 В/мм.

Методика активного демпфирования колебаний

Методика моделирования процессов демпфирования колебаний пластинчатых и стержневых образцов заключается в следующем. В измерительное устройство комплекса (рис. 1) устанавливается испытуемый образец. Процедура установки образца и последовательность проведения измерений описана выше.

Переход от режима возбуждения колебаний на режим демпфирования осуществляется в измерительном комплексе в соответствии с электрической схемой коммутации 8, изображенной на рис. 1, и переключателя SA1.

Далее с помощью ЭДВ (см. рис. 1, поз. 13) в образце возбуждают вынужденные колебания с параметрами, заданными в программе исследования, регистрируют амплитудно-частотные характеристики этих колебаний. На следующем этапе подают питание на пьезоэлементы 2 (см. рис. 1), которые генерируют в образце колебания в противофазе, ослабляющие амплитуды исходных вынужденных колебаний. Процесс демпфирования регистрируется в виде сопряженных осциллограмм на дисплее цифрового осциллографа 12.

В качестве примера приведем методику и результаты моделирования процесса демпфирования пластины (подложки) из многослойного стеклопластика, пропитанного эпоксидной смолой, причем стекловолокна расположены перекрестным образом под углом 60° к продольной оси пластины, раз-

> - мером $252 \times 10,5 \times 0,895$ мм (плотность пластины $\rho = 1,74$ г/см³). На одном из концов пластины (у защемления) с двух ее сторон наклеены электропроводным клеем КТП-1 пьезопластины из пьезокерамики ЦТС-19 размером $10 \times 10 \times 0,4$ мм с нанесенными на их поверхностях электродами. Пьезопластины наклеены таким образом, что образуют встречно-поляризованный биморф [5].

Моделирование процесса демпфирования колебаний было проведено в два этапа: демпфирование затухающих (после выключения возбудителя ЭДВ) и вынужденных (при включенном ЭДВ) колебаний испытуемой пьезоактюаторной пластины при различных

коэффициентах усиления усилителя обратной связи. Последовательность операций в этом примере заключалась в том, что после включения переключателя SA1 (см. рис. 1) через 1 с включается коммутатор δ в соответствующее положение, в результате чего вынужденные колебания, возбужденные ЭДВ, продолжаются весь период эксперимента (в соответствии с программой — 10 с) и одновременно с этим на них накладываются в противофазе колебания, генерируемые биморфом.

Результаты натурных экспериментов

Результаты выполненных с помощью измерительного комплекса исследований процесса активного демпфирования вынужденных колебаний пьезокомпозитной пластины (ее характеристики приведены выше) можно проиллюстрировать сопряженными осциллограммами, описывающими амплитуды колебаний, выраженные электрическим напряжением на выходах оптического датчика и пьезоактюатора. Две из этих осциллограмм для коэффициентов усиления усилителя напряжения обратной связи, равных $k_{эф} = 22$ и 37, поданного на электроды пьезопластин, приведены на рис. 4, 5. Внешняя (по от-



Рис. 4. Сопряженные осциллограммы сигналов оптического датчика и пьезоактюа тора (1-я мода вынужденных колебаний пластины, $k_{9\Phi} = 22$)



Рис. 5. Сопряженные осциллограммы сигналов оптического датчика и пьезоактюатора (1-я мода вынужденных колебаний пластины, $k_{3\Phi} = 37$)

ношению к оси координат) осциллограмма отображает напряжение на пьезоактюаторе, внутренняя напряжение, снятое с ОИП.

По программе исследований были получены (в статье не приведены) осциллограммы также для ряда других коэффициентов усиления усилителя 10 [6]. На приведенных осциллограммах хорошо виден процесс гашения вынужденных колебаний (на первой моде частотой f = 9 Гц) с помощью пьезоактюатора.

На приведенных сопряженных осциллограммах колебаний (рис. 4, 5) масштаб по оси ординат для амплитуд ПЭА и ОИП различен и составляет 10 В/дел и 1 В/дел соответственно. Масштаб по оси абсцисс одинаков для обоих сигналов и равен 1 с/дел. На этих осциллограммах показан процесс активного демпфирования вынужденных колебаний (возбужденных ЭДВ) испытуемого образца. На рис. 5 хорошо видно, что через 2 с действия электрического напряжения на пьезоактюаторе (амплитуда напряжения, подаваемого при t = 0 на него, равна 80 В) амплитуда поперечных колебаний испытуемого образца, регистрируемая оптическим измерителем перемещения ОИП (размах перемещений = 3,4 мм), начинает уменьшаться и через 1,5 с после этого ста-

новится постоянной — режим установившихся демпфированных колебаний (размах перемещений равен 0,3 мм). Таким образом, амплитуда вынужденных колебаний уменьшилась в 11 раз. Снижение амплитуды сигнала на электродах ПЭА связано с влиянием уменьшающейся амплитуды колебаний образца в соответствии с функционированием электрической схемы комплекса. Переходный процесс демпфирования протекает в рассматриваемом случае ($k_{эф} = 37$) в течение 1,5 с, как это видно на осциллограмме.

Как известно [7], одним из параметров, характеризующих степень демпфирования колебаний простых систем, является логарифмический декремент затухающих колебаний, который в нашем примере можно рассчитать после простой обработки осциллограмм по формуле

$$\delta = (1/n) \ln(A_{\rm OM\Pi}^0 / A_{\rm OM\Pi}^n),$$

где $A_{OM\Pi}^0$, $A_{OM\Pi}^n$ — амплитуды выходных сигналов оптического датчика при t = 0 с и t = 5 с соответственно, n — число колебаний в интервале от 0 до 5 с.

По рассчитанным значениям δ были построены временные зависимости $\delta(t)$ для 0...5 с, при усилении усилителя обратной связи $k_{3\phi} = 22$; 33; 37 (рис. 6) и зависимость логарифмического декремента затухания δ от коэффициента усиления $k_{3\phi}$ (рис. 7). Аналогичные зависимости для временного интервала 0...10 с показали [8], что в диапазоне 5...10 с значение декремента затухания меняется очень мало. Это означает,

НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007



Рис. 6. Временная зависимость логарифмического декремента затухания к пластины ПЭА





что длительность процесса эффективного гашения колебаний при исследованных параметрах возбуждения и демпфирования составляет 5 с при коэффициентах обратной связи $k_{90} \ge 33$.

Анализ временных зависимостей декремента затухания вынужденных колебаний ПЭА показал следующее. Из графика зависимости $\delta(t)$ (см. рис. 6) видно, что процесс активного демпфирования колебаний состоит из двух этапов: на первом этапе (в интервале 0...3,5 с) наблюдаются неустановившиеся колебания, при которых скорость процесса демпфирования не связана напрямую с коэффициентом усиления напряжения на биморфе (переходной процесс), на втором этапе (3,5...5 с) эта скорость растет с увеличением коэффициента усиления.

Такого рода закономерность имеет место только для 1-й моды колебаний (в рассматриваемом примере $f_1 \approx 9$ Гц). Был также установлен квазилинейный характер зависимости декремента затухания 1-й моды колебаний от эффективного коэффициента усиления $\delta(k_{эф})$ (рис. 7), который наблюдается при $k_{э\phi} > 12$. На 2-й моде колебаний испытанного образца ПЭА скорость демпфирования (декремент затухания) мало зависит от коэффициента усиления.

Обработка экспериментальных данных позволяет получить значения вертикальных смещений u_z по всей длине пластины. В этом случае процедура демпфирования ее поперечных колебаний осущест-

вляется на основе минимизации некоторого целевого функционала, например, следующего вида:

$$F(u_z) = \int_0^L u_z^2(x)g(x)dx,$$

где L — длина пластины; g(x) — некоторая весовая функция.

Очевидно, что при $g(x) = \delta(x - x_*)$ получаем демпфирование с помощью обратной связи с одним датчиком ОИП, установленным в точке x_* . Теоретический анализ процесса активного демпфирования с помощью функционала $F(u_z)$ будет проведен на следующих этапах работы.

Основные выводы

Анализ временной зависимости логарифмического декремента затухания, а также зависимости его от коэффициента обратной связи, полученные при моделировании колебаний композитной пластины с актюатором при использовании описанных в работе комплекса и методики, позволил установить ряд новых результатов. В частности, установлено, что скорость процесса активного демпфирования колебаний растет почти по линейному закону пропорционально увеличению коэффициента усиления от $k_{эф} = 22$ вплоть до $k_{эф} = 33$, и далее при $k_{э\phi} > 37$, рост уменьшается. Характер этой зависимости имеет место для 1-й моды

рактер этой зависимости имеет место для 1-й моды колебаний и меняется при переходе на 2-ю моду колебаний.

Это означает, что процесс активного демпфирования колебаний полимеркомпозитных пластин состоит из двух, отличающихся по характеру, этапов: неустановившихся и установившихся колебаний. В режиме установившихся колебаний скорость демпфирования увеличивается с ростом коэффициента усиления, причем эта зависимость имеет квазилинейный характер для коэффициентов усиления $k_{\rm эф} > 22$. Таким образом, описанные в работе измеритель-

⁴Таким образом, описанные в работе измерительный комплекс и методика позволяют использовать их для анализа и расчета характеристик активного демпфирования колебаний структур, состоящих из пластин, стержней, элементов ферменных конструкций, и следовательно, могут найти применение для разработки интеллектуальных конструкций с минимальным уровнем вибраций и шума, таких например, как лопасти несущего винта вертолетов, воздухозаборники управляемой геометрии двигателей сверхзвуковых самолетов и устройств с управляемым вектором тяги. Кроме того, измерительный комплекс можно использовать также для идентификации механических свойств полимеркомпозитных материалов, применяемых для интеллектуальных устройств адаптивного управления.

- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 -

Авторы выражают благодарность д-ру техн. наук А. Е. Паничу за большую помощь в подготовке образцов пьезоэлементов для испытаний и консультации по их использованию.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты 05-01-00690, 06-08-01259, 07-01-00012-а, 06-01-08041-офи).

Список литературы

1. Акопьян В. А., Панич А. Е., Соловьев А. Н. и др. Некоторые физико-механические проблемы пьезоэлектрических актюаторов и области их применения // Нано- и микросистемная техника. 2006. № 10. С. 35—40.

2. Zoubeida Ounaies (ICASE), Joycelyn S., Harrison, Rich. J. Silcox (NASA LaRC). Piezoelectric Materials for Sensor and Actuator Applications at NASA LaRC // ICASE RQ, v. 8, N 2. – 1999. P. 1.

3. Asmarter transition for smart technologies // Aerospace of America. 2006. June. P. 18–21.

4. Виглеб Г. Датчики. Устройство и применение: Пер. с нем. М.: Мир, 1989. 416 с.

5. Джагупов Р. Г., Ерофеев А. А. Пьезокерамические элементы в приборостроении и автоматике. Л.: Машиностроение, 1998. 256 с.

6. Акопьян В. А., Рожков Е. В., Соловьев А. Н. и др. Экспериментальное и компьютерное моделирование интелектуальных полимеркомпозитных конструкций с нейросетевым управлением // Тр. Х Междунар. конф. "Современные проблемы механики сплошной среды", г. Ростов-на-Дону: Изд. ООО ЦВВР, 2006. Т. 2. С. 20–25.

7. Бидерман В. Л. Прикладная теория механических колебаний. М.: Высшая школа, 1979. 416 с.

8. Шевцов С. Н., Соловьев А. Н., Акопьян В. А. и др. Несущие полимеркомпозитные конструкции в авиастроении. Идентификация механических свойств и разработка интеллектуальных систем управления // Труды ЮНЦ РАН. Ростов-на-Дону: Изд. ЮНЦ РАН. 2007. Т. 2. С. 149—179.

УДК 621.382.3; 621.391

А. А. Черторийский, канд. техн. наук, **В. А. Сергеев,** д-р техн. наук, Ульяновский филиал Института радиотехники и электроники РАН

КОНТРОЛЬ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЕЙ И ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МОШНЫХ ТРАНЗИСТОРОВ ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Представлены результаты исследования распределения температурных полей по поверхности структуры мощных транзисторов дилатометрическим методом с помощью волоконно-оптического интерферометра. Фабри—Перо низкого контраста. Показана возможность применения этого интерферометра для оперативного контроля теплофизических параметров мощных транзисторов при использовании гармонической модуляции греющей мощности.

введение

При разогреве полупроводниковых изделий рассеиваемой мощностью в них возникают термомеханические напряжения и деформации, вызванные термическим расширением материалов конструкции и неоднородностью распределения температуры в структуре и конструкции изделий. Связь деформаций и изменения геометрии твердых тел при разогреве с распределением температуры в структуре лежит в основе дилатометрического метода [1, 2] бесконтактного измерения температуры. Для тел простой формы (например, для прямоугольных полупроводниковых чипов) при однородном разогреве изменение размера тела ΔL пропорционально начальному размеру L_0 и значению ΔT изменения температуры тела [2]:

$$\Delta L = L_0 \alpha \Delta T, \tag{1}$$

где α — температурный коэффициент линейного расширения материала тела. Дилатометрический метод дает возможность оперативного бесконтактного определения теплофизических параметров контролируемых приборов по значениям термодеформаций.

При измерении микродеформации полупроводниковых изделий в условиях их функционирования предпочтение отдается оптическим методам, устойчивым к действию электрических и магнитных полей. Наиболее информативными и, как правило, более быстродействующими являются многоканальные средства измерения термодеформаций на основе оптических интерферометров с регистрацией интерференционной картины с помощью телевизионных трубок, приборов с зарядовой связью, фотодиодных матриц и т. п. [3]. Эти устройства позволяют измерять термодеформации одновременно в нескольких точках структуры. Однако это сложные приборы, применение которых требует специальной подготовки образцов.

Одноканальные устройства более просты и позволяют получать информацию о пространственном распределении деформаций исследуемого объекта по результатам последовательных измерений в нескольких точках поверхности. К одноканальным методам измерения относятся лазерная [4, 5] и волоконная [6, 7] интерферометрия. В лазерных интерферометрах значение перемещения поверхности определяется по разности фаз световой волны опорного лазерного луча и луча, отразившегося от заданной точки поверхности объекта. Современные лазерные интерферометры обеспечивают измерения перемещений в диапазоне 0,1... 10³ нм с погрешностью не более 1,5 %. Но чаще всего это сложное, дорогостоящее оборудование, предназначенное для эксплуатации в лабораторных условиях. Высокие

требования предъявляются и к точности ориентации поверхности исследуемых объектов.

В волоконно-оптических интерферометрах (ВОИ) излучение подводится к поверхности исследуемого объекта через оптическое волокно, при этом входная апертура оптоволокна выполняет функцию пространственной фильтрации излучения, отразившегося от контролируемой поверхности. Применение оптоволокна обеспечивает ВОИ ряд преимуществ по сравнению с лазерными: защищенность оптического канала; повышенная виброустойчивость; возможность миниатюризации датчика; возможность монтажа датчика на технологическое оборудование; возможность измерения деформаций в труднодоступных местах объекта.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Для измерения термодеформаций мощных транзисторов и определения их теплофизических параметров использовалась установка на основе волоконно-оптического интерферометра Фабри—Перо (ВОИ ФП) низкого контраста [6]. Ее структурная схема приведена на рис. 1.

Интерферометр Фабри—Перо образован выходным торцом одномодового волокна (В) и отражающей поверхностью исследуемого элемента (VT), размещенного на трехкоординатном столике (ПЗ), что позволяет устанавливать значение рабочего промежутка интерферометра *h* и выбирать исследуемую точку на поверхности объекта. В интерферометре использован He—Ne лазер (ГН-2П) ($\lambda = 632,8$ нм, $P_{изл} = 2$ мВт), излучение которого вводится в волокно через светоделительную пластину (СП) и микрообъектив (О).

Отличительной особенностью данного интерферометра является принцип построения устройства



стабилизации (УС) его рабочей точки, в которой значение разности фаз падающей и отраженной волны $\varphi_0 = \pi/2(2N + 1)$, где N — целое число. Это соответствует участку интерференционной кривой с максимальной чувствительностью к изменению значения разности фаз. УС реализует принцип активного гомодинирования и обеспечивает постоянство разности фаз между интерферирующими волнами (постоянство *h*) путем подачи на пьезоподвижку (ПП) с закрепленным в ней выходным торцом волокна управляющего напряжения

$$U_{\rm VIIP} = U_{\rm 0.c} + U_{\rm MOJ},\tag{2}$$

где $U_{\rm MOД}$ — модулирующее синусоидальное напряжение, необходимое для реализации метода гомодинирования; $U_{\rm o.c}$ — напряжение обратной связи, компенсирующее изменение расстояния между торцом волокна и исследуемой поверхностью, формируемое УС пропорционально разности длительностей положительных и отрицательных полуволн модулирующего напряжения в выходном интерференционном сигнале фотоприемного устройства (ФПУ).

Напряжение обратной связи $U_{o.c}$ выхода УС, пропорциональное значению перемещения поверхности исследуемого элемента при его разогреве импульсом мощности, поступает на один из входов цифрового осциллографа (Осц.) для наблюдения переходного процесса термодеформаций. На второй вход осциллографа с УП поступает импульс напряжения $U_{\rm M}$, амплитуда которого пропорциональна значению электрической греющей мощности.

Волоконный фазовый модулятор (ВМ), управляемый напряжением высокочастотного генератора (ГВЧ), обеспечивает частотное разделение полезного интерференционного сигнала и сигнала, вызванного отражением световой волны от входного торца волокна. Частота фазовой модуляции выбирается за пределами рабочего частотного диапазона ФПУ.

Генератор импульсов (ГИ), блок питания (БП) и узел подключения активного элемента (УП) обеспечивают подачу на исследуемый элемент греющей мощности.

Примененный принцип стабилизации рабочей точки интерферометра позволил создать второй, высокочастотный, измерительный канал. Он обеспечивает измерение быстропротекающих процессов при условии, что рабочая точка интерферометра при перемешении поверхности исследуемого элемента находится в пределах линейного участка. С точностью не хуже 3 % линейным участком можно считать интервал изменения разности фаз $\varphi(t)$ интерферометра $\pm \pi/10$ относительно положения рабочей точки $\varphi_0(t)$. Для данной длины волны лазерного излучения диапазон измерений составляет ± 15 нм. В этом режиме при получении осциллограммы переходного процесса термодеформаций устройство стабилизации отключается, однако благодаря малому дрейфу параметров ВОИ рабочая точка интерферометра за время действия импульса мощности не уходит за пределы линейного участка.

Разработанная экспериментальная установка обеспечивает измерение микроперемещений и термодеформаций в диапазоне ± (20...1000) нм с при-

– НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 -

веденной (для 100 нм) инструментальной погрешностью не более 6 %. Минимальная измеряемая тепловая постоянная времени термодеформаций определяется быстродействием УС и составляет 14 мс.

КОНТРОЛЬ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЕЙ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ НАГРЕВЕ

Проверка возможности контроля температурных полей транзисторных структур дилатометрическим методом проводилась на транзисторах типа KT8107 и KT8150, взятых из техпроцесса до стадии герметизации. Исследуемый транзистор включался по схеме эмиттерного повторителя, и греющая мощность задавалась путем подачи в базу транзистора прямоугольных импульсов тока заданной длительности. Поскольку коэффициент передачи тока базы исследуемых транзисторов не менее 20, то током базы (с погрешностью не более 5%) можно пренебречь и значение греющей мощности $P_{\rm pac}$, рассеиваемой транзистором, определять по очевидной формуле $P_{\rm pac} = U_{\rm K.3}I_{\rm K}$, где $U_{\rm K.3}$ — напряжение коллекторэмиттер; $I_{\rm K}$ — ток коллектора.

Исследуемый транзистор устанавливался на массивный медный теплоотвод, что обеспечивало постоянство температуры корпуса на время действия разогревающего импульса. Выходной торец оптоволокна интерферометра устанавливался на заданном расстоянии h_0 над выбранной точкой поверхности транзисторной структуры. Для реализации дифференциального метода измерения термодеформаций [8, 9] в теплоотводе были сделаны девять отверстий диаметром 0,5 мм, равномерно расположенных в пределах проекции кристалла, через эти отверстия осуществлялся контроль перемещения обратной стороны фланца транзистора.

Для определения работоспособности ВОИ при отражающих поверхностях из различных материалов и для оценки временных характеристик переходных процессов термодеформации различных элементов конструкции мощных транзисторов были проведены измерения этих процессов в различных точках конструкции транзистора (рис. 2). Осциллограммы переходных процессов приведены на рис. 3.



Рис. 2. Расположение точек измерения на поверхности транзистора:









Видно, что процесс термодеформаций различных элементов конструкции транзистора имеет экспоненциальный характер со значительным различием постоянных времени. ВОИ сохраняет работоспособность для отражающих поверхностей различных материалов (кремний, алюминий, облуженная медь, сталь).

С целью подтверждения теплового характера контролируемых деформаций было проведено две серии испытаний.

В первом случае исследовалось несколько экземпляров транзисторов разных типов с известным тепловым сопротивлением переход-корпус. На транзисторы подавались импульсы греющей мощности различного значения и через 600 мс после подачи импульса измерялось значение перемещения поверхности кристалла. Значение греющей мощности изменялось как путем изменения коллекторного напряжения при постоянном токе коллектора (первый режим), так и путем изменения коллекторного тока при постоянном коллекторном напряжении (второй режим). Различные режимы задания греющей мощности использованы для оценки влияния на значение деформаций обратного пьезоэффекта [10]. Для всех исследованных приборов независимо от режима разогрева наблюдалась линейная зависимость между перемещением поверхности транзистора и значением рассеиваемой мощности (рис. 4); отклоне-









гис. 5. График зависимости установившегося значения термодеформации кристаллодержателя транзистора, измеренного с использованием дифференциального метода, от теплового сопротивления переход—корпус транзистора: 1 — эксперимент: 2 — аппроксимация

ния от линейности не превышали инструментальной погрешности датчика, что подтверждает тепловой характер наблюдаемых деформаций.

Во второй серии испытаний у девяти транзисторов типа КТ8107 определяли значения теплового сопротивления кристалл—корпус по изменению прямого падения напряжения на эмиттерном переходе при постоянном токе эмиттера [11]. Для каждого транзистора дифференциальным методом измерялось установившееся значение теплового расширения кристалла $\Delta L_{\rm max}$ при подаче импульса греющей мощности, равного 20 Вт ($I_{\rm K} = 500$ мА, $U_{\rm K.9} = 40$ В). После исключения изгибных термодеформаций (путем вычитания деформации фланца, измеренной через отверстия в теплоотводе) зависимости между тепловым сопротивлением $R_{\rm T}$ и $\Delta L_{\rm max}$ близки к линейным (рис. 5) и разброс $\Delta L_{\rm max}$ для транзисторов с одинаковым $R_{\rm T}$ не превышает инструментальной погрешности измерения.

КОНТРОЛЬ ПРОЦЕССОВ ЛОКАЛИЗАЦИИ МОЩНОСТИ

Наиболее полно и наглядно возможности дилатометрического метода реализуются при контроле термодеформаций активных полупроводниковых элементов с явной неоднородностью пространственного распределения греющей мощности.

Известными методами было выявлено несколько экземпляров транзисторов, у которых наблюдалось явление локализации тока и образование "горячих пятен" [11, 12]. Локализация тока проявляет себя в виде излома на эпюрах переходного процесса теплового расширения транзисторной структуры. Это связано с перераспределением мощности по площади кристалла транзистора: концентрация большей части греющей мощности в месте локализации тока приводит к перегреву этой точки поверхности, в то время как в соседних точках плотность мощности уменьшается. Для точки локализации характерно увеличение скорости теплового расширения после наступления локализации; для остальных точек структуры при этом наблюдается увеличение постоянной времени теплового расширения (рис. 6).

Место локализации определялось по максимальному значению термодеформации к моменту окончания импульса греющей мощности значения 20 Вт ($I_{\rm K} = 0.5$ A, $U_{\rm K.9} = 40$ B) длительностью 700 мс. Интересно, что в точках кристалла, удаленных от места локализации, процесс теплового расширения продолжается и некоторое время после окончания разогревающего импульса.

На рис. 7 показан процесс деформации структуры транзистора с локализацией тока, полученный путем обработки результатов измерения термодеформаций в 25 точках, равномерно расположенных на поверхности кристалла транзистора. Хорошо видно перераспределение максимума деформаций от центра кристалла к области локализации. Характер процесса перераспределения деформаций в приборной структуре соответствует известным моделям локализации тока и температуры в структурах мощных биполярных транзисторов [12].



Рис. 6. Переходный процесс термодеформации транзисторной структуры с локализацией тока при подаче разогревающего импульса длительностью 700 мс:

1 — область локализации; 2 — центр кристалла; 3 — край кристалла





Для исследования распределений относительной температуры перегрева по площади структуры у нескольких экземпляров транзисторов дифференциальным методом измерялось значение теплового расширения в различных точках кристалла. Динамика процесса нагрева и изменение распределения относительной (приведенной к максимальному значению) температуры по поверхности кристалла транзистора с нормальным токораспределением изображены на рис. 8. Линиями показаны изотермы температуры перегрева. У транзисторов с локализацией тока по сравнению с нормальными транзисторами наблюдается заметно большая неравномерность распределения относительной температуры (рис. 9). Так, перепад температуры перегрева в пределах кристалла для транзистора с нормальным токораспределением составил 1,7, а для транзистора с локализацией тока - 2,5. Кроме того, анализ кинетики перераспределения относительной температуры перегрева показал, что точка максимальной температуры перемещается от центра кристалла к месту локализации тока.



Рис. 8. Распределения относительной температуры перегрева структуры транзистора с нормальным токораспределением в различные моменты времени после подачи импульса греющей мощности



структуры транзистора с локализацией тока в различные моменты времени после подачи импульса греющей мощности

КОНТРОЛЬ ТЕПЛОВЫХ ПАРАМЕТРОВ ПРИ ПЕРИОДИЧЕСКОМ НАГРЕВЕ

В работе [13] представлены результаты исследований термодеформаций структур мощных транзисторов при их разогреве мощностью, изменяющейся по закону $P(t) = P_0 + P_m \sin \omega t$. Измерения амплитуды деформаций проводились с помощью механотрона 6МХ-1Б с чувствительностью 12 мВ/мкм. С помощью диэлектрической иглы, жестко соединенной с подвижным анодом механотрона, регистрировались механические колебания поверхности кристалла в центре структуры при разогреве транзистора переменной мощностью. Результаты измерений при частоте изменения греющей мощности f = 20 Гц для двух образцов транзисторов типа КТ803А, различающихся значением теплового сопротивления переход-корпус, представлены на рис. 10. Из рисунка видно, что амплитуда колебаний δ_n с увеличением переменной составляющей мощности P_m растет по закону, близкому к линейному; при этом наклон зависимости $\delta_n(P_m)$ тем больше, чем больше тепловое сопротивление транзистора.

При измерении микроколебаний структур транзистора КТ8107 оптическим методом на установке, описанной в данной работе, были получены аналогичные зависимости: амплитуда колебаний в центре структуры практически линейно растет с увеличением переменной составляющей греющей мощности (рис. 10), но с менышим наклоном, поскольку тепловое сопротивление переход—корпус транзистора КТ8107 примерно в 3 раза меныше, чем у транзисторов типа КТ803. При увеличении постоянной составляющей греющей мощности P_0 амплитуда колебаний возрастает, что объясняется увеличением неоднородности распределения плотности мощности по площади структуры.

Для количественной оценки тепловых параметров приборов по полученным зависимостям в работе [13] предложена модель, учитывающая изгибные деформации структуры при ее разогреве рассеиваемой мощностью. Приборную структуру в форме квадрата со стороной D и толщиной h с точностью до множителя $\pi/4$ можно заменить круглой пластиной с радиусом R = D/2. Прогиб такой пластины при одно-



зисторных структур от амплитуды переменнои составляюще греющей мощности, измеренные различными способами:

• — механотроном на частоте f = 20 Гц у транзисторов КТ803А; • — с помощью ВОИ на частоте f = 10 Гц у транзистора КТ8107

родно распределенной по поверхности пластины температурой максимален в центре и равен [14]

$$\Delta_n = 6\alpha_l \Delta T_M R^2 / h, \tag{3}$$

где α_l — коэффициент линейного теплового расширения материала пластины; ΔT_M — усредненное по толщине значение переменной составляющей температуры ΔT_m в центре структуры,

$$\Delta T_{M} = \frac{1}{h^{2}} \int_{0}^{h} \Delta T_{m}(0, z) z dz;$$
(4)

z — расстояние от поверхности структуры до заданной точки.

Ввиду инерционности тепловых процессов при гармоническом нагреве переменная составляющая температуры основания корпуса будет существенно меньше ΔT_M . Полагая в первом приближении изменение температуры по толщине пластины линейным, $\Delta T_m(0, z) = T_m(1 - z/h)$, для амплитуды колебаний в центре структуры получим

$$\delta_n = \Delta_n = \alpha_l T_m R^2 / 2h. \tag{5}$$

Используя известное выражение для переменной составляющей температуры поверхности структуры [11] $T_m = R_{\text{T}\Pi - \text{K}} P_m / \sqrt{(1 + \omega^2 \tau_{\text{T}\Pi - \text{K}}^2)}$, где $\tau_{\text{T}\Pi - \text{K}} - \omega^2 \tau_{\text{T}\Pi - \text{K}}$), где $\tau_{\text{T}\Pi - \text{K}} - \omega^2 \tau_{\text{T}\Pi - \text{K}}$ тепловая постоянная времени переход—корпус, нетрудно получить формулу для амплитуды термодеформаций структур исследованных кремниевых мошных транзисторов с параметрами $\alpha_l = 4, 2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $h = 0, 2 \cdot 10^{-3} \text{ м}$, $R = 4 \cdot 10^{-3} \text{ м}$, и $\tau_{\text{T}\Pi - \text{K}} \approx 20 \text{ мc}$:

$$\delta_n = 160 - \frac{R_{\text{TI} - \text{K}} P_m}{\sqrt{1 + \omega^2 \tau_{\text{TI} - \text{K}}^2}}$$
 [HM]. (6)

Формула (6) дает хорошее количественное соответствие с экспериментальными данными и может быть использована для оперативного контроля тепловых параметров мощных транзисторов в технологическом процессе их производства.

выводы

На примере исследования термодеформаций структур мощных биполярных транзисторов показана возможность и перспективность применения волоконно-оптического интерферометра Фабри—Перо низкого контраста для определения дилатометрическим методом теплофизических параметров мощных полупроводниковых изделий в процессе их производства до операции герметизации.

Волоконно-оптический интерферометр Фабри— Перо низкого контраста является достаточно простым и эффективным исследовательским инструментом для контроля термодеформаций и температурных полей в структурах мощных полупроводниковых изделий и с высокой точностью позволяет:

- наблюдать кинетику и определять параметры процесса нагрева различных элементов конструкции полупроводниковых активных элементов;
- контролировать пространственное распределение относительной температуры по поверхности структур мощных транзисторов;

- оценивать неоднородность распределения плотности греющей мощности по площади активной области структуры;
- эффективно выявлять приборы с аномально неоднородным распределением температуры по площади активной области кристалла.

При определении тепловых параметров транзисторов дилатометрическим методом в режиме импульсного нагрева в целях минимизации влияния термодеформаций типа "изгиб" различных элементов конструкции прибора необходимо применять дифференциальный метод измерения термодеформаций.

Для оперативного контроля теплофизических параметров мощных транзисторов и исключения погрешностей, обусловленных термодеформацией элементов конструкции, целесообразно применять периодический разогрев исследуемого прибора.

Список литературы

1. **Температурные** измерения: Справочник / О. А. Геращенко, А. Н. Гордов, А. К. Еремина и др.; Отв. ред. Геращенко О. А. Киев: Наук. думка, 1989. 704 с.

2. Новикова С. И. Тепловое расширение твердых тел. М.: Наука, 1974.

3. Гуров И. П. Методы и техника автоматической обработки сигналов в интерференционных измерительных системах // Измерения, контроль, автоматизация. 1990. № 2 (74). С. 69—79.

4. Усанов Д. А., Скрипаль А. В. Определение характеристик вибраций микрообъектов с помощью лазерного излучения // Микросистемная техника. 2003. № 7. С. 34—42.

5. Лазерные интерферометры-деформографы ЛИД-М и ЛИД-МП / М. П. Дубров, С. В. Лукошков, Л. З. Порошенко и др. // Приборы и техника эксперимента. 1995. № 5. С. 201–203.

6. **Интерферометр** с фазовой модуляцией для контроля датчиков перемещений / А. И. Андреев, Л. Н. Бутенко, Г. С. Плагов и др. // Известия РАН. Серия физическая. 1994. Т. 58. № 2. С. 150–153.

7. Черторийский А. А., Широков А. А., Гонтарев С. В. Волоконно-оптический датчик контроля механических колебаний // Датчики и преобразователи информации систем измерения, контроля и управления (Датчик-95): Тез. докл. 7 Всероссийской науч.-техн. конф. 24—30 мая 1995 г., Крым, 1995. Т. 2. С. 396—397.

8. Контроль теплофизических параметров транзисторов с помощью ВО ИФП низкого контраста / С. В. Гонтарев, М. Л. Конторович, В. Т. Потапов и др. // Оптические, радиоволновые, тепловые методы и средства контроля качества материалов, изделий и окружающей среды: Сб. тезисов 5-й Российской науч. техн. конф. 26—29 окт. 1993 г. Ульяновск, 1993. С. 21—22.

9. Контроль термодеформаций в элементах и устройствах электронного приборостроения методом теплового расширения / Е. А. Алтухов, А. И. Савельев, А. А. Черторийский, А. А. Широков // Актуальные проблемы электронного приборостроения: Тез. докл. Междунар. науч.-техн. конф. 10—12 сент. 1996 г. Саратов, 1996. Ч. 2. С. 4—5.

10. Напряжения и деформации в элементах микросхем / В. С. Сергеев, О. А. Кузнецов, Н. П. Захаров, В. А. Летягин. М.: Радио и связь, 1987. 88 с.

11. Сергеев В. А. Методы и средства измерения тепловых параметров полупроводниковых приборов и интегральных схем // Электронная промышленность. 2004. № 1. С. 45–48.

12. Синкевич В. Ф. Физические основы обеспечения надежности мощных биполярных и полевых транзисторов // Электронная промышленность. 2003. № 2. С. 232—244.

13. Сергеев В. А. Механические колебания и термодеформации в мощных транзисторах // Петербургский журнал электроники. 1999. № 2. С. 37—39.

14. Огибалов П. М., Грибанов В. Ф. Термоустойчивость пластин и оболочек. М.: Изд-во МГУ, 1968. 378 с.

Элементы МНСТ

УДК 681.5

О. Е. Глухова, канд. физ.-мат. наук, И. Н. Салий, д-р физ.-мат. наук, В. П. Мещанов, д-р физ.-мат. наук, Саратовский государственный университет им. Н. Г. Чернышевского, г. Саратов

Наноавтоклав на основе гибридного углеродного соединения

Представлено новое наноустройство на основе гибридного углеродного соединения $A^+@C_n@tubeC_m$ — наноавтоклава. Работа наноавтоклава продемонстрирована на примере синтеза димера фуллерена C_{20} . Теоретическое исследование димеризации в представленной модели наноавтоклава показало, что синтезировать димер фуллерена C_{20} таким способом реально. Энергетические параметры димера соответствуют рассчитанным ранее. Преимущество наноавтоклава заключается в гарантированном отсутствии каких-либо примесей внутри капсулы tube C_m , вследствие чего конечный продукт димеризации (C_{20}) и содержит атомов других химических элементов.

Углеродные наноструктуры, такие как нанотрубки, фуллерены и их соединения, являются уникальным материалом для конструирования наноустройств. Уже реальностью [1] является создание отдельных составляющих элементной базы нанокомпьютера, например, элементов памяти на базе "наностручков" — нанотрубок, герметизированных фуллеренами. Синтезируются и испытываются нанопереключатели [1] и наногироскопы [2].

Цель работы — предложить новое наноустройство на основе гибридного углеродного соединения — наноавтоклав, и продемонстрировать его работу на примере синтеза димера фуллерена C_{20} — "кластерной молекулы" (C_{20})₂, представляющей собой соединение из двух фуллеренов C_{20} , связанных друг с другом ковалентными связями.

Конструктивно автоклав представляет собой цилиндрическую капсулу, в которой создается давление, превышающее атмосферное, в результате чего в автоклаве ускоряются химические реакции, и происходит синтез новых веществ. В наноавтоклаве роль капсулы выполняет закрытая одно- или многослойная углеродная нанотрубка, а регулирование давления осуществляется посредством челнока — свободно перемещающейся инкапсулированной молекулы (фуллерена или тубелена). Управлять движением челнока-молекулы можно с помощью внешнего электрического поля при наличии у молекулы электрического заряда. Сообщить заряд, например фуллерену, можно, поместив в него положительный ион лития или калия. Наши предварительные оценки показывают, что давление в нанотрубке может достигать 10 ГПа и больше. Этот факт позволяет предполагать, что в наноавтоклаве возможно протекание процессов, например, димеризации фуллеренов C_n — процесса образования "кластерной молекулы" $(C_n)_2$, нереализуемой в обычных условиях.

В настоящее время димеры фуллеренов синтезируются из соответствующих фуллеритов (твердой фазы фуллерена). Димер (С60)2 формируется из фуллерита под давлением 8 ГПа при температуре 290 К [3], или 1,5 ГПа при температуре 373 К [4]. Кросс-димер С₁₃₀ (кластерная молекула С₆₀-С₇₀) получается механо-химическим методом: смесь фуллереновых порошков С₆₀ и С₇₀ в присутствии катализатора подвергается высокочастотной вибрации и дроблению [5]. Кристаллический порошок из димеров (C_{60})₂ и C_{130} , независимо от способа синтеза содержит некоторое количество примесей. Димеры других фуллеренов (С20, С28 и т. д.) и гипотетические структуры их кристаллов [C₂₀]_n пока изучаются только теоретически [6, 7]. Их синтезирование и экспериментальное исследование затруднено, зачастую, химической активностью исходного материала — самих фуллеренов, и нестабильным поведением димеров.

Модель наноавтоклава на основе гибридного соединения C_n@tubeC_m

Модель наноавтоклава, построенная на основе гибридного соединения C_n (наностручка), представляет собой закрытую нанотрубку C_m с инкапсулированной в нее молекулой C_n , несущей электрический заряд. В основном состоянии молекула C_n находится в одном из концов нанотрубки, а исходный материал димеризации (фуллерены C_{20}) в противоположном. Наночастица C_n (tube C_m paзмещается между двумя электродами, присоединенными к источнику питания. Меняя потенциалы на электродах, можно управлять движением заряженной молекулы C_n .

Безусловным требованием к нанотрубке является наличие двух "шапочек" на ее концах для создания замкнутого пространства. Шапочки образуются фрагментами фуллеренов C_{60} , C_{240} и др., в зависимости от диаметра трубки.

Углеродная нанотрубка-капсула C_m , в которой протекает процесс димеризации, может иметь любую атомную структуру, как некиральную (*zigzag*, *armchair*), так и киральную. Ван-дер-ваальсово взаимодействие исходного материала (фуллеренов C_n) с поверхностью капсулы не зависит от ее строения, а определяется межъядерным расстоянием [8]:

$$U_{\rm Vdv} = \sum_{k=1}^{N} \frac{A}{\sigma^6} \left(\frac{1}{2} \, y_0^6 \, \frac{1}{(r_k/\sigma)^{12}} - \frac{1}{(r_k/\sigma)^6} \right), \qquad (1)$$

- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 –

где $U_{\rm Vdv}$ — потенциал взаимодействия пар атомов углерода, принадлежащих разным молекулам; r_k расстояние между атомами *k*-й пары; N — число пар; $\sigma = 1,42$ Å = 0,142 нм — длина С—С связи; $y_0 = 2,7$ и $A = 24,3 \cdot 10^{-79}$ Дж · м⁶ — эмпирически подобранные параметры.

Инкапсулированная молекула С_n, выполняющая роль поршня, должна нести некоторый электрический заряд и иметь размеры, находящиеся в определенном согласии с поперечными размерами нанотрубки. Зазор между молекулой и цилиндром должен быть таким, чтобы траектория молекулы, движущейся под действием внешнего электрического поля, совпадала с осью цилиндра, обеспечивая равномерное воздействие на исходный материал. Чтобы инкапсулированный кластер С_n удовлетворял указанным выше требованиям к размерам, зазор между кластером и стенкой нанотрубки должен составлять 0,31...0,34 нм. При этом инкапсулирование С_n энергетически выгодно (экзотермичная реакция), а с уменьшением этого расстояния процесс синтеза наностручка C_n@tubeC_m становится эндотермичным [9, 10]. Кроме того, инкапсулированная молекула должна иметь такой каркас, чтобы обеспечить направленность ковалентной связи исходного материала — фуллеренов (максимальное перекрывание электронных орбиталей должно происходить у атомов димеризующихся фуллеренов).

Этим требованиям отвечает фуллерен сфероидной формы (или близкой к этой конфигурации), у которого атомы испытывают слабую регибридизацию и находятся в состоянии sp^{2 + Δ}-гибридизации, где $\Delta = 0,2...0,4$. Наличие у молекулы атомов в состоянии sp³-гибридизации ($\Delta = 1$) приводит к повышению ее химической активности. Это, в свою очередь, может индуцировать образование химической связи между инкапсулированной молекулой С_n и одним из фуллеренов исходного материала. К фуллеренам, удовлетворяющим перечисленным условиям, можно отнести кластеры С₃₆, С₆₀, С₇₀, С₈₀, С₂₄₀ и др.

Заряд молекуле может сообщить положительный ион (калия, лития и др.), помещенный внутрь. Допирование фуллеренов C_n атомами Li возможно, например, облучением фуллерита C_n пучком ионов лития с энергией до 30 эВ [11].

В качестве исходного материала димеризации могут выступать любые фуллерены (C_{20} , C_{28} , C_{36} , C_{60} , C_{70} и др.), размеры которых позволяют им свободно располагаться внутри углеродной нанотрубки (без образования химических связей со стенками капсулы), удерживаемые ее потенциалом (потенциалом межмолекулярного взаимодействия). Для такой взаимной конфигурации расстояние фуллерен— стенка должно составлять 0,31...0,34 нм. При этом фуллерены могут располагаться как на оси трубки, так и зигзагообразно вдоль оси капсулы, как, например, фуллерены С₂₀ и С₂₈ в просторных трубках (10, 10), (11, 11), (12, 12) стремятся образовать друг с другом новые комплексы одно-, двух- и трехмерные (спиральные) [10].

Технологии синтеза закрытых углеродных нанотрубок на сегодняшний день хорошо отработаны. В частности, одними из наиболее перспективных являются CVD-методы (нанотрубки осаждаются химическим способом из газовой фазы) [12, 13] и метод синтеза в реакторе с активированным водородом [14]. Инкапсулирование кластеров C_n в нанотрубку осуществляется различными способами. В работе [15] описан способ внедрения фуллерена в трубку через боковую поверхность цилиндра, в работе [16] — способ синтезирования наностручков путем смешивания в вакууме (давление 10^{-3} Па) однослойных трубок с фуллеренами в газовой фазе при температуре 773 К в течение 48 ч.

Перечисленным требованиям удовлетворяют гибридные соединения типа $A^+@C_n@tubeC_m$, где C_n – эндоэдральный фуллерен (A — положительный ион).

Димеризация фуллеренов C₂₀ в наноавтоклаве A⁺@C_n@tubeC_m

Рассмотрим димеризацию фуллерена C_{20} в двух наноавтоклавах, построенных на гибридных соединениях Li⁺@C₃₆@tubeC₄₅₀ и K⁺@C₆₀@tubeC₄₈₀. Эти соединения отвечают всем перечисленным требованиям к конструкции наноавтоклава. Каркас трубочки С₄₅₀ образован фрагментом тубуса (15,0), а С₄₈₀ — (10, 10). В обоих случаях концы трубок закрыты фуллереновыми шапочками. Геометрия клетки фуллерена C_{36} описывается группой точечной симметрии D_{6h} , фуллерена $C_{60} - I_h$. Выбор именно этих фуллеренов обусловлен согласованностью их размеров с диаметрами соответствующих тубусов: расстояние фуллерен-стенка составляет ~ 0,327 нм $(C_{36}$ @tube C_{450}) и ~ 0,349 нм (C_{60} @tube C_{480}). Инкапсулирование C_{36} и C_{60} в трубки в C_{450} и C_{480} экзотермично, энтальпия ΔH соответствующих реакций — 21,42 ккал/моль и — 50,22 ккал/моль. Степень гибридизации атомов C₃₆ и C₆₀ можно легко оценить по параметру П/Г — отношению числа пентагонов каркаса к числу гексагонов. Третичная диаграмма аллотропных форм углерода, приведенная в работе [17], позволяет определить для фуллерена C_{60} (П/Г = 0,6) степень регибридизации $\Delta \approx 0,3$, а для C_{36} $(\Pi/\Gamma = 0,75) - \Delta \approx 0,4$. И наконец, фуллерены С₂₀ могут вполне служить исходным материалом димеров в обоих соединениях $Li^+@C_{36}@tubeC_{450}$ и $K^+@C_{60}$ @tubeC₄₈₀. Инкапсулирование C₂₀ в трубки C₄₅₀ и C₄₈₀ экзотермично ($\Delta H = -34,172$ ккал/моль и -34,012 ккал/моль соответственно).

Поместим фуллерены C_{20} в наноавтоклав Li⁺@C₃₆@tubeC₄₅₀ и K⁺@C₆₀@tubeC₄₈₀. На рис. 1 показаны схемы моделей этих наноавтоклавов. Молекулы C_{20}^1 и C_{20}^2 на схеме — исходный материал для синтеза димера (C_{20})₂.

В начальный момент взаимное положение всех компонентов наноавтоклава соответствует стабильному состоянию наночастицы. Молекула-поршень C_n находится в одной из приконцевых областей нанотрубки C_m , фуллерены C_{20} — в противоположной (рис. 1).

Как только на электродах создается некоторая разность потенциалов, фуллерен C_n начинает двигаться в противоположный конец нанотрубки, оказывая все большее давление на фуллерены C_{20} . По мере приближения молекулы C_n ориентация фуллеренов в трубке меняется. Они смещаются ближе к



Рис. 1. Модель наноавтоклава на основе гибридного соединения: $a - Li^+@C_{36}@tubeC_{450}; \ \delta - K^+@C_{60}@tubeC_{480}$

фуллереновой шапочке трубки, несколько удаляясь при этом от оси тубуса, и поворачиваются гранями друг к другу, как показано на рис. 2, *а*.

Создаваемое в трубке давление должно быть достаточным для сближения молекул C_{20} на расстояние ~ 0,19 нм, когда лепестки π -электронов начнут перекрываться (большее усилие приведет к деформированию кластеров C_n и C_{20}). Давление рассчитывается как объемная плотность энергии взаимодействия молекулы C_{20} с окружающими объектами: соседним фуллереном C_{20} , стенками капсулы C_m и приближающейся молекулой C_n . Под объемом фуллерена понимается объем соответствующего шара радиуса $R \approx 0,204$ нм.

Момент перекрывания электронных облаков фуллеренов C₂₀ фиксируется по возрастающему значению феноменологической энергии межкластерного взаимодействия *U*_{rep} электронных орбиталей [15]:

$$U_{\rm rep} = \sum_{k=1}^{N} \left(V_{ij\alpha}^{0} \left(\frac{1,54}{r_k} \right)^{2,796} \times \exp\left\{ 2,796 \left[-\left(\frac{r}{2,32} \right)^{22} + \left(\frac{1,54}{2,32} \right)^{22} \right] \right\} \right), \quad (2)$$

где r_k — расстояние между взаимодействующими атомами; *i*, *j* — орбитальные моменты волновых функций; α — индекс, указывающий тип связи (σ или π); N — число пар атомов, принадлежащих разным молекулам (N = 20n + 20m + 40). Значения параметров $V_{ij\alpha}^0$ составляют: $V_{ss\sigma}^0 = -4,344$; $V_{sp\sigma}^0 = 3,969$;

>



Рис. 2. Этапы процесса димеризации фуллерена C₂₀ в модели наноавтоклава:

a — молекулы С₂₀, сблизившись, развернулись гранями друг к другу; δ — образовался метастабильный димер [5 + 5]; e — метастабильный димер [5 + 5] трансформировался в стабильный димер [2 + 2]

Таблица 1

Некоторые характеристики взаимодействия исходного материала (фуллеренов) с инкапсулированной молекулой С_п

<i>d</i> ₁ , нм С ² ₂₀ —С ₆₀	d_2 , нм $C_{20}^2 - C_{20}^1$	<i>R</i> , нм С ² ₂₀	<i>E</i> _a , эВ/атом С ² ₂₀	$E_{\text{inter}}, \Im B$ C_{20}^2	$U_{\rm rep}, \Im \mathbf{B}$ $\mathbf{C}_{20}^2 - \mathbf{C}_{20}^1$	$U_{\rm rep}, \Im { m B} \ { m C}_{20}^2 - { m C}_{60}$	<i>Р</i> , ГПа С ₂₀ ²
			Li ⁺ @C ₃₆	@tubeC ₄₅₀			
0,270	0,262	0,202	-42,241	1,591	0,000	0,000	4,75
0,262	0,240	0,201	-42,11	2,557	0,000	0,000	12,26
0,210	0,190	0,199	-41,484	14,080	0,815	0,367	67,23
		1	K ⁺ @C ₆₀	@tubeC ₄₈₀	1	1	1
0,265	0,246	0,202	-42,302	1,350	0,000	0,000	6,270
0,26	0,238	0,201	-42,241	2,557	0,000	0,000	12,42
0,24	0,195	0,199	-41,916	9,056	0,31	0,001	43,20

 $V_{pp\sigma}^0 = 5,457; V_{pp\pi}^0 = -1,938$ эВ [15]. Если взаимодействие между фуллеренами только Ван-дер-ваальсово, энергия U_{rep} — нулевая. В момент образования ковалентной связи давление рассчитывается из энергии E_{inter} :

$$E_{\text{inter}} = U_{Vdv} + U_{\text{rep}}.$$
 (3)

Из-за небольшой степени регибридазации атомов кластера C_n фуллерены C_{20} димеризуются друг с другом, а не с молекулой C_n . Об этом свидетельствует большее значение феноменологической энергии взаимодействия фуллеренов C_{20} друг с другом по сравнению с энергией $C_{20}-C_n$. Данные табл. 1 показывают динамику некоторых геометрических и энергетических характеристик фуллеренов C_{20} в процессе образования димера. Сближение фуллеренов в капсуле с увеличением давления *P* фиксируется линейными параметрами d_1 , d_2 (см. рис. 2), деформация каркаса C_{20} — радиусом *R* гипотетической сферы, заключающей в себе молекулу C_{20}^2 , и энергией на атом E_a .

Ориентация молекул C_{20} в капсуле в момент димеризации показана на рис. 2, *б*. Из данных таблицы видно, как резко (от нуля до нескольких десятых электрон-вольта) возрастает феноменологическая энергия межкластерного взаимодействия электронных орбиталей (2) при сближении фуллеренов на 0,19 нм, что ведет к образованию ковалентных связей. Направленность межкластерной связи $C_{20} - C_{20}$ подтверждается тем, что энергия U_{rep} взаимодействия $C_{20} - C_{60}$ и $C_{20} - C_m$ (последняя составляет менее одной тысячной электрон-вольта) меньше по сравнению с $C_{20} - C_{20}$.

Образовавшийся изомер димерной фазы фуллерена C_{20} можно описать как [5 + 5]; цифры в квадратных скобках здесь и далее показывают число атомов, участвующих от каждого фуллерена в образовании межкластерной связи. Известно, что существует несколько изомеров (C_{20})₂ [7], различающихся числом, силой и длиной межкластерных связей. Многие из них метастабильны; меньшей энергией и термической стабильностью отличаются изомеры [2 + 2] и *ореп*-[2 + 2].

Димер $(C_{20})_2$ [5 + 5] описывается группой C_{2h} ; межкластерное соединение реализуется пятью ковалентными связями: две характеризуются межъядер-

ным расстоянием 0,167 нм, другие две — 0,179 нм и одна — 0,233 нм. Энергия связи рассчитывается по формуле

$$E_b = E(\mathcal{C}_1) - \frac{E(\mathcal{C}_n)}{n}, \qquad (4)$$

где n — число атомов в системе (n = 40 для димера (C_{20})₂); $E(C_1)$ — энергия атома углерода в свободном состоянии; $E(C_n)$ — энергия n-атомной конфигурации, она равна 6,22 эВ. Реакция $C_{20} + C_{20} \rightarrow (C_{20})_2$ [5 + 5] эндотермична: $\Delta H = 2,16$ ккал/моль · атом. Такая димерная фаза нестабильна, что подтверждается трансформацией кластера в изомер [2 + 2] в отсутствие давления со стороны молекулы C_n .

После возвращения молекулы C_n в исходное положение (в результате изменения направления напряженности внешнего электрического поля), димер (C_{20})₂ изомеризуется и несколько изменяет свое положение (рис. 2, e). В результате изомеризации димер (C_{20})₂ перешел в более стабильную фазу [2 + 2]. Длина межкластерной связи $d_2 = 0,165$ нм, группа симметрии, определяющая строение каркаса, $-D_{2h}$. Энергия связи $E_b = 6,44$ эВ, энтальпия реакции изомеризации (C_{20})₂ [5 + 5] \rightarrow (C_{20})₂ [2 + 2] $\Delta H = -5,01$ ккал/моль \cdot атом. Полученные значения E_b и энергетической щели НОМО-LUMO (0,66 эВ) хорошо согласуются с данными работы [7], где они рассчитаны методом Хартри—Фока.

В обоих наноавтоклавах Li⁺@C₃₆@tubeC₄₅₀ и $K^+@C_{60}$ @tubeC₄₈₀ синтезируются идентичные по геометрическим и энергетическим параметрам димеры [5 + 5] и [2 + 2]. Сравнивая значения энергии свободного фуллерена C₂₀ в поле удерживающего потенциала капсулы C_m (-42,37 эВ/атом), димеров [5 + 5] (-42,25 эВ/атом) и [2 + 2] (-42,47 эВ/атом), можно заключить, что димерная фаза [5 + 5] является промежуточной и может существовать только в условиях повышенного давления, а формирование димера [2 + 2] термодинамически выгодно. Вывод о стабильности полученного димера (C₂₀)₂ [2 + 2] подтверждается данными работы [7].

Расчеты энергии фуллерена C₂₀ и димеров проводились модифицированным методом сильной связи [18]. Согласно этому методу полная энергия кластера представляется суммой феноменологической и зонной энергий. Феноменологическая энергия учитывает межэлектронное и межъядерное взаи-



a — в модели Li⁺@C₃₆@tubeC₄₅₀; δ — в модели K⁺@C₆₀@tubeC₄₈₀

модействия, зонная энергия вычисляется суммированием занятых одноэлектронных уровней в соответствии с принципом Паули. Уровни рассчитываются диагонализацией гамильтониана, который строится в базисе *s*- и *p*-орбиталей внешних электронных слоев атомов углерода. Проведенная параметризация межатомных матричных элементов гамильтониана и атомных термов для углеродных нанокластеров [18] позволяет рассчитывать атомное и электронное строение углеродных кластеров и их соединений.

Найдем разность потенциалов на электродах, необходимую для обеспечения нужного для димеризации давления. Молекула C_m несет положительный заряд e^+ . Изменение энергии E_{inter} (3) от координа-

					Габлица 2
Молекула С _т	$E_{\text{inter}}(1), \\ \Im \mathbf{B}$	$\Delta E_{\text{inter}},$ $\Im \mathbf{B}$	$E_{\text{inter}}(2),$ 3B	Δφ, Β	<i>F</i> , В/м
Li ⁺ @C ₃₆ K ⁺ @C ₆₀	-2,668 -3,682	0,463 0,831	-0,500 -0,910	2,168 2,851	$5,6 \cdot 10^8$ $8,0 \cdot 10^8$

ты Z при движении инкапсулированного кластера C_m из приконцевой области в направлении исходного материала (фуллеренов C_{20}) для осуществления перехода $2C_{20} \rightarrow (C_{20})_2$ показано на рис. 3 (сплошная кривая). Точкой I отмечен глобальный минимум энергии, соответствующий основному состоянию молекулы C_m в капсуле C_n , точка 2 соответствует моменту перехода $2C_{20} \rightarrow (C_{20})_2$. Давление, испытываемое фуллереном C_{20} , при достижении молекулой C_m верхней точки 2 приведено в табл. 1. В табл. 2 приведены вычисленные значения энергии E_{inter} в точках I, 2, значение потенциального барьера ΔE_{inter} , разность потенциалов $\Delta \varphi$, необходимая для достижения молекулой C_m точки 2, и напряженность электростатического поля F. Разность потенциалов определяется из равенства

$$E_{\text{inter}}(2) - E_{\text{inter}}(1) = e\Delta\phi.$$
(5)

Напряженность *F* рассчитывается как частное от $\Delta \varphi/d$, где расстояние *d* берется равным длине капсулы, увеличенной на удвоенное значение 0,34 нм (сближение капсулы C_n с электродами на меньшее расстояние может привести к "залипанию" вследствие Ван-дер-ваальсового взаимодействия). Длина капсулы C_{450} равна 3,142 нм, $C_{480} - 2,876$ нм. Несмотря на довольно высокое значение, напряженность не является критической для нанотрубки C_n и вполне достижима. Известно, что эмиссия автоэлектронов наблюдается лишь при $F = 10^9...10^{10}$ В/м.

Заключение

Теоретическое изучение процесса димеризации в представленной здесь модели наноавтоклава показало, что получить димер фуллерена C_{20} таким способом реально. Энергетические параметры димера соответствуют рассчитанным ранее.

Преимущество наноавтоклава, построенного на гибридном соединении $A^+@C_n@tubeC_m$, заключается в гарантированном отсутствии каких-либо примесей внутри капсулы $tubeC_m$. Конечный продукт димеризации $(C_{20})_2$ не содержит атомов других химических элементов.

Список литературы

1. **Terrones M.** Science and twenty-first century: Synthesis, Properties, and Applications of Carbon Nanotubes // Annu. Rev. Mater. Res. 2003. V. 33. P. 419–501.

2. Krause M., Hulman M., Kuzmany H. et al. Fullerene Quantum Gyroscope // Phys. Rev. Lett. 2004. V. 93. N 13. P. 137403 (4).

3. Маркин А. В., Смирнова Н. Н., Лебедев Б. В., Ляпин А. Г., Кондрин М. В., Бражкин В. В. Термодинамические и дилатометрические свойства димерной фазы фуллерена C₆₀ // ФТТ. 2003. Т. 45. Вып. 4. С. 761—766.

4. Давыдов В. А., Кашеварова Л. С., Рахманина А. В., Сенявин В. М., Олейников Н. Н., Агафонов В. Н. Опреде-

ление константы скорости и энергии активации индуцируемой давлением реакции 2 + 2 циклоприсоединения фуллерена C₆₀ // ФТТ. 2002. Т. 44. Вып. 3. С. 532—533. 5. **Komatsu K., Fujiwara K., Murata Y.** The fullerene cross-

5. Komatsu K., Fujiwara K., Murata Y. The fullerene crossdimer C₁₃₀: synthesis and properties // Chem. Commun. 2000. P. 1583–1584.

6. Чистяков А. Л., Станкевич И. В., Корлюков А. А. Новая аллотропная форма углерода $[C_{28}]_n$ на основе фуллерена C_{20} и кубического кластера C_8 и ее аналоги для элементов Si и Ge: компьютерное моделирование // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 1. С. 184—190.

7. **Подливаев А. И., Опенов Л. А.** Образование "кластерной молекулы" (С₂₀)₂ и ее термическая устойчивость // ФТТ. 2006. Т. 48. Вып. 11. С. 2104–2110.

8. **Qian D., Liu W. K., Ruoff R. S.** Mechanical properties of carbon nanotubes: theory and experimental measurements // C. R. Physique. 2003. N 4. P. 993–1008.

9. Otani M., Okada S., Oshiyama A. Energetics and electronic structures of one-dimensional fullerene chains encapsulated in zigzag nanotubes // Phys. Rev. B. 2003. V. 68. N 12. P. 125424 (8).

10. Zhou I., Pan Z. Y., Wang Y. X., Zhu J., Liu T. J., Jianget X. M. Stable configurations of C_{20} and C_{28} encapsulated in single wall carbon nanotubes // Nanotechnology. 2006. V. 17. P. 1891–1894.

11. Krawez N., Gromov A., Tellgmann R., Campbell E. E. B. Electronic properties of novel materials — Progress in molecular

nanostructures // XII International Winterschool, Kirchberg, Tyrol, Austria. 1998. P. 368.

12. Алексеев Н. И., Половцев С. В., Чарыков Н. А. О механизме образования углеродных нанотрубок в электрохимических процессах // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 3. С. 57—63.

13. Алексеев Н. И., Изотова С. Г., Осипов Ю. Г., Половцев С. В., Семенов К. Н., Сироткин А. К., Чарыков Н. А., Керножицкая С. А. Получение углеродных нанотрубок в реакциях самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 2. С. 84—89.

14. Апресян Л. А., Власов Д. В., Власова Т. В., Конов В. И., Климанов А. А., Терехов С. В. Синтез углеродных нановолокон и нанотрубок в реакторе с активированным водородом // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 12. С. 92—97.

15. Berber S., Kwon Y.-K., Tomanek D. Microscopic Formation Mechanism of Nanotube Peapods // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 88. N 18. P. 185502 (4).

16. Shi Z., Guan L., Suenaga K., Gu Z., Iijima S. Direct Imaging of the Alkali Metal Site in K-Doped Fullerene Peapods // Phys. Rev. Lett. 2005. V. 94. N 4. P. 045502 (4).

17. Heimann R. B., Evsyukov S. E., Koga Y. Carbon allotropes: a suggested classification scheme based on valence orbital hybridization // Carbon. 1997. V. 35. P. 1654–1658.

18. **Глухова О. Е., Жбанов А. И.** Равновесное состояние нанокластеров С₆₀, С₇₀, С₇₂ и локальные дефекты молекулярного остова // ФТТ. 2003. Т. 45. Вып. 1. С. 180–186.

УДК 537.226.86:539.282

В. К. Казаков,

В. Г. Никифоров, канд. техн. наук,

А. Я. Сафронов, В. А. Чернов,

ОАО "Элпа", г. Москва, Зеленоград

АКТЮАТОРЫ ДЛЯ ОПТИЧЕСКИХ ЗАТВОРОВ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ ИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Рассмотрена конструкция пьезокерамического актюатора для оптических лазерных затворов, описана конструкция лазерного затвора с пьезокерамическим моноблочным актюатором, описаны методы измерения и исследования основных параметров актюаторов в динамическом режиме.

Пьезоэлектрические актюаторы уверенно завоевывают области техники, где требуются высокие точности при малых перемещениях. Обладая высокими точностными характеристиками (единицы нанометров) и удельными усилиями 30 Н/мм², они прекрасно работают в оптических системах различного уровня.

Актюаторы для оптических затворов

Получившие широкое распространение за рубежом пьезокерамические моноблочные актюаторы находят свое применение в самых различных областях техники, где необходимы высокие точности, хорошее быстродействие при относительно небольших перемещениях. В [1, 2] приведены конструкции и характеристики актюаторов зарубежных и отечественных производителей и некоторые области их применения. В отечественной промышленности актюаторы пока не находят широкого применения из-за недостаточности информации, а также неумения оценить и использовать их возможности. В настоящей статье описывается одно из практических применений пьезокерамических актюаторов в точной оптике (в оптическом лазерном затворе) и способы оценки динамических характеристик устройства.

Оптический затвор состоит из актюатора, жестко закрепленного на оптической части и самой оптической части, установленной на корпусе затвора. Оптическая часть состоит из двух полупризм и оптической пластины. Между верхней полупризмой и оптической пластиной имеет зазор толщиной 0,35 мкм. При наличии зазора луч распространяется по оптической оси и отражается от границы раздела между верхней полупризмой и оптическим стеклом по закону полного внутреннего отражения и выходит через левую часть нижней полупризмы.

Оптический затвор схематически изображен на рис. 1.

При смыкании зазора под воздействием механических деформаций, вызываемых актюатором, луч проходит насквозь через зазор и выходит через левую часть верхней полупризмы. Условием срабатывания затвора является сомкнутость зазора на пятне диаметром около 4 мм в рабочей зоне. Весь затвор закреплен с помощью клея по боковым сторонам оптической пластины на основании прибора. Вид актюатора и схема его включения приведена на рис. 2.

Верхняя часть актюатора является пассивной накладкой и служит противовесом при срабатывании актюатора (поверхности актюатора перемещаются относительно общего центра масс).



Рис. 1. Внешний вид и схема работы лазерного затвора

Нижняя часть актюатора, непосредственно контактирующая с оптической частью затвора, выполнена из поляризованных слоев сегнетомягкого материала, например ЦТС-19 [3], соединенных между собой путем спекания под давлением внешних металлических электродов каждого слоя. Электроды одной полярности соединены между собой параллельно, смежные слои пьезокерамики поляризованы во встречном направлении. Применение мягкого материала и слоистой структуры при толщине каждого слоя порядка 0,05 мм обусловлено желанием получить максимальную деформацию актюатора при минимальном управляющем сигнале. При подаче на управляющие электроды актюатора возбуждающего импульса он деформируется в основном по вертикальной оси и при этом деформирует оптическую



часть затвора, что приводит к срабатыванию затвора.

Пьезоэлектрические актюаторы (пьезоприводы) характеризуются механическим перемещением (ходом), которое происходит под воздействием электрического сигнала или, если перемещение предотвращено (заблокировано), силы (блокирующей силы), определяемой жесткостью актюатора, придаваемой ему при его создании. Существует приблизительно линейная зависимость между входным сигналом и реакцией актюатора — как ходом, так и блокирующей силой.

Параметры оптического затвора на основе пьезокерамического актюатора могут быть измерены непосредственно по прохождению светового луча. Однако сам актюатор изготавливается по отдельной технологии, поэтому измерение параметров актюатора до его сборки с оптическими частями затвора представляет значительный интерес.

Ввиду того, что длительность одиночного управляющего импульса весьма мала (около 3,5 мкс), а вызываемые деформации составляют доли микрометра, прямое измерение параметров деформации вызывает значительные трудности.

Методы измерений

Соединение актюатора с оптической частью осуществляется жесткой склейкой, поэтому встает задача измерения параметров актюатора до его соединения с оптической призмой. Наиболее просто измерить емкость актюатора, которая косвенно указывает на величину поляризации составляющих актюатор слоев, но эта связь не является прямопропорциональной, поэтому нет полных гарантий его работоспособности.

Более достоверную информацию дает измерение заряда на электродах актюатора при приложении статического усилия к рабочим поверхностям актюатора, которое может быть осуществлено в статическом режиме. Между измеренным таким образом пьезомодулем актюатора и возможным перемещением поверхностей актюатора при его возбуждении внешним полем имеется прямопропорциональная зависимость. Это измерение также является косвенным и для многослойных конструкций не позволяет судить о наличии или отсутствии расслоений, которые могут существенно влиять на качество изделия.

Наиболее прямым способом является непосредственное измерение перемещения рабочих поверхностей актюатора при подаче управляющих напряжений. Блок-схема проведения таких измерений приведена на рис. 3.

При проведении измерений на актюатор плавно подается напряжение той или иной полярности. Соответствующее изменение линейных размеров ак-



Рис. 3. Блок-схема измерений перемещений поверхности актюатора под действием приложенного напряжения:

тюатора фиксируется измерителем перемещений. В качестве измерителя перемещений удобнее всего использовать измеритель линейных размеров мод. 275К, выпускаемый заводом "Калибр". Измеритель имеет выносной зонд, непосредственно контактирующий с измеряемой поверхностью, и характеризуется приемлемой точностью измерения размеров (0,1 мкм). Недостатком данного метода является то, что выносной зонд является механическим устройством и не позволяет проводить измерения в динамическом режиме, т. е. при подаче на актюатор синусоидального или импульсного сигнала.

Устранить указанный недостаток можно, заменив механический датчик перемещения оптическим. Одним из методов такой замены является применение лазерного излучения с отражением луча от измеряемой поверхности и последующим увеличением отклонения луча от измеряемой поверхности за счет увеличения оптических плеч измерителя. К сожалению, в данном случае этот путь не приемлем. Перемещение поверхности актюатора составляет десятые доли микрометра и применение больших плеч с использованием зеркал, разнесенных друг относительно друга на значительные расстояния, приводит к резкому возрастанию погрешностей, связанных с тепловыми флуктуациями и слу-

чайными вибрациями отражающих поверхностей, в силу чего полезный сигнал тонет в шумах.

В настоящее время в производстве полупроводников широко используются интерференционные микроскопы для измерения толщин отражающих слоев и микродефектов отражающих поверхностей. При установке на измеряемую поверхность актюатора отражателя в поле зрения такого микроскопа будет наблюдаться система интерференционных полос с расстояниями λ между максимумами освещенности или погасаниями, где λ длина волны источника света. При наличии на поверхности отражателя дефектов в виде царапины или ступеньки по высоте мы будем иметь в поле зрения интерференционного микроскопа хорошо известные характерные изломы или ступеньки интерференционных полос, которые и измеряются для определения размеров дефектов или толщин пленок.

При подаче на управляющие электроды актюатора напряжения той или иной полярности поверхности актюатора перемещаются за счет его продольных деформаций, и система интерференционных полос также будет перемещаться в прямом или обратном направлении на расстояние, пропорциональное деформации. Это перемещение с помощью микрометрического механизма интерферометра может быть измерено в единицах длины вол-

ны источника освещения. При возбуждении актюатора переменным напряжением система полос начинает колебаться с частотой возбуждающего напряжения, что визуально наблюдается как "размывание" полосы гашения света. Это "размывание" также может быть измерено для не очень больших перемещений (порядка λ/2) с помощью нониусной шкалы микроскопа.

В силу особенностей работы актюатора в составе оптического затвора наибольший интерес представляет измерение смещения поверхности актюатора при подаче на него в качестве управляющего сигнала одиночного импульса с длительностью, равной длительности возбуждающего сигнала при его работе в составе затвора.

Проведение таких измерений возможно при замене стандартного источника освещения интерференционного микроскопа парой светодиодов, установленной в фокусе системы освещения микроскопа. Длины волн излучения этих светодиодов должны различаться между собой. Блок-схема проведения измерений приведена на рис. 4.

Для проведения измерений актюатор с отражающим зеркалом устанавливается в фокусе интерференционного микроскопа и возбуждается последовательностью импульсов с длительностью τ_1 и пе-



Рис. 4. Структурная схема измерения перемещений поверхности актюатора в динамическом режиме

E — источник постоянного напряжения; BQ — измеряемый актюатор на жесткой опоре; pV — вольтметр; A — измеритель микроперемещений

риодом следования т2, превышающим время релаксационных процессов при колебаниях актюатора. На светодиоды подается импульсное напряжение питания от формирователя, синхронизированного с задающим генератором. Длительность импульсов питания светодиодов намного меньше времени возбуждения преобразователя. При подаче импульса питания актюатора (или чуть раньше) поверхность еще не деформированного актюатора освещается одним из светодиодов (опорным), т. е. в поле зрения микроскопа мы имеем систему интерференционных полос, например зеленого цвета, соответствующую недеформированному состоянию актюатора. Второй светодиод (стробирующий, или измерительный) включается с задержкой τ₂ относительно первого светодиода и дает в поле зрения систему полос, соответствующую состоянию актюатора через время та после начала деформации актюатора под действием возбуждающего импульса. Вывод импульсов включения светодиодов и возбуждающего напряжения на экран двухлучевого осциллографа позволяет визуально контролировать времена сдвига включения измерительного светодиода относительно опорного светодиода и возбуждающего импульса. Естественно, вся система возбуждения актюатора, подсветки и контроля должна быть жестко синхронизирована. Изменяя время задержки относительно возбуждающего импульса от 0 до периода следования возбуждающих импульсов, при коротких импульсах включения второго светодиода мы можем измерять деформации поверхности актюатора в течение всего времени возбуждения актюатора.

Рассмотрим методику проведения измерений более подробно.

Освещение поверхности актюатора одним светодиодом с длиной волны λ_1 (предположим, зеленого цвета) дает систему полос с расстоянием между полосами l_1 . Одновременное освещение той же поверхности светодиодом с длиной волны λ₂ (предположим, желтого цвета) дает систему полос с расстоянием между полосами l₂. Ввиду разных расстояний между полосами обеих систем полос их максимумы и минимумы не совпадают, поэтому обе системы будут смазанными из-за подсветки светодиодами смежных цветов. Вместе с тем найдется линия минимума освещения, которая будет общей для обеих пар светодиодов, т. е. на этой линии будут одновременно гаснуть как зеленые, так и желтые лучи. При большом числе полос в поле зрения такие линии будут расположены через $n = l_1/(l_2 - l_1)$ друг от друга, где l_1 — наименьшая длина волны пары светодиодов.

Для проведения численных измерений нам необходимо установить визирную полосу интерферометра на одну из полос, где имеется одновременное погасание излучения обоих источников. Путем введения времени задержки начнем сдвигать по времени импульс освещения, даваемый вторым светодиодом. Ввиду некоторого запаздывания развития деформаций относительно приложенного напряжения сначала картина изменяться не будет, а затем система полос, связанная со вторым светодиодом, придет в движение относительно первой системы полос.

Предположим, при появлении деформаций поверхности актюатора под действием приложенного напряжения система полос второго светодиода начнет двигаться вверх в поле зрения микроскопа. Черная полоса погасания, общая для обоих диодов, при таком движении вверх желтого изображения перестанет быть общей, а станет полосой гашения только зеленого диода, будет подсвечиваться желтым диодом и вновь станет общей при передвижении всей желтой системы полос на расстояние l_2 .

Вместе с тем при движении желтой системы полос вверх на расстояние $l_2/(l_2 - l_1)$ первая снизу от визирной линии полоса станет общей для обеих светодиодов и полностью погаснет. При дальнейшем движении вверх желтой системы полос на $2l_2/(l_2 - l_1)$ погаснет полоса вторая снизу от визира, при перемещении $n l_2/(l_2 - l_1)$ будет наблюдаться гашение *n*-й полосы, т. е. при движении системы полос вверх полосы полного гашения будут последовательно сдвигаться вниз на одну полосу неподвижной системы полос. При передвижении на полную длину волны подвижной системы полос изображение вернется к первоначальному виду, и при дальнейшем движении процесс будет повторяться, т. е. сначала опять погаснет первая снизу полоса, затем вторая и т. д. При движении системы полос, связанной с перемещением отражающей поверхности, в противоположную сторону, т. е. вниз, последовательно будут гаситься полосы, расположенные сверху от первоначального расположения визира. Таким образом, при освещении отражающей поверхности на актюаторе спаренной системой светодиодов, излучающих свет с разными длинами волн l_1 и l_2 , мы имеем шкалу отсчета с точностью $(l_2 - l_1)/l_2$, где l_2 — большая длина волны излучения пары светодиодов. Естественными трудностями проведения измерений является совмещение излучения обоих фотодиодов в поле зрения микроскопа, а также необходимость плавного увеличения времени запаздывания включения второго светодиода относительно опорного светодиода, так как при скачкообразном изменении интервала задержки излучения второго диода существуют возможность пропустить возврат изображения к первоначальному состоянию, т. е. при снятии отсчета получить ошибку, кратную целому числу длины волны излучения.

Список литературы

1. Сафронов А. Я., Климашин В. М., Парфенов Б. Г., Ярошевич В. А., Никифоров В. Г. Пьезокерамические пакеты и многоблочные актюаторы // Компоненты и технологии. 2002. № 6. С. 75-80.

2. **Пьезоэлектрическая** керамика: принципы и применения. Минск: ООО "ФУ Аинформ". 2003.

3. Отраслевой стандарт "Материалы пьезокерамические", технические условия ОСТ 11 0444—87. 1987. В. Г. Спирин, канд. техн. наук,

Арзамасский политехнический институт, филиал Нижегородского технического университета

КОНТАКТНОЕ СОПРОТИВЛЕНИЕ ТОНКОПЛЕНОЧНОГО РЕЗИСТОРА

Предложена аналитическая модель расчета контактного сопротивления тонкопленочного резистора. Исследована зависимость контактного сопротивления от клина травления. Рассмотрено влияние адгезионного слоя на температурную стабильность резистора. Получены формулы расчета систематической и случайной погрешностей, вносимых контактным сопротивлением.

Тонкопленочные резисторы (ТПР) ввиду их высокой точности и стабильности широко распространены в датчиках и в измерительных системах или устройствах. Такими примерами являются: выходные резисторы акселерометров, входные делители мультиметров, измерительные мосты, резисторные матрицы АЦП и ЦАП. С каждым годом ужесточаются технические требования, предъявляемые к ТПР, прежде всего к уменьшению его размеров, повышению точности и стабильности сопротивления. Одним из видов погрешностей сопротивления ТПР является его контактное сопротивление. Анализ литературы, посвященный расчету контактного сопротивления, проведенный в [1], показывает актуальность и сложность решения проблемы. История рассматриваемого вопроса составляет свыше 40 лет, однако до сих пор не получены формулы для инженерных расчетов. Актуальность решения проблемы вызвана, прежде всего, необходимостью создания высокостабильных резисторов малых размеров с нестабильностью сопротивления не более ± 0,001 % и температурным коэффициентом сопротивления (ТКС) $\pm 1 \cdot 10^{-6}$ 1/°С. Сопротивление ТПР R_0 в первом приближении определяется выражением

$$R_0 = R + R_{\rm K} = \rho l/b + R_{\rm K} = \rho K_{\rm th} + R_{\rm K}, \qquad (1)$$

где R — сопротивление резистивного элемента; ρ — удельное поверхностное сопротивление резистивной пленки; l, b — длина и ширина резистора; $K_{\phi} = l/b$ — коэффициент формы резистора; R_{κ} — сопротивление двух контактов ТПР.

Как видно из формулы (1), контактное сопротивление может оказывать самое прямое влияние на общее сопротивление и стабильность ТПР. По мнению авторов [2, с. 6], контактное сопротивление определяется переходным межслойным удельным сопротивлением, которое возникает вследствие трех факторов:

- образование "сплава" при взаимной диффузии материалов пленок в зоне их перекрытия;
- изменение структуры материала (крупно- или мелкокристаллическая структура), при котором проявляется эффект "стягивания" — изменения сопротивления в межкристальной области;

 возникновение окисных или сернистых соединений (особенно на предприятиях, расположенных вблизи автомобильных трасс) на поверхностях нижних пленок при извлечении подложек из вакуумных установок перед нанесением верхней пленки.

Применение в модели расчета контактного сопротивления переходного удельного сопротивления приводит к совершенно фантастическим результатам. Так, авторы [2, с. 34] утверждают, что сопротивление контакта при длине и ширине перекрытия пленок в 10 мкм составит 1000 Ом, при этом сопротивление резистора с параметрами: р = 100 Ом/□; l = 50 мкм; b = 10 мкм составит 2500 Ом. Если бы приведенные результаты хоть сколько-нибудь соответствовали действительности, то проблемы измерения контактного сопротивления просто бы не существовало, так как реализация ТПР с указанными параметрами на практике не вызывает технологических трудностей. Полученный результат следует объяснить недостатком модели [2, с. 15], который состоит в том, что при расчете контактного сопротивления используется "вероятный диапазон удельных переходных сопротивлений между пленками, конкретные значения которых устанавливаются экспериментально при отработке конкретной технологии для определенного сочетания применяемых материалов". К сожалению, авторы не указывают в [2] и не дают ссылок на литературу, где приводится методика расчета или экспериментального определения переходного удельного сопротивления.

Наиболее достоверная методика расчета контактного сопротивления приведена в [1], где показано, что 82 % силы тока переходит из адгезионного в резистивный слой на длине участка контакта, равной 0,1 мкм, независимо от длины контакта. Модель конструкции контакта в части расположения резистивного, адгезионного и проводящего слоев, приведенная в [1], аналогична рис. 1. Данная модель расчета контактного сопротивления основана на численных методах решения и имеет следующие недостатки:

 численный расчет на компьютере предполагает разработку специальных алгоритмов и создание специальной программы. В таких алгоритмах и программах могут разобраться только специалисты. Кроме того, подобного рода алгоритмы за-





трудняют анализ как самого контактного сопротивления, так и его влияния на стабильность сопротивления ТПР. Эти недостатки ограничивают ее широкое применение на практике;

- в конструкции контакта все пленки представлены в виде прямоугольных параллелепипедов, что не соответствует наиболее распространенному жидкостному методу травления проводящей и адгезионной пленок. Данный метод является изотропным, поэтому на проводящей и адгезионной пленках образуется клин травления [2, с. 59];
- в модели не выделены участки контакта для различных пленок.

В задачу настоящей работы входит разработка физико-математической модели расчета контактного сопротивления, которая не имеет перечисленных выше недостатков модели [1] и может быть использована при инженерных расчетах в проектировании ТПР.

Изучение явления перехода тока из резистивного материала в проводник в плоскости подложки в ТПР сложной формы [3, с. 26; 4] позволяет сделать следующие выводы и допущения при разработке модели расчета контактного сопротивления:

- ток в контакте переходит из резистивного ма-• териала в адгезионный слой по тем же законам, которые наблюдаются в плоских моделях ТПР, что может быть использовано при определении сопротивления участка резистивного слоя контакта;
- ток практически весь переходит из резистивного в адгезионный слой на расстоянии, равном толщине резистивного слоя от начала контакта;
- удельные поверхностные сопротивления резистивного ρ, адгезионного ρ_а и проводящего ρ_п слоев имеют следующее соотношение $\rho > \rho_a > \rho_{\Pi}$;
- ширина всех слоев ТПР одинакова и равна ширине резистора.

Модель конструкции контакта ТПР при клине травления $45^{\circ} < \alpha \le 90^{\circ}$ показана на рис. 1. Согласно этой модели ток из резистивного слоя 1 на участке 2 контакта разворачивается на 90° на расстоянии от начала контакта l_p , равном толщине резистивной пленки t_p , т. е. $l_p = t_p$. Затем ток перпендикулярно проходит участок 3 контакта в адгезионном слое и поступает в участок 4 проводящего слоя контакта. В этом слое ток разворачивается и протекает по всему сечению участка 4, причем верхней границей протекания тока является линия, образующая с адгезионным слоем угол, равный 45°. Из участка 4 ток переходит в электрод ТПР 5, который уже не является элементом контакта и в дальнейшем не рассматривается. Расчет сопротивления электродов ТПР приведен в [5]. Таким образом, расчет сопротивления контакта ТПР сводится к нахождению сопротивлений участков контакта 2-4.

Сопротивление R_p резистивного слоя участка 2 определяется следующим выражением:

$$R_{\rm p} = \rho_{\rm v} l_{\rm pg} / (t_{\rm p} b), \qquad (2)$$

где ρ_{ν} — удельное объемное сопротивление резистивного слоя; l_{pэ} — эквивалентная длина резистивного слоя под контактом; *t*_p — толщина резистивного слоя.

Используя результаты работ [1, 4], преобразуем уравнение (2) к виду

$$R_{\rm p} = m\rho t_{\rm p}/b, \qquad (3)$$

где $m = l_{p \ni}/t_p$. Согласно [4], для $\alpha = 90^{\circ}$ в рассматриваемой модели (рис. 1) значение m = 0,469. Если же клин травления α примет значение 45°, то согласно [3, с. 26] m = 0,564. Учитывая, что при угле клина травления $45^{\circ} < \alpha \le 90^{\circ}$ значение *m* изменяется незначительно, для общности расчета примем m = 0,5. Тогда уравнение (3) преобразуется к виду

$$R_{\rm p} = 0.5 \,\rho t_{\rm p}/b.$$
 (4)

Сопротивление участка З адгезионного слоя при $45^{\circ} < \alpha \le 90^{\circ}$ рассчитаем по формуле

$$R_{\rm a} = \rho_{\rm a} t_{\rm a}^2 / (bt_{\rm p}), \tag{5}$$

где ρ_a , t_a — удельное поверхностное сопротивление и толщина адгезионного слоя.

Сопротивление участка 4 проводящего слоя при $45^{\circ} < \alpha \le 90^{\circ}$ находим в соответствии с выражением

$$R_{\rm m} = 2\rho_{\rm m} t_{\rm m} t_{\rm m} / (b t_{\rm m}) = 2\rho_{\rm m} t_{\rm m} / b, \tag{6}$$

где $\rho_{\Pi} t_{\Pi}$ — удельное поверхностное сопротивление и толщина проводящего слоя.

При изотропном травлении пленок угол клина травления может принимать произвольное значение в диапазоне $0^{\circ} < \alpha \le 45^{\circ}$ [2, с. 61], поэтому представляет интерес исследование влияния угла α на контактное сопротивление.

Модель конструкции контакта ТПР при клине травления $0^{\circ} < \alpha \le 45^{\circ}$ показана на рис. 2. Согласно этой модели, ток из резистивного слоя 1 разворачивается на участке 2 на угол α , проникая под адгезионный слой на длину $l_{\rm p} = t_{\rm p} t g \alpha$. Как видно на рис. 2, ток на участке 3 адгезионного слоя встречает большее сопротивление, чем в модели рис. 1. Это происходит за счет увеличения длины $l_a = t_a/tg\alpha$ и уменьшения ширины участка 3. Ширина t участка 3 определяется выражением $t = (t_{\rm p} t_{\rm g} \alpha) \sin \alpha = t_{\rm p} \cos \alpha$. Ширина *t* минимальна при $\alpha = 45^{\circ}$ и составляет 0,707 t_p . При уменьшении α ширина t будет приближаться к t_p . Ток на участке 4 проводящего слоя разворачивается и протекает по всему сечению проводника. Сопротивления контакта на участках 2-4 при клине травления $0^{\circ} < \alpha \le 45^{\circ}$ будут определяться выражениями



 $0^{\circ} < \alpha \le 45^{\circ}$:



$$R_{\rm p} = 0.564\rho t_{\rm p} t_{\rm p} / (2b t_{\rm p} {\rm tg}\alpha) = 0.564\rho t_{\rm p} / (b {\rm tg}\alpha); \quad (7)$$

$$R_{\rm a} = \rho_{\rm a} t_{\rm a}^2 / (b t_{\rm p} \cos \alpha \sin \alpha) = 2\rho_{\rm a} t_{\rm a}^2 / (b t_{\rm p} \sin 2\alpha); \quad (8)$$

$$R_{\Pi} = 2\rho_{\Pi} t_{\Pi} / (b \mathrm{tg} \alpha). \tag{9}$$

В уравнение (7) введен в соответствии с [3, с. 26] коэффициент m = 0,564. Общее контактное сопротивление ТПР рассчитывается по формуле

$$R_{\rm K} = 2(R_{\rm p} + R_{\rm a} + R_{\rm n}). \tag{10}$$

Рассчитаем контактное сопротивление ТПР для двух вариантов пленок. В первом варианте пленки наносились термическим испарением, а во втором резистивный слой наносили ионно-плазменным напылением, а адгезионный и проводящий слои — электронно-лучевым испарением. Первый вариант пленок, взятый из [1], имел структуру К20С-V-Al, а второй вариант — структуру РС3710-V-Al. В табл. 1 приведены параметры пленок и размеров ТПР для этих вариантов.

Результаты расчета контактного сопротивления в зависимости от клина травления для первого варианта пленок приведены в табл. 2, а для второго — в табл. 3.

При ширине контакта b = 10 мкм расчет сопротивления одного контакта для первого варианта пленок по формулам (4)—(6), (10) показывает, что $R_{\rm K}/2 = 2,42$ Ом. Полученный результат не сопоставим с результатом, полученным в работе [2, с. 34] $(R_{\rm K}/2 = 1000$ Ом).

Анализ табл. 2, 3 показывает, что уменьшение клина травления до значения менее 45° приводит к резкому возрастанию всех составляющих контактного сопротивления. Вместе с тем, клин травления оказывает положительное воздействие на контакт, а именно, при клине травления $\alpha \leq 45^\circ$ искривление тока в контакте происходит значительно меньше, чем при $\alpha = 90^\circ$. В результате неравномерность тока в контакте уменьшается. Следовательно, уменьшается и рассеиваемая мощность вблизи границы контакта и резистивного слоя, что повышает надежность контакта.

Как видно из табл. 2, 3, основной вклад в сопротивление контакта вносит резистивный слой. Сопротивлением проводящего слоя на участке 4 можно пренебречь. Сопротивление адгезионного слоя в контакте в некоторых случаях сопоставимо с сопротивление меньтакта, вносимое адгезионным слоем, в первом варианте значительно меньше, чем во втором. Это объясняется тем, что толщина адгезионного слоя в первом варианте существенно больше. Таким образом, температурную нестабильность сопротивления ТПР будет определять сопротивление адгезионного слоя, так как металлы имеют большой ТКС. Проведем оценку влияния адгезионного слоя на температурную стабильность сопротивления ТПР. Это влияние будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления будет в значительной степени зависеть от угла клина травления. Температурная нестабильность сопротивления (11), а при 0° < $\alpha \le 45^\circ$ — выражением (12):

$$\delta R_{\rm aT} = 2\alpha_{\rm a}\Delta T R_{\rm a}/R = 2\alpha_{\rm a}\Delta T \rho_{\rm a} t_{\rm a}^2/(\rho l t_{\rm p}); \qquad (11)$$

$$\delta R_{\rm ar} = 4\alpha_{\rm a}\Delta T \rho_{\rm a} t_{\rm a}^2 / (\rho l t_{\rm p} \sin 2\alpha), \qquad (12)$$

где α_a — ТКС адгезионного слоя; ΔT — диапазон температур.

Используя данные табл. 1—3, проведем расчет нестабильности сопротивления ТПР по формулам (11), (12) при $\alpha_a = 0,00036 \text{ 1/°C}; \Delta T = 80 \text{ °C}.$ Результаты расчета приведены в табл. 4.

Как следует из табл. 4. создание ТПР малой длины (*l* ≤ 100 мкм) с температурной нестабильностью менее 0,001 % при клине травления $\alpha \leq 45^{\circ}$ становится проблематичным для первого варианта пленок и невозможным для второго варианта пленок. Таким образом, адгезионный слой ограничивает создание стабильных сопротивлений ТПР с длиной менее 100 мкм. Исключение адгезионного слоя из структуры пленок ТПР это ограничение снимает. В этом случае стабильность сопротивления ТПР будет определяться только стабильностью сопротивления резистивного слоя. Следует отметить, что для более строгого расчета температурной нестабильности сопротивления ТПР по формулам (11), (12) необходимо использовать экспериментально полученные значения ТКС термообработанной пленки адгезионного слоя.

Для повышения стабильности сопротивления ТПР необходимо применение анизотропных (в ча-

Таблица 1

Параметры пленок и размеров ТПР для расчета контактного сопротивления

Вариант	ρ, Ом/□	<i>t</i> _р , мкм	ρ _a , Ом/□	<i>t</i> _a , мкм	ρ _п , Ом/□	<i>t</i> _п , мкм	<i>l</i> , <i>b</i> , мкм
1	500	0,1	5	0,2	0,05	1	100
2	1000	0,03	330	0,03	0,035	1,25	100

Таблица 2

α, °	<i>R</i> _р , Ом	<i>R</i> _a , Ом	<i>R</i> _п , Ом	<i>R</i> _к /2, Ом	<i>R</i> _к , Ом	δ <i>R</i> _{кс} , %
7,5	2,1742	$\begin{array}{c} 0,1545\\ 0,08\\ 0,0462\\ 0,04\\ 0,02 \end{array}$	0,0076	2,30415	4,6083	0,9217
15	1,0524		0,0037	1,13617	2,2723	0,4545
30	0,4884		0,0017	0,53636	1,0727	0,2145
45	0,282		0,001	0,323	0,646	0,1292
90	0,25		0,001	0,271	0,542	0,1722

Расчет контактного сопротивления для первого варианта пленок

Таблица 3

Расчет контактного	о сопротивления	для	второго	варианта	пленок
--------------------	-----------------	-----	---------	----------	--------

α, °	<i>R</i> _р , Ом	<i>R</i> _a , Ом	<i>R</i> _п , Ом	<i>R</i> _к /2, Ом	<i>R</i> _к , Ом	δ <i>R</i> _{кс} , %
7,5	1,2852	0,765	0,0066	$\begin{array}{c} 2,05686\\ 1,03073\\ 0,52321\\ 0,36808\\ 0,24988\end{array}$	4,1137	0,4114
15	0,6315	0,396	0,0033		2,0615	0,2061
30	0,2931	0,2286	0,0015		1,0464	0,1046
45	0,1692	0,198	0,0009		0,7362	0,0736
90	0,15	0,099	0,0009		0,4998	0,05

Таблица 4

Температурная нестабильность	δR_{at}	%,	сопротивления	ТПР
------------------------------	-----------------	----	---------------	-----

α, °	7,5	15	30	45	90
Вариант 1	0,0017804	0,0009216	0,0005321	0,0004608	0,00023
Вариант 2	0,0044065	0,00228096	0,0013169	0,00114048	0,00057

стности, плазмохимического) методов травления адгезионного слоя. Однако более радикальным методом является исключение адгезионного слоя. Это возможно только при напылении резистивного и проводящего слоев в один технологический цикл. В этом случае будет наблюдаться плавный переход тока из резистивного в проводящий слой независимо от клина травления. Контактное сопротивление будет примерно равно сопротивлению участка 2 резистивного слоя $R_{\rm K} = 2R_{\rm p}$. При этом сопротивление $R_{\rm p}$ рассчитывается по формуле (7).

^г Оценим относительную погрешность $\delta R_{\rm kc}$, которую вносит резистивный слой, как основную составляющую контактного сопротивления:

$$\delta R_{\rm KC} = R_{\rm K}/R = 2R_{\rm p}/R = 2mt_{\rm p}/l. \tag{13}$$

Как это следует из выражения (13), относительная погрешность прямо пропорциональна величине *m*, которая, в свою очередь, зависит от угла клина травления (при уменьшении угла *m* возрастает), толщине резистивного слоя и обратно пропорциональна длине ТПР. Данная погрешность является систематической. При значениях длины ТПР, сопоставимых с толщиной резистивного слоя погрешность, рассчитанная по формуле (13), резко возрастает. Эту погрешность имеет смысл учитывать при проектировании ТПР согласно формулам (1), (4), (7), если $\delta R_{\rm KC} \ge 1 \%$. Откуда, преобразуя (13), получаем $l \le 2mt_p/0,01$. Если принять m = 0,5; $t_p = 0,1$ мкм, то $l \le 10$ мкм.

Случайная погрешность, вносимая контактным сопротивлением $\delta R_{\rm k}$, будет определяться в основном случайной погрешностью длины δl ТПР. Ее можно рассчитать по формуле

$$\delta R_{\rm K} = 2mt_{\rm p} \delta l/l. \tag{14}$$

Как следует из формулы (14), если $l < 10t_p$, что практически всегда выполняется, то эту погрешность можно не учитывать при проектировании ТПР.

Формулы (13), (14) позволяют объяснить трудность экспериментального измерения контактного сопротивления. Для того чтобы сопротивление ТПР было чувствительно к контактному сопротивлению, надо согласно (13) уменьшать длину ТПР. Однако при этом резко возрастает случайная погрешность длины ТПР, которая определяется технологией ее формирования. Например, при фотолитографии случайная погрешность длины ТПР может достигать единиц микрометров [6]. Поэтому именно эта погрешность будет определять разброс сопротивлений изготовленных ТПР. Чтобы экспериментальное измерение контактного сопротивления было возможно с позиции метрологии, надо потребовать выполнения условия $\delta R_{\rm k} \ge 3\delta l$. Это условие выполнимо при $l \le 2mt_{\rm p}/3$. Если принять m = 0,564; $t_{\rm p} = 100$ нм, то $l \le 37$ нм. Последнее соотношение означает, что для экспериментального измерения контактного сопротивления необходимо формирование длины ТПР не более 33 нм с погрешностью не более 10 %, т. е. ± 4 нм. Такие размеры и точности формирования длины ТПР не могут обеспечить даже современные нанотехнологии.

Выводы

- Получены физико-математические модели контактного сопротивления ТПР при произвольном клине травления пленок. Основной вклад в контактное сопротивление вносят сопротивления резистивной и адгезионной пленок, входящих в конструкцию контакта. Проводящий слой (участок 4) при рассмотренных толщинах пленок практически не оказывает влияния на контактное сопротивление.
- Расчеты сопротивлений контакта на участках 3, 4, приведенные в [1] и в настоящей работе, полностью совпадают. Сопротивления контакта на участке 2 существенно различаются при разных методах расчета: $R_p = 0,39$ Ом [1] и $R_p = 0,25$ Ом согласно табл. 2. Более точный расчет по формуле (3) при m = 0,441 [4] еще более уменьшает сопротивление контакта на участке 2 ($R_p = 0,22$ Ом). Полученный результат расчета сопротивления одного контакта оказался более чем в 400 раз меньше, чем результат, приведенный в работе [2, с. 34].
- Исследована зависимость контактного сопротивления от угла клина травления проводящего и адгезионного слоя. Уменьшение клина травления до значения менее 45°, приводит к увеличению всех составляющих контактного сопротивления. Однако клин травления уменьшает неравномерность плотности тока в контакте, что повышает его надежность.

- Проведена оценка влияния сопротивления адгезионного слоя на температурную стабильность ТПР с размерами b = l = 100 мкм. Для повышения стабильности сопротивления ТПР необходимо использовать анизотропные методы травления адгезионного слоя или исключить адгезионный слой из конструкции ТПР путем применения соответствующих методов напыления пленок.
- Сопротивление участка 2 контакта имеет стабильность, равную стабильности участка 1 резистивного слоя. Однако это сопротивление увеличивает сопротивление ТПР и является систематической методической погрешностью, которую следует учитывать при проектировании резисторов малой длины (*l* < 10 мкм).
- Трудность непосредственного измерения контактного сопротивления в составе ТПР состоит в том, что на сопротивление ТПР значительно сильнее влияет погрешность формирования длины, чем контактное сопротивление. Точное измерение контактного сопротивления возможно только при небольшой погрешности (не более 10 нм) либо формирования, либо измерения длины ТПР.

Список литературы

1. Лугин А. Н. Электрическое сопротивление контакта тонкопленочных резисторов / А. Н. Лугин, М. М. Оземша // Технология и конструирование в радиоэлектронной аппаратуре. 2006. № 6. С. 15-20.

2. Гильмутдинов А. Х. Модели оценки пленочных контактов и резисторов с распределенными параметрами / А. Х. Гильмутдинов, Ю. П. Ермолаев. Казань: ЗАО "Новое знание", 2005. 76 с.

3. Гимпельсон В. Д. Тонкопленочные микросхемы для приборостроения и вычислительной техники / В. Д. Гимпельсон, Ю. А. Радионов. М.: Машиностроение, 1976. 328 с.

4. Потехин В. А. Расчет функции числа квадратов углового участка тонкопленочного резистора / В. А. Потехин, В. Г. Спирин, Б. Д. Шурыгин // Прогрессивные технологии в машино- и приборостроении. Межвузовский сборник статей по материалам Всероссийской НТК с участием международных специалистов. Н. Новгород — Арзамас, НГТУ АФ НГТУ, 2003. С. 366—369.

5. Спирин В. Г. Оценка влияния сопротивления электродов на погрешность тонкопленочного резистора / В. Г. Спирин // Вестник МВВО. Серия: Высокие технологии в радиоэлектронике, информатике и связи. Н. Новгород. 2003. Вып. 1 (9). С. 11–14. 6. Спирин В. Г. Оценка производственных погрешно-

стей тонкопленочных элементов / В. Г. Спирин // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. 2004. № 4. C. 50-53.

Молекулярная электроника И БИОЭЛЕКТРОНИКА

УДК 621.3.049.7.002

Е. И. Соленов¹, д-р биол. наук, **Л. К. Попов²,** канд. физ.-мат. наук, **А. Г. Шевцова³**;

Институт цитологии и генетики СО РАН, Новосибирский государственный университет; Институт физики полупроводников СО РАН; ³ Новосибирский государственный технический университет

ОПТИЧЕСКАЯ ДЕТЕКЦИЯ АФФИННЫХ БЕЛКОВЫХ КОМПЛЕКСОВ В МИКРОЖИДКОСТНЫХ УСТРОЙСТВАХ

Рассмотрена возможность обнаружения аффинных комплексов, формирующихся на поверхности твердой фазы, по изменению интенсивности проходящего света с длиной волны, соответствующей максимальному поглощению лабильного компонента формирующегося комплекса, и реализации этого принципа детекции в микрожидкостных устройствах.

В результате проведенных экспериментов с микрожидкостными устройствами двух различных конструкций, обеспечивающих многократное прохождение УФ излучения через монослои адсорбированных аффинных комплексов, показана принципиальная возможность детектирования формирующихся комплексов оптическими методами.

Введение

Микрожидкостные устройства являются, по-видимому, самым востребованным разделом микросистемной техники. Активно ведется разработка микрожидкостных устройств для биохимических и биологических применений [1]. Данная работа посвящена исследованию возможности оптической регистрации аффинных белковых комплексов в микрожидкостных устройствах. В настоящее время для решения задач анализа сложных биологических жидкостей и в целях медицинской диагностики повсеместно применяют методы, основанные на явлении специфического связывания с участием биологических макромолекул. Наиболее часто в подобных исследованиях используют специфические антитела, наработанные против определенных антигенов. Спектр использования таких методов весьма широк, и их полезность не вызывает сомнения. В большинстве случаев специфичность узнавания своего лиганда антителом или другой связывающей макромолекулой настолько высока, что исследуемые смеси не требуют дополнительных процедур по обогащению анализируемыми молекулами, и основной задачей является количественное определение образующихся аффинных комплексов. Решение последней задачи достигается рядом методов, из которых наиболее распространенными являются методы с применением радиоактивных нуклидов (RIA) [2] и систем ферментов, фиксированных на твердой фазе с использованием флуоресцентных субстратов (ELISA) [3]. Пока не выходят из стадии разработки перспективные методы анализа, основанные на принципах флуоресцентной корреляционной спектроскопии (FCS) [4], флуоресцентного и биолюминесцентного резонансного переноса энергии (FRET, BRET) [5, 6].

Данная работа посвящена исследованию принципиальной возможности реализации оптического метода детектирования аффинных комплексов. В наших экспериментах мы изучали возможность обнаружения аффинных комплексов, формирующихся на поверхности твердой фазы, по изменению интенсивности проходящего света с длиной волны, соответствующей максимальному поглощению лабильного компонента формирующегося комплекса, и реализации этого принципа детекции в микрожидкостных устройствах.

Методы исследования

Конструкции и материалы микрожидкостных устройств. Для уверенной регистрации поглощения УФ излучения в монослоях адсорбированных молекул необходимо было обеспечить многократное прохождение излучения через эти слои. С этой целью для проведения экспериментов нами были разработаны и использованы два варианта макета микрожидкостных устройств (МЖУ). В первом из них для изготовления устройства использовался прозрачный для УФ материал и излучение направлялось по нормали к поверхности стенок каналов, по которым протекали растворы и в которых осуществлялась адсорбция. Во втором варианте был реализован другой принцип, обеспечивающий многократное прохождение излучения через монослой адсорбированных молекул: МЖУ изготавливалось из непрозрачного для УФ материала и излучение направлялось вдоль канала, по которому протекали растворы. Прохождение излучения через адсорбированные слои осуществлялось в процессе многократных отражений излучения от стенок канала.

Принципиальная схема *первого варианта* представлена на рис. 1, *а*. Схема представляет собой набор прозрачных для УФ излучения кварцевых пластинок, выполненных из кварца КУ-1, с небольшими (≈ 100 мкм) промежутками между ними. Поверхность кварца после отмывки с использованием хромовой смеси подвергалась специальной химической обработке, включавшей плазмохимическую обработку поверхности в атмосфере кислорода на установке планарного типа при частоте 13,56 МГц, мощности 0,1 Вт/см² и давлении кислорода в реакторе 6,4 · 10⁻² мм рт. ст.

Этот набор пластин помещался с помощью фиксатора из коррозионно-стойкой стали в кварцевую кювету. С помощью подводящей насосной системы держатель с размещенными в нем пластинами заполнялся анализируемыми растворами. После удаления раствора и промывки МЖУ мы имели возможность регистрировать изменения поглощения проходящего света, обусловленные формированием аффинных комплексов на поверхностях кварцевых пластин.

Второй вариант макета микрожидкостного устройства представлен на рис. 1, б. В качестве его основного элемента мы использовали микроканаль-



Рис. 1. Схемы микрожидкостных устройств МЖУ:

a — схема рабочей области МЖУ с набором параллельных кварцевых пластин; δ — схема рабочей области МЖУ на основе микроканальной пластины; 1, 2 — трубки, обеспечивающие циркуляцию раствора через рабочую область; 3 (a) — кварцевые пластинки; 3 (δ) — микроканальная пластина; 4 — держатель

ную пластину (МКП). Были использованы пластины МКПО 18-10, каналы которых имели диаметр 9,5 мкм с шагом структуры 11,5 мкм. Угол наклона каналов по отношению к нормали составлял 6°. Толщина пластины (длина канала) — 0,4 мм.

Как и первый вариант, данная конструкция включает систему циркуляции через трубки 1, 2. Микроканальная пластина 3 располагается в соответствующем держателе 4 и через нее пропускается излучение. При пропускании через каналы пластины раствора исследуемого агента происходит его адсорбция на поверхности каналов, что в свою очередь приводит к изменению оптических свойств МЖУ. Эти изменения могут быть зарегистрированы и обработаны в цифровом виде.

МКП помещалась в оправу из коррозионностойкой стали. Крепление пластины к оправе осуществлялось с помощью слоя индия путем холодной сварки давлением. Пластина в оправе помещалась в корпус из коррозионно-стойкой стали с двумя кварцевыми окнами для пропускания УФ излучения. Уплотнение оправки в корпусе было выполнено в виде фторопластовых прокладок. С одной стороны пластины находился входной канал, через который в устройство подавались растворы реагентов, с другой стороны — выходной канал.



a -схема экспериментальной установки; b -схема циркуляции растворов в экс-

периментальной установке: 1 - спектрофотометр; 2 - переключатель режимов измерений (развертка по

7 — спектрофотометр, 2 — переключатель режимов измерений (развертка по спектру — развертка по времени); 3 — аналого-цифровой преобразователь (АЦП); 4 — персональный компьютер

Экспериментальная установка. Оптические измерения проводились на установке, состоявшей из спектрофотометра Shimadzu UV-300, аналого-цифрового преобразователя и персонального компьютера (рис. 2, *a*). МЖУ располагалось в оптическом тракте спектрофотометра. Конструкцией спектрофотометра предусмотрены измерения спектральных и временных зависимостей поглощения излучения. Переход из одного режима в другой осуществлялся с помощью переключателя 2.

Биохимические материалы и методы. Буферная среда. Реакции аффинного связывания проводили в водной среде, pH которой поддерживали в нейтральной области (pH 6.8...7.2) 0,005 М трис-ацетатным буфером, содержащим 0,001 М ЭДТА.

Компоненты аффинных комплексов. В настоящем проекте исследования проводили на аффинных комплексах двух типов: стероид—белок и белок—белок.

Комплексы стероид—белок исследовали на примере аффинного взаимодействия кортикостероидного гормона кортикостерона и выделенного из плазмы крови его транспортного белка транскортина, способного специфически связывать этот гормон.

Препарат транскортина получали из плазмы крови крыс трехстадийным процессом, включающим фракционирование сульфатом аммония, когда содержание транскортина повышалось до 97-99 % по белку. Следующий этап очистки осуществлялся с использованием последовательно гельфильтрации и высокоэффективной ионообменной хроматографии (FPLC) на колонке Mono-Q, после этого этапа белок обнаруживался в электрофоретической системе Laemly как одна мажорная полоса. Мы использовали препарат кортикостерона компании Serva (Germany), а также меченый по тритию препарат кортикостерона (4 - 10)Ci/mmol), ("Изотоп", Санкт-Петербург).

Для создания аффинной системы белок—белок мы применили коммерческие моноклональные антитела к бычьему сывороточному альбумину (Sigma) и препарат бычьего сывороточного альбумина (БСА) (Sigma). Антитела применяли в разведении 1/10000.

В качестве неспецифического лиганда в этой системе применяли препарат белка β -глюкуронидазы марки "А" (НПО Биохимреактив, Олайн). Во всех случаях осаждение белка на поверхность подложки проводилось непосредственно из водных растворов с концентрацией белка 40—50 мг/мл.

Протокол экспериментов. После сборки МЖУ помещали в оптический тракт спектрофотометра. Далее мы измеряли поглощение света в МЖУ в условиях, когда через устройство

протекала дистиллированная вода. Затем через устройство пропускали экспериментальные растворы согласно приводимому ниже экспериментальному протоколу. Циркуляция растворов в экспериментальной установке осуществлялась по приводимой схеме (рис. 2, б). Растворы прокачивались через МЖУ с помощью перистальтического насоса. Кран 1 служил для переключения между резервуаром с раствором исследуемого белка и резервуаром с буферным раствором (0,005 М трис-ацетат, рН 6.8...7.2). Кран 2 позволял реализовать два режима: циркуляцию раствора по замкнутому контуру и слив раствора.

Измерения проводили в следующем порядке: на первом этапе осуществлялись заполнение и промывка системы. Затем регистрировалось пропускание МЖУ путем измерения спектральной характеристики или регистрация пропускания на длинах волн 210 и 280 нм. Затем в МЖУ в течение 10-12 ч устанавливали режим циркуляции раствора белка. При этом на поверхность каналов (неподвижную фазу) осаждался транскортин или БСА. Концентрация исследуемого белка в системе была 40-50 мг/мл. После удаления раствора белка и отмывки неосажденного белка в течение 10-12 ч вновь регистрировалось пропускание в целях обнаружения изменений, вызванных адсорбцией белка в МЖУ. На следующем этапе для формирования комплексов с антителами в течение 10-12 ч устанавливали режим циркуляции через МЖУ раствора антител. Раствор специфических антител, способных образовать с адсорбированными молекулами БСА специфическую связь, циркулировал в разведении 1/10000. В контрольных экспериментах этой серии применяли белок, не являющийся специфическим антигеном для применявшихся антител. Изменения пропускания после удаления и отмывки несвязавшихся антител в течение 10-12 ч позволяли судить об образовании специфической связи между белком и антигеном. Все эксперименты проводились в водной среде. На протяжении всего цикла экспериментов поддерживали непрерывный режим протекания растворов через МЖУ.

Статистический анализ. Достоверность различий биохимических данных определяли, используя *t*-критерий. Результаты представлены как $M \pm se$, где M — математическое ожидание, se — ошибка среднего. Различия считали достоверными при p < 0,05, где p — уровень доверительности. Статистическую обработ-ку сигнала спетрофотометра проводили методом однофакторного анализа, результаты представлены как $M \pm SD$, где SD — стандартное отклонение.

Результаты и обсуждение

Исследования оптических свойств комплексов транскортина и кортикостерона проводили в МЖУ, изготовленном из четырех параллельных пластинок оптического кварца, на которых формировались восемь монослоев сорбированного транскортина. В этой системе изучали спектр поглощения моно-



Рис. 3. Спектр пропускания комплекса транскортин — корти-костерон на поверхности кварца:

ось ординат — пропускание света, нормированное на максимум; ось абсцисс — длина волны проходящего света; 1 — транскортин; 2 — комплекс



Рис. 4. Изменение поглощения света в МЖУ на основе МКП в последовательных стадиях эксперимента по формированию аффинных комплексов:

a — образец записи сигнала; δ — формирование специфических комплексов антиБСА с БСА; e — совместная инкубация антиБСА с β -глюкуронидазой. Стадии эксперимента: I — поглощение в отсутствие белка; 2 — поглощение света после осаждения белка-антигена в каналах МЖУ; 3 — комплексы антиген — антиБСА; 4 — разностное поглощение света (между 2 и 3), пропорциональное числу образовавшихся комплексов. Темные столбцы на рис. 4 δ , e соответствуют поглощению на длине волны 280 нм; светлые — 210 нм

слоев транскортина и сравнивали его с аналогичным спектром, который получали после 18-часовой инкубации системы с кортикостероном, циркулирующим с концентрацией 10^{-8} М. Во всех экспериментах было зарегистрировано повышение поглощения монослоями комплексов в области 240 нм, что является характерным максимумом поглошения кортикостероидных гормонов. Результаты эксперимента представлены на рис. 3. По оси ординат здесь отложено пропускание света, нормированное на максимум, по оси абсцисс — длина волны проходящего света в нанометрах. В нашей ячейке пик поглощения, определяемый кортикостероном, составлял до 10 % от поглощения света с длиной волны 240 нм слоями молекул транскортина. Для определения плотности формирующихся комплексов в аналогичных условиях проводили связывание кортикостерона, меченого тритием (*SB* = 110 ± 15 ; *NS* = 88 ± 9 ; $T = 198 \pm 7 \text{ мин}^{-1}$ (n = 10) (p < 0.05), (специфическое, неспецифическое, общее связывание соответственно). В этих экспериментах установили, что комплексы образуют слой с плотностью связывающих центров 1,0—0,5 фмоль/мм².

В данной серии экспериментов была показана возможность оптической регистрации аффинных комплексов транскортина и кортикостерона путем измерения поглощения света с длиной волны, соответствующей максимуму поглощения кортикостерона в МЖУ, изготовленном с использованием прозрачных подложек и прохождением УФ излучения по нормали к поверхности.

На следующем этапе была исследована возможность оптической регистрации белковых аффинных комплексов в макете МЖУ на основе МКП. В наших экспериментах для исследования эффективности измерения поглощения проходящего света при многократных отражениях от стенок каналов размер светового пятна на поверхности МКП был 5 мм², что должно соответствовать $1,2 \cdot 10^4$ каналов, задействованных параллельно. При исследовании белковых комплексов мы измеряли поглощение света с длинами волн, соответствующими максимумам поглощения ароматических радикалов фенилаланина (280 нм) и пептидной связи (210 нм). В таких условиях соотношение сигнал/шум, определяемое как отношение амплитуды к стандартному отклонению сигнала (A/sd), было лучше 150.

Для экспериментов с конструкцией МЖУ на основе МКП мы использовали биохимическую систему, образованную из бычьего сывороточного альбумина и специфических моноклональных антител к этому белку. Как видно из рис. 4, *a*, *б*, формирование специфических комплексов на поверхности стенок в микроканалах приводит к значительному ослаблению интенсивности проходящего через МЖУ света (170 и 160 % на длинах волн 210 и 280 нм соответственно). Для проверки степени специфичности комплексов, которые образуют антитела в данных условиях были проведены эксперименты, в которых БСА был заменен на неспецифический для применявшихся антител белок β -глюкуронидазу. Осталь-

ные условия эксперимента оставались неизменными. В этих экспериментах, как видно из рис. 4, *в*, инкубация с антителами вызвала весьма малый прирост поглощения света в МЖУ. Это подтверждает, что в случае специфического лиганда основной эффект поглощения излучения обусловлен образованием специфических аффинных комплексов. В то же время образование небольшого числа комплексов в контрольном эксперименте, с одной стороны, повидимому, связано с присутствием некоторых примесей БСА в коммерческом препарате β-глюкуронидазы, с другой стороны — возможно незначительное формирование комплексов в результате кросс-реакции, поскольку в исследовании использовали препарат моноклональных антител, которые обычно менее специфичны по сравнению с антителами, полученными методом истощения иммунной антисыворотки.

Заключение

В результате проведенных экспериментов с МЖУ двух различных конструкций показана возможность формирования в них специфических аффинных комплексов и детектирования образовавшихся комплексов оптическими методами. Результаты работы позволяют сделать вывод о принципиальной возможности применения такого подхода для детекции аффинных взаимодействий молекул, обладающих характерными спектрами поглощения для решения задач изучения формирования специфических аффинных комплексов в фундаментальных исследованиях и в целях медицинской диагностики.

Авторы выражают благодарность канд. физ.-мат. наук, ведущему научному сотруднику П. П. Добровольскому за помощь в создании микрожидкостных устройств.

Работа поддержана грантами № 164 СОРАН, РФФИ 05-04-48213

Список литературы

1. Mastrangelo C. H., Burns M. A., and Burke D. T. Microfabricated Devices for Genetic Diagnostics // Proceedings of the IEEE, 1998. August issue. P. 1-15.

2. Jacqmin P., Lesne M. Comparison between radio-immuno-assay and radio receptor assay for the measurement of benzodiazepines in biological samples // J. Pharm Belg. 1984. Jan-Feb. 39 (1). P. 5–14.

3. Assink H. A., Brouwer H. J., Blijenberg B. G., Leijnse B. The influence of the label on the quality of a solid-phase immunoassay: evaluation of a commercial ELISA kit for serum ferritin // J. Clin. Chem. Clin. Biochem. 1983. 21 (11). P. 695–702.

// J. Clin. Chem. Clin. Biochem. 1983. 21 (11). P. 695-702.
4. Zeno Fo E Ldes-Papp, Ulrike Demel, Wolfgang Domej, and Gernot P. Tilz. A New Dimension for the Development of Fluorescence-Based Assays in Solution. Physical Principles of FCS Detection to Biological Applications // Exp. Biol. Med. 2002. V. 227 (5). P. 291-300.

5. Nam Ki Lee, Achillefs N. Kapanidis, You Wang, Xavier Michalet, Jayanta Mukhopadhyay, Richard H. Ebright, and Shimon Weiss. Accurate FRET Measurements within Single Diffusing Biomolecules Using Alternating-Laser Excitation // Biophysical Journal. April 2005. Vol. 88. P. 2939–2953.

6. **Kenworthy A. K.** Imaging protein-protein interactions using fluorescence resonance nergy transfer microscopy // Methods. 2001. Jul. 24 (3). P. 289–296.

Фююсти нанотехнологий

Адениновые хвосты помогут сделать генные чипы массовыми

Исследователи из Национального института стандартов и технологий (NIST) и Университета Мэриленда (University of Maryland — UMD) продемонстрировали простую и эффективную технику химического присоединения отдельных цепей ДНК к золотой поверхности.

Это открытие ученых достаточно важно, так как на основе золотых пластинок с матрицами, состоящими из цепей ДНК, можно создать ряд наносенсоров, идентифицирующих ряд генов. Эти генные чипы будут весьма полезны как в биотехнологической промышленности, так и в медицине. С их помощью можно будет на ранних стадиях идентифицировать то или иное генетическое заболевание.

Ранее короткие фрагменты цепочек ДНК ученые могли присоединять (рис. 1) к стеклянным, кремниевым и золотым поверхностям, однако процесс этот довольно трудоемкий и сенсоры, произведенные таким образом, зачастую не выходят за пределы лабораторий, где были сконструированы.



Рис. 1. Схема "прилипания" ДНК-фрагментов к подложке

Новый метод основан на использовании длинных цепей, состоящих из одного типа оснований — аденина. Как оказалось, длинные адениновые хвосты имеют высокую степень адгезии к золотой поверхности, поэтому ученым удалось быстро и эффективно прикрепить цепочки ДНК, просто нанеся их на подложку.

Как уверены ученые, их открытие позволит сделать генные чипы массовой продукцией.

Источник: EurekAlert: Adenine 'tails' make tailored anchors for DNA (<u>http://www.eurekalert.org/pub_releases/2006-12/ni-</u> os-am 122206.php)

Золотые наноштыри предупредят о развитии болезней сердца

Ученые из Мичиганского Универистета установили, что золотые наноштыри можно использовать для фотоакустического наблюдения за воспаленными клетками.

Nanotechweb сообщает, что с помощью такой визуализации ученые вскоре смогут выявить на ранних стадиях заболевания головного мозга и сердца, а также артрит.

Фотоакустическая технология отображения основана на преобразовании света в акустические сигналы. При освещении живой ткани она быстро нагревается и, как следствие, расширяется, что приводит к образованию акустической волны. Последнюю ученые могут наблюдать с помощью сверхчувствительного ультразвукового приемника.

Как оказалось, золотые наноштыри подходят как нельзя лучше в качестве агентов для фотоакустического отображения. Помимо хорошей биосовместимости с живой тканью наноштыри еще интенсивно поглощают падающий на них свет в инфракрасном диапазоне.

Кэнг Ким (Kang Kim) и его коллеги взяли за основу клетки пупочной вены человека. Их химически стимулировали биомаркером ICAM-1 для того, чтобы в них началось воспаление. После этого в культуру добавили золотые наноштыри. Через полчаса культуру поместили в солевой раствор и исследовали с помощью фотоакустического метода. Для сравнения учеными была исследована не стимулированная культура. Оказалось, что акустическая интенсив-



Рис. 2. Контрастное изображение культуры клеток с диагностическими наноштырями

ность от "больных" клеток на 10 дБ выше, чем у не стимулированных.

Как говорит Ким, по высококонтрастным изображениям образцов (рис. 2), полученных учеными, можно установить на ранних стадиях ишемию мозга и другие заболевания сердечно-сосудистой системы на ранних стадиях in vitro. При этом стоимость диагностики сравнительно невелика.

Источник: Nanotechweb: Gold nanorods image inflamed cells (<u>http://nanotechweb. org/articles/news/6/6/17/1</u>)

На RoboCup 2007 стартует первый в мире нанофутбольный матч!

О нанороботах известно многим. Известно также и то, что их чрезвычайно трудно построить и управлять ими. Пока нанороботы, ремонтирующие клетки человека, — очень отдаленная перспектива будущего. Однако, что бы вы сказали, узнав, что отдаленный прототип нанороботов уже существует и, более того, может играть в футбол? Нелепость? Нет, факт — вместо того, чтобы подарить человечеству бессмертие, механические создания на сегодняшний день развлекаются на футбольном поле, которое меньше рисового зерна!

Представьте себе механического Пеле или Дэвида Бекхема размером в шесть раз меньше амебы, играющего мячом с диаметром не более толщины человеческого волоса в футбол на поле, которое может уместиться на рисовом зерне. Научная фантастика? Нет, уже реальность.

Итак, представляем: первый в мире нанофутбольный матч! Национальный институт стандартов и технологий (NIST) США объявил о проведении первого нанофутбольного матча на выставке-соревновании RoboCup 2007 в Атланте 7—8 июля.

RoboCup — ежегодное соревнование в области робототехники и искусственного интеллекта применительно к игре в футбол. Роботы и механические команды разных моделей борются за звание лучшего робота-футболиста.

NIST надеется, что футбольное соревнование наноразмерных роботов покажет работоспособность полупроводниковых микроэлектромеханических устройств (МЭМС), а также реальность того, что



Рис. 3. Чип соревнования на 16 футбольных полей



Рис. 4. Представитель команды Carnegie Mellon University (Pittsburgh, Pa) длиной около 300 мкм (Al, SiO₂)

микророботы могут быть достаточно разнообразными и гибкими устройствами.

В перспективе NIST планирует проводить отдельные соревнования по нанофутболу. В 2008 г. в составе лиги "Нанограмм" (Nanogram League) будут сражаться пять команд микроботов, созданных пятью различными научно-исследовательскими институтами.

Футбольные поля для соревнования расположены на стеклянной пластине-микрочипе с диагональю около 3 см. На ней уместились шестнадцать полей (рис. 3) размерами 2,5 × 2,5 мм. На них и будут соревноваться микромашины.

Увидеть наноматч болельщики смогут через оптический микроскоп, с помощью которого будет проводиться и управление машинами, масса которых, кстати, варьируется от нескольких десятков до сотен нанограмм.

Для того чтобы выиграть это соревнование, микроробот должен быть достаточно быстрым, маневренным и способным манипулировать с различными микроскопическими объектами.

Пока сверхзадач и командной игры от робота не требуется. Все, что нужно, — это пересечь с мячом (который, скорее не мяч, а микродиск) футбольное поле длиной 2,5 мм и, обойдя "защитников" — ряд полимерных точек, послать мяч в "ворота", т. е. по-просту забить гол. Сделать это нужно за три минуты. Предварительный состав игроков:

- два представителя от Carnegie Mellon University (Pittsburgh, Pa), США (рис. 4);
- один от U. S. Naval Academy (Annapolis, Md.), США;
- один из Швейцарии Swiss Federal Institute of Technology (Zurich);
- один из Канады Simon Fraser University (Burnaby, British Columbia, Canada).

Источник: PhysOrg: Nanosoccer debuts at RoboCup 2007 (<u>http://www.physorg.com/newsl02312768.html</u>)

Нанонити сканируют биологические образцы

Физикам из США удалось сконструировать новый тип микроскопа, использующего нанонити, который способен получать изображения объектов, длина которых меньше длины волны видимого света. Как сообщает Nanotechweb, этот микроскоп будет особенно полезен при изучении биологических объектов, находящихся непосредственно в водном растворе.

До настоящего времени большинство физиков не верило в построение оптического инструмента, способного получать изображения с разрешением, меньшим длины волны видимого света из-за дифракционного предела. Однако последние достижения в области микроскопии близкого поля (nearfield imaging) позволили говорить о возможности построения такого инструмента.

Группа исследователей из Национальной лаборатории им. Лоуренса в Беркли (Berkeley National Laboratory) установила, что нити калия ниобата нанометровых размеров, использующиеся в качестве источника света, могут сделать субволновую микроскопию реальностью.

Ученые начали с того, что расположили нанонити в водном растворе и затем с помощью инфракрасного оптического пинцета начали ими манипулировать.

Особенные оптические свойства нанонитей калия ниобата заключаются в том, что они одновременно поглощают два фотона от оптического пинцета и испускают один фотон с удвоенной частотой (обратно-испущенный фотон). Это удвоение частоты очень важно для микроскопии, так как в итоге нанонить излучает зеленый свет, который освещает маркированные флуоресцентными метками биологические образцы.

Ученые захватили оптическим пинцетом нанонить, которую расположили над подложкой из золотых нитей толщиной 50 нм и начали ею "сканировать" золотые нити. Детектором считывали интенсивность обратно-испущенных фотонов. В процессе прохождения нанонити над подложкой им удалось получить картину поверхности подложки.

Особенно важен подобный подход при изучении биологических молекул и наносистем. Тот факт, что нанонить, захваченная оптическим пинцетом, может оперировать в жидкой среде, расширяет область визуализации микроскопа на ее основе.

Теперь ученые хотят улучшить технологию микроскопии для того, чтобы сделать ее более простой в практическом применении.

Источник: Nanotechweb: Nanowires to probe biological samples (<u>http://nanotechweb.org/articles/news/6/6/24/1</u>)

Нанотрубки детектируют витамины

Ученым из Японии удалось сконструировать наносенсор нового типа, который может точно и быстро определять присутствие витаминов в растворе. Новый бионаносенсор состоит из полевого кремний-алюминиевого нанотранзистора (FET), содержащего углеродные однослойные нанотрубки.

Как говорит Такамиши Хирата (Takamichi Hirata), наносенсор реагирует на присутствие витаминов в среде изменением полного электрического сопротивления устройства. При этом диагностика происходит всего за 60 с.

Новое устройство может использоваться в основном для исследований различных биологических



процессов, протекающих в живой клетке. Например, с помощью нанобиосенсора упростится исследование транскрипции и репликации молекул ДНК и изучение взаимодействия антитело—антиген.

Хирата и его коллеги сделали наносенсор, поместив в чип с FET-нанотранзистором смесь, содержащую однослойные нанотрубки, обработанные белком авидином (рис. 5). Этот белок имеет свойство присоединяться к витамину группы В биотину, формируя связь авидин—биотин.

Когда ученые впрыснули биотин внутрь чипа наносенсора, его полное сопротивление выросло благодаря связи биотин—авидин. Другие же витамины, например В1 и С, вызывали, напротив, уменьшение полного сопротивления.

Нанобиосенсор быстро реагировал на взаимодействия с разными молекулами, а когда его промыли дистиллированной водой, его сопротивление вернулось к номинальному. Это означает, что витамины не связываются напрямую с углеродными нанотрубками, поэтому после очистки наносенсора его можно использовать повторно.

Как говорит Хирата, рост электрического сопротивления обусловлен, в первую очередь, изменением электронного состояния поверхности углеродных нанотрубок из-за возникновения связи биотин авидин.

Система авидин—биотин часто используется в различных биотехнологических исследованиях, поэтому ученые собираются на базе полученного наносенсора сделать инструмент, позволяющий изучать репликацию ДНК или же взаимодействие антитело—антиген.

Источник: Nanotechweb: Carbon nanotubes on the look out for vitamins (<u>http://nanotechweb.org/articles/news/6/7/4/1</u>)

Углеродные нанотрубки устойчивы к изнашиваемости

Ученые из Политехнического института Ренслеера (Rensselaer Polytechnic Institute) изучили ряд механических свойств углеродных нанотрубок. Как говорят исследователи, новые факты открывают неизвестные ранее механические свойства нанотрубок. В частности, на основе материала из нанотрубок можно будет сделать искусственные мышцы, имитирующие работу настоящих.

В отчете "Усталостная прочность массива связанных нанотрубок под воздействием цилиндрического



Рис. 6. Ткань из нанотрубок, которую подвергали многократной деформации

сжатия", который опубликован в июльском выпуске журнала Nature Nanotechnology, соавтор статьи Виктор Пушпарай (Victor Pushparaj) объясняет, как именно многоразовая деформация нанотрубок влияет на их прочность.

Как сообщает PhysOrg, в качестве примера приводятся свойства мышц тканей желудка человека, которые могут сокращаться миллионы раз без накопления усталости и разрыва. Этими свойствами, особенными для живых тканей, обладают и материалы из углеродных нанотрубок.

Пушпарай и его коллеги доказали это экспериментально. В качестве исследуемого образца (рис. 6) был выбран кусок матрицы соединенных вместе углеродных многослойных нанотрубок площадью 2×2 мм. Ученые подвергли его сжатию на 25 % от первоначальной высоты, после чего повторили эту операцию 500 раз.

В течение всего цикла были проведены измерения механических свойств нанотрубок. Как оказалось, механические свойства кусочка не изменились. Также остались неизменными и электропроводные свойства нанотрубок.

В итоге, учеными было установлено, что массив связанных нанотрубок имеет ярко выраженные высокоэластичные свойства, в то время как одна нанотрубка такими свойствами не обладает.

Сам факт того, что нанотрубки настолько хорошо выдерживают многократные деформации, существенно расширяет их область применения.

Источник: PhysOrg: Tough tubes — Carbon nanotubes endure heavy wear and tear (<u>http://www.physorg.com/news</u> 102610525.html)

Нейрочип впервые будет полностью управлять нервной клеткой

Как установили ученые из NASA, отдельно стоящие углеродные нановолокна (CNFs) могут улучшить биологическую совместимость нейроимплантантов.

Как сообщает Джун Ли (Jun Li), исследователь из NASA, его командой разработан новый вид наноматериала, который обладает достаточно хорошей биологической совместимостью с нервной тканью.

Кроме того, в перспективе ученые планируют изготовить нейрочип, способный выполнять различные функции нервной системы. Например, с его помощью можно будет облегчить жизнь людям с заболеваниями Паркинсона.

Вообще-то, биологически совместимые нейроинтерфейсы достаточно не просто изготовить из-за различных технологических трудностей. Ранее ученые из Германии демонстрировали in vitro прототип нейрочипа, однако пока рано говорить о его клиническом использовании, не говоря уже о массовом производстве.

Производство нейроимплантов требует специальных наноматериалов, которые будут отличаться рядом специфических характеристик, начиная от электропроводимости и заканчивая механической гибкостью.

Как сообщает Ли, часть трудностей по созданию нейроимпланта удалось преодолеть, используя новый наноматериал — матрицу вертикально расположенных нановолокон (рис. 7).

Углеродные наноструктуры обычно трудно получить в "упорядоченном" виде, чаще всего у ученых получаются "пучки" из нановолокон и нанотрубок. Однако Джуну и его коллегам удалось создать упорядоченную структуру из нановолокон методом химического осаждения пара, используя плазму и никелевые катализаторы.

Катализатор разместили на покрытой пленкой хрома (толщиной 200 нм) кремниевой подложке



Рис. 7. Нейрон на поверхности из вертикально-ориентированных нановолокон (CNFs)

- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 -

(вафле). После процедуры химического осаждения на подложке вырос "лес" из отдельно стоящих нановолокон диаметром от 30 до 1150 нм и длиной около 7 мкм.

Как сообщает Ли, нановолокна отличаются гибкостью, а это очень важный критерий для нейроимплантов. Чем жестче наноматериал, тем хуже его биологическая совместимость с нервной тканью.

На полученную поверхность с ворсяной структурой, отдельные "ворсинки" которой являлись углеродными нановолокнами, ученые поместили культуру человеческих нейронов PC12.

Открытая архитектура поверхности наноматериала позволяет достигать точного контакта для отдельно взятой нервной клетки и определенных волокон. Более того, культура нейронов, которую ученые в эксперименте исследовали на углеродном "ворсе", смогли сформировать нейросеть, что говорит о хорошей биологической совместимости нового материала. Так как каждый контакт отдельного волокна с нейроном достаточно мал, то ученые надеются разработать мультиплексную систему, которая сможет обмениваться большим числом данных с клеткой. Помимо электрической стимуляции будущий нейрочип сможет записывать электрическое состояние нейрона и вести запись электрохимического процесса образования нейротрансмиттеров.

Как говорит Ли, нейрочип сможет обрабатывать всю информацию, полученную от клетки, в реальном времени, что еще на один шаг приблизит ученых к созданию рабочих нейроимплантов.

Источник: Nanotechweb: Vertical nanofibres point towards neural interface (<u>http://nanotechweb.org/articles/news/6/7/5/1</u>)

Составил Свидиненко Ю. Г., главный аналитик компании Nanotechnology News Network

УДК 802.0(075.8)

К. Д. Яшин, канд. техн. наук, доц., Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (г. Минск), Е. В. Лацапнев, ОАО "Банковский процессинговый центр" (г. Минск)

АНГЛО-РУССКИЙ ТЕРМИНОЛОГИЧЕСКИЙ СПРАВОЧНИК ПО МИКРО- И НАНОСИСТЕМНОЙ ТЕХНИКЕ

Даны термины, наиболее широко употребляемые словосочетания и аббревиатуры по микро- и наносистемной технике, а также технологии их изготовления.

U

U-groove — *U*-образная канавка. Профиль травления подложки кремния с ориентацией кристалла (110).

Ultra High Frequency (UHF) — сверхвысокая частота (СВЧ). Электромагнитный спектр с частотами от 300 МГц до 300 ГГц или длиной волны от 1 мм до 100 см, также называемые дециметровыми, сантиметровыми и миллиметровыми волнами.

Ultra Large Scale Integration (ULSI) — ультрабольшая интегральная схема. Один отдельный чип, на котором размещено более одного миллиона схемных элементов. Термин часто используется в Японии для обозначения сверхбольших интегральных схем.

Ultra Low Penetration Air (ULPA) — воздушный фильтр с ультранизкой проницаемостью. Тип

фильтра воздуха, который удаляет 99,999 % частиц (пыли) с размером 0,12 мкм и больше.

Ultrascope — ультразвуковой дефектоскоп. Применяется для обнаружения микротрещин.

Ultrasonic bonding — ультразвуковое соединение. Технология соединения подложек, которая использует ультразвуковую энергию и давление для формирования скрепления (соединения). Материалы пар: золото—золото, золото—алюминий, алюминий—алюминий, никель—никель. Технология меньше других чувствительна к загрязнениям на поверхности (см. также Adhesive bonding, Anodic bonding, Eutetic bonding, Fusion bonding).

Ultrasonic impact grinding — ультразвуковое измельчение ударным воздействием. Фактически это сверление микроотверстий в монолитном материале за счет его локальной ультразвуковой обработки. Выполняется следующим образом. Трансдьюсер колеблет рабочий орган с высокой частотой (20-100 кГц). Наконечник рабочего органа придавливается к обрабатываемому изделию и вычищает поверхность от суспензий воды или масла, а также абразивных частиц, таких как карбид бора, оксид алюминия или карбид кремния. Существуют несколько механизмов удаления (сверления) обрабатываемого материала. Устройство колебания (вибрации) непосредственно вбивает абразивные частицы в поверхность обрабатываемого материала либо придает этим частицам высокую скорость. Таким образом, материал обрабатываемой поверхности удаляется за счет его ультразвукового микрораздробления. Кавитационная эрозия и химическое воздействие тоже может применяться. Микроскопические частицы выводятся жидким раствором. Поскольку рабочий

- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 10, 2007 –

орган перемещается медленно по обрабатываемому изделию, создается отверстие с вертикальными стенками. Применение матрицы наконечников рабочего органа позволяет одновременно просверливать множество отверстий. Форма отверстия соответствует форме рабочего органа. Она может быть круглой, квадратной и др. Ультразвуковая обработка может выполняться на хрупких, твердых материалах, таких как стекло, керамика, алмаз, кремний. Минимальный диаметр отверстия до 100 мкм. Для маленьких отверстий характеристическое число до 5. Оно увеличивается до 15 при отверстиях в несколько миллиметров в диаметре. Получаемая точность для отверстий диаметром 1 мм составляет \pm 50 мкм. Она увеличивается до \pm 25 мкм для отверстий большего диаметра. Глубина отверстия может достигать до 10 мм.

Ultrasonic motor — ультразвуковой мотор. Двигатель, который использует ультразвуковое колебание, переданное через гибкие механические элементы. Статор ультразвукового мотора придавлен к ротору для преобразования ультразвукового колебания в механическое выходное движение. Ультразвуковые моторы имеют следующие характеристики: относительно простая структура, способствующая миниатюризации и уменьшению массы; прямая (непосредственная) передача с высоким вращающим моментом в низкоскоростном диапазоне; высокая удельная мощность; быстрый отклик; хорошая управляемость; возможность поддерживать положение ротора вследствие наличия самоудерживающей силы даже при выключенном питании; отсутствие магнитного шума. Вместе с тем, проблемы данного микродвигателя заключаются в трении и износе, которые возникают между статором и ротором. В ультразвуковых двигателях можно использовать стоячие и бегушие волны. В общем, ультразвуковые моторы используются в качестве прямой (непосредственной) передачи, требующей низкую скорость и высокий момент вращения.

Ultra Thin Silicon on Sapphire (UTSi) — сверхтонкий кремний на сапфире. Сверхтонкая пленка кремния эпитаксиально выращивается на сапфире. Кремний на сапфире — это тип подложки "кремний-на-диэлектрике". Из-за рассогласования решетки осажденного кремния он находится в псевдоаморфном состоянии и сильно деформирован. Это можно использовать в КМОП-схемах для улучшения их эксплуатационных характеристик.

Ultraviolet cleaning — ультрафиолетовая очистка. Процесс сухой чистки, основанный на использовании ультрафиолетового излучения. Например, испарение органических примесей под действием ультрафиолетового света, озона.

Ultraviolet laser exposure — ультрафиолетовый лазер. Лазер с выходным излучением в ультрафиолетовом диапазоне спектра.

Ultraviolet rays (UV) — ультрафиолетовое, УФ излучение. Излучение в диапазоне длин волн от 4 до 480 нм. Большинство литографического оборудова-

ния для производства ИС и МЭМС использует ультрафиолетовое излучение.

Uncover — вскрывать, открывать. Например, поверхность подложки. Другое значение — удалять, снимать (например, маскирующий слой).

UnderBump Metallization (UBM) — металлизация под контактный столбик. Это первый шаг при формировании столбиковых выводов контактных площадок интегральных систем (ИС) в технологии перевернутого кристалла (*flip-chip*). Завершающий металлический слой большинства контактных площадок ИС это алюминий, имеющий удовлетворительную поверхность для традиционного проводного соединения. К сожалению, такая поверхность не очень хороша для большинства проводящих столбиковых выводов вследствие того, что алюминий сразу же покрывается оксидом при взаимодействии с воздухом. Этот родной оксид является электрическим изолятором. Для получения хорошего контакта между проводным соединением и находящимся под оксидом-изолятором металлом необходимо зачистить этот оксид. Удалить оксид алюминия можно: травлением с распылением; плазменным травлением; ионным травлением; жидкостной химической обработкой. Затем проводится замена окисленной алюминиевой поверхности металлизацией под контактный столбик. Эта металлизация должна обеспечивать крепкое, устойчивое, низкоомное электрическое соединение с алюминием. Она должна быть крепко соединена как с лежащим в основании алюминием, так и с окружающим пассивационным слоем ИС, герметично защищая алюминий от окисляющей его внешней среды. Металлизация должна обеспечить крепкий барьер для предотвращения диффузии металлов контактного столбика внутрь ИС. Чтобы соответствовать всем требованиям, металлизация под контактный столбик должна состоять из нескольких слоев разных металлов. Типичная последовательность получения металлизации под контактный столбик: травление распылением родного оксида для удаления этого оксида и обработка поверхности открытого таким образом алюминия; осаждение 100 нм TiCr/Al в качестве адгезионного слоя; осаждение 80 нм Cr:Си в качестве барьерного слоя диффузии; осаждение 300 нм Cu/Ni:V в качестве слоя припоя-смачивания (solder-wettable); ocaждение 50 нм Аи в качестве барьерного слоя окислению.

Undercoat — подслой, формировать подслой. Пример: подслой SiO_2 под Si_3N_4 в изопланарной изоляции.

Undercutting — подтравливание. Происходит при изотропном травлении (см. также *Isotropic etching*).

Undoped — беспримесный, нелегированный. Пример: нелегированный полупроводник.

Unexposed — неэкспонированный. Область фоторезиста, которая не подвержена облучению.

Unipolar — униполярный. Это полупроводник, который использует только один тип носителей за-

ряда для электрической проводимости — или дырки, или электроны. Например, униполярный транзистор (см. также *Transistor*).

Unit cell — элементарная ячейка. Ячейка решетки, построенная на трех кратчайших (базисных) некомпланарных векторах кристаллической решетки. Такая ячейка всегда является примитивной (не содержит других узлов решетки, помимо находящихся в вершинах).

Utility fog — конструктивный туман. Идея "конструктивного тумана" принадлежит австралийскому ученому Сторрс Холлу. Основа конструктивного тумана — это базовый наноробот—блок, называемый фоглет (foglet), из которого можно собрать структурно более сложные вещи. Каждый фоглет имеет размер около 100 мкм в диаметре. Фоглет состоит из ядра, в котором размещен центральный процессор. Он также имеет приводы манипуляторов и сами эти телескопические манипуляторы. Морфология наноробота имеет сходство с додекаэдром. Центральное ядро сферической формы диаметром 10 мкм. Это сравнимо с диаметром эритроцита (красной кровяной клетки), который составляет 8 мкм. От него отходят 12 телескопических манипуляторов, благодаря которым фоглеты соединяются вместе. Каждый телескопический манипулятор диаметром 5 мкм и полной длиной 50 мкм снабжен на конце универсальным захватом, которым оснащены все фоглеты. Масса фоглета — 20 мкг и теоретически он состоит из $5 \cdot 10^{15}$ атомов. Так как фоглеты, соединяясь манипуляторами, образуют кристаллическую структуру, то все силы, приложенные на нее, распространяются в направлении осей соединившихся манипуляторов. Поэтому полученная структура будет характеризоваться довольно высокой жесткостью. Так как фоглеты планируется изготавливать из алмазоида (алмазоид — гидрокарбонат, в котором атомы углерода образуют тетраэдральную пространственную сетку с конфигурацией электронных орбиталей sp3, точно такую же, как и в алмазе), то жесткость конструктивной пыли, собранной, например, в стержень, будет сопоставима с жесткостью такого же алмазного стержня. Конструкция манипуляторов и универсальных соединений (захватов) предполагает не только механическую связь, но и передачу энергии и информации для связи фоглетов в единую информационную сеть. Чтобы собранный из фоглетов объект имел определенные оптические характеристики, каждый наноробот будет оснащен рукой-антенной, которая в микроволновом диапазоне будет излучать волны нужной длины для того, чтобы создать разные цвета и/или разную прозрачность объекта. Так что каждый собранный из них объект будет выглядеть так, как захочет пользователь. Набор сенсоров и нанокомпьютер на борту каждого фоглета позволит использовать конструктивный туман в качестве хранителя информации и в качестве средства коммуникации. Предполагается, что интерфейс "человек — конструктивный туман" будет основан на получении сигналов трансформации непосредственно от нервных сигналов мозга. Это станет возможным благодаря имплантам на основе нейрочипов или же на основе анализа и дешифровки слабых электромагнитных полей активности головного мозга тем же "конструктивным туманом". Предполагается, что сборка фоглетов будет происходить под воздействием локальных электростатических полей, которые будут притягивать слишком отдаленные частички "тумана".

V

Vacancy — вакансия. Точечный дефект в кристаллической структуре твердого тела, обусловленный отсутствием атома (иона), известный также как дефект Шоттки. Вакансии и межузельные атомы кремния находятся в равновесных концентрациях, которые определяются температурой кристалла. Диффузия большинства примесей и скорость окисления кремния зависят от концентрации вакансий. Вакансии и межузельные атомы участвуют в формировании дефектов при технологической обработке кремния.

Vacuum infrared process — вакуумная инфракрасная технология. Химическое осаждение из газовой фазы, использующее возбуждение колебаний молекул реагирующих газов, производимых инфракрасным светом. При использовании инфракрасного излучения возникает возбуждение колебаний молекулярных связей. Осаждение состоит из двух технологических шагов: 1) колебательное возбуждение, нагревание газа и тепловое разложение (термохимическое осаждение); 2) фотолиз по механизму многофотонной абсорбции.

Vacuum microelectronics device — вакуумное микроэлектронное устройство. Устройство, которое имеет такие же функции (выпрямление, усиление, колебание), что и вакуумная трубка. Основа производства микроскопического катода — технология поверхностной микрообработки. Заостренные микроиголки можно получить как вакуумным осаждением, используя фотошаблоны с микроканалами, так и анизотропным травлением кремния. Иглы используются как микроскопический автоэмиссионный холодный катод. Автоэмиссия — это явление испускания электронов с наконечника иглы при приложении к ней сильного электрического поля. Вакуумные микроэлектронные устройства компенсируют недостатки вакуумных трубок (последние имеют большой размер и высокое тепловыделение). Зато первые обладают следующими характеристиками: быстрой скоростью переноса заряда; свойством выдерживать высокое напряжение; термостойкостью, радиационной стойкостью.

Valence electrons — валентные электроны. Электроны внешней электронной оболочки атомов, которые могут участвовать в образовании химических

связей, переходя с атомных на молекулярные орбитали.

Van der Pauw method — метод Ван-дер-Пау. Метод измерения электрического удельного сопротивления и постоянной Холла для полупроводниковых пластин любой геометрической формы с помощью четырехзондовой системы.

Van der Waals forces — Ванг-дер-Ваальсовы силы (ван-дер-ваальсово взаимодействие). Тип химической связи между атомами (ионами) или молекулами, складывающийся из слабого электростатического притяжения постоянных диполей (ориентационное взаимодействие), диполей и наведенных диполей (индукционное взаимодействие) и наведенных диполей (дисперсионное взаимодействие). Энергия такого взаимодействия 0,04-0,4 кДж/моль, что на 3-4 порядка меньше энергии сильной химической связи. Длины ван-дер-ваальсовых связей составляют около 0,25-0,4 нм. Ван-дер-ваальсовы силы определяют энергию сцепления кристаллов инертных газов и многих молекулярных, цепочечных и слоистых кристаллов с ковалентными связями в структурной единице (Cl₂, S₈, графит, SiS₂, CdCl₂, органические и координационные соединения). Вандер-ваальсова связь пространственно не направлена (сферически симметрична) и ненасыщаема, что приводит к стремлению каждого атома в молекуле или другом ковалентно связанном структурном фрагменте (цепи, слое) взаимодействовать с максимальным числом атомов другого фрагмента. Вандер-Ваальс Ян Дидерик — нидерландский физик. В 1873 г. вывел уравнение состояния для неидеальных (реальных) газов. Нобелевская премия 1910 г.

Vapor deposition — осаждение из газовой фазы. Технология осаждения веществ из газовой фазы на твердую поверхность. Это технология формирования тонких пленок испарением твердого вещества. Обычно так осаждается металл, находящийся в вакууме. Металл нагревают или облучают электронными лучами, и он осаждается на расположенную там же в реакторе подложку. Чистота получаемой пленки зависит от давления в реакторе. Прочность сцепления пленки с поверхностью подложки — относительно слабая и кристаллическая структура может быть неидеальной, потому что пленка прилипает к подложке под действием силы адгезии. Поэтому иногда подложки подогревают для индуцирования химической реакции после осаждения (в целях усиления адгезии и улучшения кристаллической структуры).

Vapor plating — покрытие методом испарения. Технология, вакуумный процесс, обычно при давлении $1,33 \cdot 10^{-8}$ Па (10^{-10} мм рт. ст), при котором металл испаряется из-за теплового возбуждения. Затем пары металла рекристаллизуются на более холодную поверхность, т.е на подложку, на которую наносится покрытие.

Vapor priming — вакуумная обработка (для повышения адгезии). Технология воздействия на подложку парами гексаметилдисилазана для обработки поверхности подложки перед покрытием ее фоторезистом. Как метод очистки (обработки) эта технология увеличивает адгезию фоторезиста, используя очень малое количество гексаметилдисилазана, поскольку таким образом на поверхности подложки формируется лишь монослой гексаметилдисилазана.

Varactor — варактор. Это полупроводниковый диод, в котором используется свойство электроннодырочного перехода изменять свою емкость в зависимости от приложенного к нему напряжения (смещения). Используется преимущественно как нелинейный элемент в умножителях частоты, а также для усиления колебания в параметрических усилителях сверхвысокочастотного диапазона. МЭМСваракторы могут быть выполнены двумя различными способами: в виде двух параллельно расположенных пластин или в виде встречно-штыревой структуры. В случае параллельных пластин верхняя из них представляет собой подвесную пружину, расположенную на некотором расстоянии от нижней. Это расстояние может быть изменено с помощью электростатических сил, вызванных приложенным к пластинам напряжением. Номинальная емкость пластин по данной конструкции может составить $2,05 \,\mathrm{H}\Phi$, добротность на частоте 1 ГГц равна 20, частота собственного резонанса превышает 5 ГГц. В случае встречно-штыревой структуры емкость конденсатора варьируется посредством изменения степени перекрытия элементов гребенчатых проводников в зависимости от приложенного к ним напряжения. Такие варакторы имеют, например, емкость 5,19 пФ, добротность 34 на частоте 500 МГц и частоту собственного резонанса 5 ГГц.

Variable gap electrostatic actuator — электростатический актюатр с изменяющимся зазором. Этот микроактюатор использует электростатическую силу. Такие актюаторы состоят из роликов (например, в форме цилиндра или сферы), статоров с разделенными электродами и изоляционной пленки, нанесенной на поверхность ролика или статора. Поскольку такой микроактюатор приводится в действие силой трения качения, то пленка минимизирует трение.

Verification — верификация. Тесты и анализ, которые выполняют последовательно в ходе проектирования, конструирования, сборки, интеграции и эксплуатирования измерительной системы для подтверждения соответствия ее определенным требованиям.

Vertical-Cavity Surface-Emitting Laser (VCSEL) — лазер поверхностного излучения с вертикальным объемным резонатором. Это полупроводниковый лазерный диод. Излучение лазерного луча перпендикулярно лицевой стороне, в отличие от традиционного полупроводникового лазера с торцевым излучением. Если обычно луч проходит в продольном направлении активного слоя сквозь его торец (тор-
цевые лазеры), то в таком лазерном устройстве излучение происходит в поперечном направлении через специальное отверстие в электроде. Резонатор лазера состоит из двух зеркал распределенных брэгговских рефлекторов, параллельных поверхности подложки с чувствительной областью (активный слой). Активный слой состоит из большого числа квантовых ям для генерации света лазера между ними. Преимущества данных лазеров следующие. Вопервых, это значительное снижение потребляемой мощности. Если торцевые лазеры потребляют ток 50 мА, то VCSEL — только 8 мА. Вторым преимуществом VCSEL является повышение эффективности за счет снижения потерь при формировании пятна от лазерного луча округлой формы. В обычных торцевых устройствах форма пятна от луча довольно далека от требуемой формы, тогда как в VCSEL луч необходимого профиля формируется уже при излучении. VCSEL с длиной волны от 650 до 1300 нм обычно создается на подложках арсенида галлия GaAs с распределенными брэгговскими рефлекторами, сформированными на основе либо арсенида галлия, либо на основе тройного соединения алюминий—галлий—мышьяк Al_xGa_(1 - x)As. При длине волны от 1300 до 2000 нм чувствительная область выполняется из фосфида индия.

Very high-speed integrated-circuit Hardware Description Language (VHDL) — язык аппаратного описания высокоскоростных интегральных схем. VHDL был разработан в 1983 г. по заказу министерства обороны США. VHDL предназначен для имитации, моделирования, синтеза и документирования при проектировании любых вычислительных устройств. В 1987 г. был определен стандарт языка IEEE 1076-1987.

V-groove — V-образная канавка. Профиль травления подложки с ориентацией кристалла (111).

Via hole — сквозной канал. Канал, заполненный проводящим веществом и находящийся между двумя металлическими слоями в интегральной схеме.

Vibration sensor — сенсор вибраций. Сенсор, измеряющий различные физические и химические величины за счет контроля вибрации. Кремниевая микрообработка и травление жертвенного слоя используются для получения структур с множеством консолей (осцилляторов), каждая из которых спроектирована со своей резонансной частотой. Сенсоры вибраций используют пьезоэлектрический эффект для определения консолей, которые резонируют в соответствии с внешним возбуждением. Выходной сигнал формируется в виде спектра частоты. Следовательно, сенсоры вибраций могут выполнять спектральный анализ без преобразования Фурье выходного сигнала от обычных датчиков ускорения (акселерометров).

Viscous force — сила внутреннего трения. Сила, вызванная вязкостью жидкости. Обычно идеализируется. Берется пропорциональной скорости и направленной противоположно движению.

Visible light — видимый свет. Электромагнитное излучение в видимой части спектра, занимающее участок спектра от 380 до 780 нм. Электромагнитные излучения видимого диапазона частот воспринимаются человеком, как разные цвета, в зависимости от частоты.

VisSim — визсим, визуальный симулятор. Это программа для моделирования и симуляции сложных нелинейных динамических систем под Windows-платформой. По возможностям очень близка к модулю Simulink в MatLab.

Vitrification — витрификация, остекловывание. В ходе обжига керамического тела формируется жидкая фаза, которая становится панцирем (со стеклянной связкой после охлаждения).

Volatile — летучий, быстро испаряющийся. Способность вещества переходить в газообразное состояние из твердой или жидкой формы.

W

Wafer — пластина, подложка. Круглый диск, платформа, полученная посредством объемной обработки для последующего изготовления на ее поверхности полупроводниковых устройств. Пластины в настоящее время изготавливаются диаметром 75, 100, 125, 150, 200 и 300 мм (12 дюймов) и толщиной до нескольких миллиметров. Пластина после изготовления на ней чипов содержит в себе несколько сот кристаллов этих микроизделий. В ходе производственного процесса на полупроводниковой пластине одновременно изготавливаются много одинаковых интегральных схем. Чаще всего в качестве полупроводникового материала пластин используется кремний, арсенид галлия и др.

Wafer bonding — соединение пластин. Существует несколько технологий соединения пластин. Выбор наиболее подходящей зависит от конкретных применений и используемых материалов. Различают: анодное соединение; прямое соединение (прикрепление) материалов методом сплавления; соединение эвтектическим расплавом; соединение склеиванием и т. д. Технология соединения подложек используется при изготовлении структур типа "кремний-на-диэлектрике", а также в технологическом процессе изготовления целостного микроустройства. Например, эта технология применяется на начальном этапе изготовления сенсора абсолютного давления (для соединения подложек в целях формирования области с вакуумом). Применяется эта технология и на завершающем этапе при сборке устройства. Все процессы соединения чувствительны к чистоте поверхности соединяемых структур. Частицы, застрявшие между пластинами, могут привести к образованию пустот и, в конечном счете, к разрушению соединения. Также для большинства этих процессов микрообработки требуется обратить внимание на напряжения, создаваемые в ходе процесса. Особенно это касается микромеханических сенсоров. По этой причине материалы,

соединяемые вместе, и материалы, которые используются для их соединения, должны обладать минимальным терморассогласованием. В противном случае даже небольшие температурные изменения приведут к возникновению напряжений в микроустройстве. Соединение должно быть устойчиво на протяжении всей жизни микроизделия. Любая пластическая деформация или деформация текучести может изменить выходной сигнал устройства, влияя на его калибровку и долговременную стабильность. Соединение должно быть также достаточно крепким для противодействия напряжению, приложенному к устройству извне.

Wafer fabrication — изготовление пластин. Процесс создания микроизделий на поверхности пластины.

Wafer size — размер пластины. Это диаметр пластины. Например, четырех дюймовая пластина (100 мм), на самом деле имеет размер 3,937 дюйма (см. также *Wafer*.).

Wafer yield — выход годных (полупроводниковых) пластин. Отношение числа годных готовых пластин, прошедших через процесс изготовления пластин, к общему числу пластин, подверженных этому процессу изначально.

Wafers boat — лодочка для пластин. Контейнер из кварца или тефлона для транспортировки пластин из производственного помещения в чистую комнату. Большинство лодочек имеет от 25 до 50 слотов (мест для размещения пластин).

Water deionization — деионизация воды. Процесс удаления ионов с помощью ионита (ионообменная смола) для получения деионизированной воды, использующейся на полупроводниковых заводах.

Watt (W) — ватт. Единица мощности. Входит в Международную систему единиц. Названа в честь Дж. Уатта (Шотландия). Обозначается Вт или W. Ватт — мощность, при которой за время 1 с совершается работа, равная 1 Дж. Ватт, как единица электрической (активной) мощности, равен мощности неизменяющегося электрического тока силой 1 А при напряжении 1 В.

Waveguide — волновод. Вещество физической среды передачи данных, которая ограничивает и направляет распространяющуюся электромагнитную волну. В оптической связи волновод — это удлиненная линия передачи, состоящая из волокна твердого диэлектрика, обычно круглого в сечении, например оптоволокно.

Wave equation — волновое уравнение. Дифференциальное уравнение с частными производными, описывающее процесс распространения возмущений в некоторой среде. В случае малых возмущений и однородной изотропной среды волновое уравне-

ние имеет вид: $\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} = \frac{1}{a^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$, где x, y,

z — пространственные переменные; t — время, u = u(x, y, z) — искомая функция, характеризующая возмущение в точке (x, y, z) в момент t; a — скорость распространения возмущения. Волновое уравнение является одним из основных уравнений математической физики и широко используется на практике.

Wavelength — длина волны. Характеристика волны. Представляет собой расстояние между двумя ближайшими точками волны, находящимися в одинаковой фазе колебания. Для электромагнитных волн длина волны и частота обратно связана со скоростью распространения волны. В вакууме скорость распространения света равна $3 \cdot 10^8$ м/с. В линии передачи скорость волны зависит от диэлектрической постоянной, частоты, геометрии линии передачи и находится в диапазоне до $2 \cdot 10^8$ м/с. Следовательно, сигнал с частотой 2 ГГц имеет длини волны около 100 мм.

Wear — изнашивание. Изменение размеров, формы, массы микрообъекта, изменение состояния его поверхности. Происходит из-за постоянно действующих нагрузок либо из-за разрушения поверхностного слоя при трении. Изнашивание в МЭМС чаще всего вызван следующими причинами: адгезией (слипанием); абразивным изнашиванием (стиранием); эрозией из-за разрыва оксидных покрытии; усталостью. 1. Внутри области контакта, вследствие сил адгезии, может происходить перемещение вещества между точками контакта и искажение кристаллической решетки. Межатомные взаимодействия — это результат разрушения и преобразования атомных связей. Перемещение вещества становится более очевидным при комбинировании материалов, которые имеют большее взаимное адгезивное сходство или химическую растворимость, вызывая больший износ при контакте похожих поверхностей, чем при разнородных. 2. При абразивном изнашивании материал стирается из-за неровностей поверхности взаимодействующих материалов или из-за наличия твердых частиц. В основном более твердый материал удаляет верхний слой с более мягкого материала во время прохождения контакта. 3. Поскольку поверхность металлических материалов покрыта оксидной пленкой, высокие локальные нагрузки могут вызвать разрыв оксидной пленки. Это приведет к открытию металлической поверхности и в результате к формированию новой оксидной пленки. 4. Усталость — это результат циклических напряжений, которые вызывают пластические деформации поверхности.

Weber — вебер. Обозначение — Вб. Единица измерения магнитного потока в международной системе единиц. По определению, изменение магнитного потока через замкнутый контур со скоростью 1 Вб/с наводит в этом контуре электродвижущую силу, равную 1 В.

Weber number — число Вебера. Определяет соотношение инерционных сил и поверхностного натя-

жения. Число Вебера $W_e = \frac{\rho \upsilon^2 L}{\sigma_s}$, где υ — это ско-

рость; L — длина; ρ — плотность; σ_s — поверхностное натяжение; для воды значение $\sigma_s = 0,073$ Н/м. Для больших чисел Вебера инерционные силы имеют превалирующее значение, в то время как для маленьких чисел Вебера силы поверхностного натяжения играют более важную роль. Число Вебера используется при расчетах уравнений формирования волн на свободных поверхностях, потоков жидкости в капиллярах и каналах, а также в формировании капелек. Применяется в расчетах МЭМС.

Welding — сварка. Соединение двух или более частей металла для сплавления их вместе. Сварка это наиболее надежный метод для получения герметичных металлических корпусов. Процесс сварки включает в себя применение высоких импульсов тока, которые приводят к локализованному нагреванию микродеталей до 1500 °С. Так приваривают крышку к основанию корпуса. Иные технологии: сварка электронным лучом и лазерная сварка, которые больше подходят к корпусам больших размеров. Это бесконтактные методы сплавления. Сварка менее чувствительна к неровным поверхностям. Она выполняет дегазацию органических паров, которые возникают в случае герметизации стеклокерамическим припоем или при пайке мягким (легкоплавким) припоем.

Well — карман. Относительно глубокая, легированная область, в которой изготавливают микроустройства. КМОП требует, по крайней мере один карман, поскольку *n*-канальный МОП-транзистор требует *p*-фоновое легирование, а *p*-канальный МОП-транзистор требует *n*-фоновое легирование.

Wet anisotropic etching — жидкое анизотропное травление. Технологический процесс травления или удаления вещества кремниевой подложки в соответствии с фронтом травления, разграниченным кристаллографическими плоскостями. Типичный процесс состоит из следующих этапов: 1) создание кремниевой подложки с ориентацией (100); 2) p⁺-легирование для получения слоя остановки травителя; 3) осаждение эпитаксиального слоя; 4) окисление; 5) литография и травление SiO₂; 6) анизотропное травление кремния.

Wet etching — жидкостное (влажное) травление. Процесс травления в жидкой фазе активным химическим раствором. Представляет собой процесс удаления вещества с использованием жидких химических реагентов. Сухое травление предпочтительнее жидкостного в полупроводниковой технологии. Для применения жидкостного травления область, которая не будет подвержена травлению, покрывается маской. Предполагается, что остальная (открытая) область будет подвержена травлению. Затем материал погружается в реактивный раствор. Процессы травления классифицируют на изотропный, который не зависит от кристаллической структуры материала, и анизотропный, который зависит от нее. При изотропном травлении вытравливание (коррозия) происходит во всех направлениях с одинаковой скоростью на немаскированных участках на поверхности, формируя, таким образом, круглую форму поперечного сечения. Вместе с тем, при анизотропном травлении скорость травления различна в разных кристаллографических направлениях вещества, оставляя плоскость с более низкой скоростью травления непротравленной, что определяет конечную форму.

Wet oxidation — окисление в парах воды. Введение паров воды в ходе процесса оксидирования для увеличения скорости роста оксида. Выращенный оксид электрически не стабилен.

Wetting — смачиваемость. Мера, характеризующая сохранение контакта между жидкостью и твердой поверхностью. Смачивание — поверхностное явление. Возникает при контакте жидкости с твердой поверхностью. Оно проявляется в растекании жидкости по твердой поверхности.

Whisker — нитевидный кристалл; ус; вискер. Тонкий высокопрочный монокристалл с большим отношением длины к диаметру (> 20). Известны самородные волокнистые кристаллы Au, Ag, Cu, Sn, Pb, S, различных оксидов и силикатов. Искусственно нитевидные кристаллы получают, используя следующие основные методы их выращивания из газовой фазы: химическое восстановление металлов из солей галогенов и конденсация паровой фазы в инертной среде и вакууме. Нитевидные кристаллы некоторых тугоплавких соединений (карбида кремния, оксида алюминия, нитрида кремния и др.) выпускаются в промышленных масштабах. Разными методами получают нитевидные кристаллы 30 элементов и более 80 соединений. Совершенство кристаллической структуры и поверхности нитевидных кристаллов, которые могут быть "атомно-гладкими", обусловливает высокую прочность нитевидного кристалла. Прочность нитевидного кристалла зависит от диаметра. Для металлического нитевидного кристалла значение средней прочности интенсивно возрастает при уменьшении диаметра < 10 мкм, для керамических нитевидных кристаллов возрастание прочности с уменьшением диаметра почти линейно. Масштабная зависимость прочности металлического нитевидного кристалла объясняется внутренними и поверхностными дефектами, керамического - только поверхностными дефектами. Нитевидные кристаллы тугоплавких соединений, помимо высокой температуры плавления и прочности, имеют высокий модуль упругости, химически инертны по отношению ко многим металлическим, полимерным и керамическим материалам до весьма высоких температур. Кроме высоких механических свойств, нитевидный кристалл обладает уникальными физико-химическими свойствами (электрическими, магнитными, коррозийными и др.). Перспективно использование керамичических нитевидных кристаллов (B_4C , AlN, MgO, SiC) для создания жаропрочных композиционных материалов для рабочих температур > 1200 °C и технических керамик с повышенной вязкостью разрушения. В полупроводниковой и измерительной технике разработаны и выпускаются детали приборов (автокатоды, накопители информации, дозиметры ионизирующего излучения, датчики Холла, тензодатчики и т. п.), на основе уникальных физических свойств нитевидных кристаллов.

Wire bonding — монтаж проволочных межсоединений. Метод получения электрической связи между контактной площадкой на поверхности чипа и контактными выводами корпуса. Это часть процесса сборки (монтажа) чипа, при котором очень тонкая (до 30 мкм в диаметре) проволочка, например, из золота или алюминия, используется для соединения чипа и корпуса, т. е. контактные площадки по периметру чипа соединяются с выводами корпуса. Существуют две технологии монтажа проволочных межсоединений: соединение, полученное методом микросварки клиновым электродом, и термоультразвуковая сварка шариком. Термоультразвуковая сварка шариком в основном использует относительно тонкую золотую проволоку (75 мкм). Она легко деформируется под давлением и температурой, противодействует формированию оксида, хорошо подходит для формирования шарика, а также легко поддается резанию. Золотая проволока широко применяется, поскольку остается инертной после процесса соединения и не требует герметичной заделки. Метод микросварки клиновым электродом можно использовать для соединения как алюминиевой, так и золотой проволок. Алюминиевая проволока соединяется по технологии ультразвукового соединения. Соединение золотой проволоки использует термоультразвуковую технологию. Алюминиевое ультразвуковое соединение — наиболее распространенный процесс микросварки клиновым электродом, поскольку он более дешевый и выполняется при относительно невысокой температуре.

Wobble motor — двигатель колебания. Электростатический мотор с переменным зазором, который генерирует поперечное движение ротора на эксцентрическом статоре без скольжения. Эти двигатели используют роторы диаметром от 120 до 500 мкм, являются устойчивыми, не требуют смазки, имеют

отношение вращающегося момента к массе выше, чем традиционные двигатели, и более низкую стоимость. Область применения — медицинские миниатюрные устройства. Производителем является Sarcos, Inc. (Юта, США). Двигатель колебания еще называют гармоническим электростатическим двигателем. Эти двигатели состоят из ротора, статора с полюсами для генерации электростатической силы и изолирующей пленки на поверхности ротора или статора. Во время работы двигателя полюса, расположенные снизу, включают и выключают последовательно друг за другом. Диск последовательно притягивается к каждому полюсу; край диска контактирует с диэлектриком, расположенным над полюсом. В такой манере он медленно вращается по кругу, делая один оборот вокруг своей оси под воздействием изменения напряжений на статоре. Ротор вращается в обратном направлении до полного оборота (один цикл). Скорость вращения равна: (скорость оборота) × {(длина окружности статора минус длина окружности ротора)/(длина окружности ротора)}. Имеет следующие особенности: способность легко обеспечивать низкую скорость и высокий момент, когда длина окружности ротора очень близка к длине окружности статора; нет проблем, связанных с трением и изнашиванием вследствие отсутствия частей скольжения; возможность использовать разнообразные материалы; легко увеличивающееся характеристическое отношение. Вместе с тем, при вращении может возникать нежелательная вибрация.

Working plate — рабочий фотошаблон. Маска, полученная по эталонному фотошаблону, которая используется для экспонирования подложек. Поскольку эти маски подвержены изнашиванию, то их необходимо периодически менять.

Wurtzite structure — структура вюртцита. Одна из четырех основных кристаллических структур полупроводников. Решетка со структурой вюрцита представляет собой две взаимопроникающие гексагональные плотноупакованные подрешетки. Вокруг каждого атома одного сорта в структуре вюрцита, например, Cd в соединении CdS, располагаются в тетраэдрической координации четыре атома другого сорта (S). Структуру вюрцита имеют также большинство нитридов AlN, BN, GaN и некоторые политипы SiC.

Информация

Л. Раткин

НАНОТЕХНОЛОГИИ В ФИЗИОЛОГИИ

4—8 июня с. г. в Москве под патронажем РАН и Московской медицинской академии (ММА) им. И. М. Сеченова проходил XX Съезд Физиологического общества им. И. П. Павлова. Данное мероприятие традиционно относится к числу крупнейших событий российского и международного научных сообществ и проходит в среднем один раз в четыре года (первый съезд физиологов России состоялся в 1917 году).

Юбилейный съезд был приурочен к предстоящему в будущем году 250-летию ММА и отмечаемому в 2009 г. 180-летию со дня рождения И. М. Сеченова (1829—1905).

К началу форума был издан справочник "Физиологи России", содержащий данные о структуре, руководителях, ведущих научных сотрудниках институтов РАН, РАМН, РАО и РАСХН, ряда российских университетов, вузов, учреждений Минобрнауки РФ, МО РФ, МЧС РФ и других ведомств, участвующих в России в решении проблем в области физиологии.

Съезд открылся в Центральном доме ученых отчетом Центрального совета Физиологического общества им. И. П. Павлова о состоянии, проблемах и перспективах развития российской физиологии. В отличие от предыдущих, на юбилейном съезде значительно расширилась тематика включенных в программу мероприятия симпозиумов. В представленных на них докладах и выступлениях достаточно активно обсуждались вопросы развития нанотехнологий и производства наноматериалов для отечественной физиологии.

Всего в рамках форума было проведено свыше 60 симпозиумов. Проводимые мероприятия посетили более 1600 зарегистрированных участников и гостей. По результатам обработки 1256 регистрационных анкет возрастной состав распределился следующим образом: молодые ученые до 35 лет — 28 %, от 35 до 40 лет - 7 %, 40-50 лет - 24 %, от 50 до 60 лет -17 %, свыше 60 лет — 24 %; из них 26 академиков государственных академий (РАН, РАМН, РАО, РАСХН), 28 член-корреспондентов, 397 докторов и 449 кандидатов наук. Чуть более половины (51 %) делегатов представили научные учреждения и организации Москвы и подмосковных научных центров, 12 % — Санкт-Петербург, 4 % — Новосибирск, 30 % — остальные регионы России, 3 % — иностранные представители.

Достижениям российских научных школ в сфере нанотехнологий был посвящен ряд представленных на съезде докладов. В частности, в докладе представителей Санкт-Петербургского государственного университета о регуляторной функции А2-изоформы NA, К-АТФазы показана возможность ее селективной регуляции со стороны сердечных гликозидов и эндогенных дигиталисоподобных факторов (ЭДПФ), вызывающих положительный инотропный эффект в наномолярных концентрациях.

Нанотехнологиям в профилактике желудочно-кишечных заболеваний был посвящен совместный доклад Калужского филиала российского государственного аграрного университета МСХА им. К. А. Тимирязева и ООО "Ультрадисперсные системы" (Москва). Используя известный эффект быстрого усвоения и активного физиологического воздействия на организм животных наночастиц, авторы приступили к комплексным испытаниям препарата нового поколения минеральной добавки ультрадисперсной металлополимерной композиции (МПК-3, гель № 2 Си-Fe-Zn), изготовленной на нанотехнологическом оборудовании для перорального применения. Исследования показали, что применение МПК способствует значительному росту экономической эффективности сельскохозяйственных предприятий, что обусловлено составом препарата. В частности, Си является ингибитором патогенной микрофлоры, Fe — антианемический препарат, стимулирующий повышение уровня гемоглобина в крови, Zn участвует более чем в двухстах ферментативных реакциях организма.

В работе съезда нашли отражение вопросы, связанные с использованием медицинской нанотехнологической продукции для профилактики нервных перегрузок и лечения нервных расстройств, а также повышения стрессоустойчивости и мониторинга изменений физиологических функций человека при длительных космических экспедициях, например, при полетах на Марс.

На форуме также обсуждались проблемы финансирования разработок в различных сферах, в т.ч. по созданию наноматериалов для медицины, взаимодействию интернет-сообщества по актуальной научной проблематике, формированию базы данных о результатах проводимых исследований, включая нанотехнологии, новым проектам и перспективным работам в физиологической сфере.

По результатам работы съезда приняты программные документы и выработаны рекомендации по дальнейшему совершенствованию деятельности общества. В частности, отмечена необходимость организации Советов молодых ученых, в которых будущие руководители научных направлений с помощью наставников обучались бы правильной и оперативной организации работ и совмещению научной и административной деятельности. Координация работ таких Советов может способствовать воспитанию нового поколения российских ученых и формированию повышенной ответственности за проводимые научные исследования.

Также подчеркнута целесообразность увеличения числа участников и гостей будущих съездов за счет более широкого привлечения представителей из региональных центров и зарубежных академических институтов, научных учреждений и организаций, и увеличение количества симпозиумов, в том числе по нанотехнологической проблематике.

SPECIALIZED EXHIBITION OF NANOTECHNOLOGY AND MATERIALS



NTMEX - 2007

ТЕМАТИЧЕСКИЕ РАЗДЕЛЫ:

ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ **ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА НАНОМАТЕРИАЛОВ**

Производство порошков;

Производство пленок и нанесение покрытий; Производство объемных наноструктурных материалов; Технологии производства микросхем и их

компонентов на основе наноматериалов и нанотехнологий; Применение наноматериалов и нанотехнологий в контрольно-измерительной и испытательной аппаратуре и технике

УСЛУГИ В ОБЛАСТИ НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Передача технологий; Инновационное применение нанотехнологий; Специальная литература в области наноматериалов и нанотехнологий

ПРИМЕНЕНИЕ НАНОТЕХНОЛОГИЙ В ОБЛАСТЯХ ГОРОДСКОГО ХОЗЯЙСТВА

Здравоохранение; Правопорядок и безопасность; Строительство и строительная спроительов индустрия; Топливно-энергетическое хозяйство; Охрана окружающей среды; Транспорт; Жилищное хозяйство

ДИРЕКЦИЯ ВЫСТАВКИ:

107140, Россия, г. Москва, ул. В. Красносельская, д.2/1, стр.1 Тел./факс: (495) 502-19-38, 775-17-20, 502-19-37 E-mail: mkmprof@mail.ru www.mkmexpo.ru

СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ ВЫСТАВКА НАНО- ТЕХНОЛОГИЙ И МАТЕРИАЛОВ

5 - 7 декабря 2007 года

Москва, Новый Арбат, 36 здание Правительства Москвы

НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ

Физика и химия процессов нанотехнологий; Компоненты нанотехнологий; Классификация по типу (порошки, пленки, покрытия, объемные наноструктурные материалы): материалы); Основные служебные характеристики наноматериалов и их преимущества; Сферы использования наноматериалов и нанотехнологий

МОДУЛИ И ОРИГИНАЛЬНЫЕ КОМПОНЕНТЫ НА ОСНОВЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Микроробототехника; Датчики; Микромеханика; Волоконная оптика; Волоконная оптика; Интегральная оптика; Лазерная техника; Микроструйная техника; Микропозиционеры и микроманипуляторы; Другие микромеханические компоненты; Элементы конструкции

НАНОМАТЕРИАЛЫ **ДЛЯ КОМПОНЕНТОВ И МИКРОСИСТЕМ**

Полимерные материалы; Функциональная керамика; Наноструктурные пленки



11-я МЕЖДУНАРОДНАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ ВЫСТАВКА ЭЛЕКТРОННЫХ КОМПОНЕНТОВ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ

15-18 АПРЕЛЯ\2008

МОСКВА ВКРОКУС ЭКСПО МЕЖДУНАРОДНЫЙ ВЫСТАВОЧНЫЙ ЦЕНТР



Совместно с:

electron

ехро

Approved

ВАША КОНТАКТНАЯ ЛЛОЩАДКА

Организаторы:

Тел.: +7(812)380 6003 +7(812)380 6007 +7(812)380 6000 Факс: +7(812)380 6001 E-mail: electron@primexpo.ru

expoelectronica.ru

W M M.

ородикана картыр"

При содействии:



CONTENTS

Zhigalina O. M., Hmelenin D. N., Vorotilov K. A., Sigov A. S., Vasilyev V. A., Lebo I. G., Zvorykin V. D.TEM Study of Barium-Strontium Titanate Thin Films after Laser Annealing2
Luchnikov P. A., Rogachev A. A., Luchnikov A. P. Nanostructure and Morphology of Fluoropolymer Vacuume Film on Silicon
Mustafaev A. G. Silicon Plates with the Buried Layer Formation Technology
Korostelev V. F. Technology and Control of Shaping of Nanocrystalline Structure of Workpieces from Precision Alloies
Agasiev A. A., Panakhov M. M., Mamedov M. Z., Mamedova V. J. Temperature Dependence of Optical Absorption in Conducting Films SrTiO ₃
Kovalevsky A. A., Shevchenok A. A., Dolbik A. V., Strogova A. S. The Influence Investigation of Thermotreatment Terms on Rate of Saturation Water of Micro- and Nanostructured Silicon Powders in Process of Pressing
Bobrinetskii I. I., Nevolin V. K., Stroganov A. A., Ivanova O. M., Krutovertsev S. A. The Effect of Environment Relative Humidity on the Transport Properties of Carbon Nanotube Based Structures
Bychkov I. N. Die Pads Planning and Wires Bonding Design for Packaging of Integrated Circuits
Zajtsev N. A. Physics-Technological Singularities of Devices Design on the Basis of Heterostructure-Silicon-Ferroelectric Film
Rekhviashvili S. Sh. Quantum Hall Effect: Interpretation and New Application
Akopyan V. A., Rozhkov E. V., Soloviev A. N., Shevtsov S. N. Method and Measure Complex for Modeling Processes of Controlled Suppression of Vibrations of Polymer-Composite Constructions by the PZT Actuators
Chertoriisky A. A., Sergeev V. A. The Control over Temperature Patterns and Thermophysical Characteristics of High-Power Transistors Using Dilatometric Method
Glukhova O. E., Saliy I. N., Meschanov V. P. Nano-Autoclave on the Basis of Carbon Nanopeapod
Kazakov V. K., Nikiforov V. G., Safronov A. Ia., Chernov V. A. Actuators for Optical Shutters and Methods of Dimensions of their Characteristics
Spirin V. G. Contact Resistance of a Thin-Film Resistor
Solenov E. I., Popov L. K., Shevtsova A. G. Optical Rectification of Affine Albuminous Complexes into Microliauided Devices

For foreign subscribers:

Journal of "NANO and MICROSYSTEM TECHNIQUE" (Nano- i mikrosistemnaya tekhnika, ISSN 1813-8586)

The journal bought since november 1999. Editor-in-Chief Ph. D. Petr P. Maltsev

ISSN 1813-8586.

Address is: 4, Stromynsky Lane, Moscow, 107076, Russia. Tel./Fax: +7(495) 269-5510. E-mail: nmst@zknet.ru; http://www.microsystems.ru

Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Стромынский пер., 4/1. Телефон редакции журнала (495) 269-5510. E-mail: nmst@zknet.ru Журнал зарегистрирован в Федеральной службе по надзору за соблюдением законодательства

в сфере массовых коммуникаций и охране культурного наследия. Свидетельство о регистрации ПИ № 77-18289 от 06.09.04.

Дизайнер Т. Н. Погорелова. Технический редактор О. А. Ефремова. Корректор Е. В. Комиссарова

Сдано в набор 18.08.2007. Подписано в печать 25.09.2007. Формат 60×88 1/8. Бумага офсетная. Печать офсетная. Усл. печ. л. 9,8. Уч.-изд. л. 11,85. Заказ 165. Цена договорная

Отпечатано в ООО "Подольская периодика". 142110, Московская обл., г. Подольск, ул. Кирова, 15