

НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

№ 4 (129) ✧ 2011

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫЙ ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ И ПРИКЛАДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Журнал выпускается при научно-методическом руководстве Отделения нанотехнологий
и информационных технологий Российской академии наук

Журнал включен в перечень научных и научно-технических изданий ВАК России
и в систему Российского индекса научного цитирования

Издается с 1999 г.

Главный редактор
Мальцев П. П.

Зам. гл. редактора
Лучинин В. В.

Редакционный совет:

Аристов В. В.
Асеев А. Л.
Волчихин В. И.
Гапонов С. В.
Захаревич В. Г.
Каляев И. А.
Квардаков В. В.
Климов Д. М.
Ковальчук М. В.
Нарайкин О. С.
Никитов С. А.
Сауров А. Н.
Серебряников С. В.
Сигов А. С.
Стриханов М. Н.
Чаплыгин Ю. А.
Шахнов В. А.
Шевченко В. Я.

Редакционная коллегия:

Абрамов И. И.
Андривский Р. А.
Антонов Б. И.
Арсентьева И. П.
Астахов М. В.
Быков В. А.
Горнев Е. С.
Градецкий В. Г.
Гурович Б. А.
Кальнов В. А.
Карякин А. А.
Колобов Ю. Р.
Кузин А. Ю.
Мокров Е. А.
Норенков И. П.
Панич А. Е.
Панфилов Ю. В.
Петросьянц К. О.
Петрунин В. Ф.
Путилов А. В.
Пятышев Е. Н.
Сухопаров А. И.
Телец В. А.
Тимошенков С. П.
Тодуа П. А.
Шубарев В. А.

Отв. секретарь
Лысенко А. В.

Редакция:
Григорин-Рябова Е. В.
Чугунова А. В.

Учредитель:
Издательство
"Новые технологии"

СОДЕРЖАНИЕ

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ

- Раткин Л. С.** Проблемы стандартизации и метрологического обеспечения в нано- и микроэлектронике 2

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

- Коноплев Б. Г., Агеев О. А., Смирнов В. А., Коломийцев А. С., Ильин О. И.** Модификация зондовых датчиков-кантилеверов для атомно-силовой микроскопии методом фокусированных ионных пучков 4
- Аракелян С. М., Кутровская С. В., Кучерик А. О., Троицкий Д. П., Прокошев В. Г., Быков В. А., Леесмент С. И.** Использование методов фрактальной геометрии для анализа морфологических свойств и управления качеством получаемого информационного массива по результатам измерений наноразмерных объектов с использованием атомно-силового микроскопа 8

КОНСТРУИРОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ МНСТ

- Гришина Т. А., Мельников А. А., Гришина В. Ю., Трошин Б. В.** Взаимодействие электронного пучка с полем кристаллической решетки и представления волновой оптики. 14

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

- Чернега Н. В., Самойлович М. И., Белянин А. Ф., Кудрявцева А. Д., Клещева С. М.** Генерация электромагнитного и акустического излучений в наноструктурированных системах 21
- Иванов М. Б., Лазебная М. А., Колобов Ю. Р., Храмов Г. В., Волковняк Н. Н., Колобова Е. Г.** Исследование коррозионной стойкости миродуговых кальций-фосфатных покрытий на титане ВТ1-0 в биологических средах 31
- Штенников В. Н.** Влияние некоторых параметров паяльного инструмента на температуру пайки 37

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

- Амеличев В. В., Годовицын И. В., Сайкин Д. А.** Перспективная технология изготовления высокодобротных кремниевых микромеханических резонаторов . . 39
- Фетисов Ю. К., Чашин Д. В., Лебедев С. В., Сегала А. Г., Итальянцев А. Г., Горнев Е. С.** Пьезоэлектрический датчик магнитного поля на основе планарной биморфной структуры с током 45
- Драгунов В. П., Остертак Д. И.** Архитектура и анализ схем МЭМ рекуператоров электрической энергии 49
- Contents** 55

Аннотации на русском и английском языках с 1999 г. по настоящее время находятся в свободном доступе на сайтах журнала (<http://novtex.ru/nmst/>) и научной электронной библиотеки (<http://elibrary.ru>). Электронные версии полнотекстовых статей расположены на сайте журнала: с 1999 г. по 2003 г. в разделе "ПОИСК СТАТЕЙ", а с 2004 г. — в разделе "АРХИВ".

ПОДПИСКА:

- по каталогу Роспечати (индекс 79493);
- по каталогу "Пресса России" (индекс 27849)
- в редакции журнала (тел./факс: (499) 269-55-10)

Адрес для переписки:
e-mail: nmst@novtex.ru

УДК 623.3

Л. С. Раткин, канд. техн. наук, нач. отдела,
ООО "АРГМ", e-mail: rathkeen@bk.ru

ПРОБЛЕМЫ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ В НАНО- И МИКРОЭЛЕКТРОНИКЕ

Поступила в редакцию 08.12.2010

В середине 2010 года при поддержке ГК "Российская корпорация нанотехнологий" и Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в г. Черноголовка Московской области была организована и проведена Третья школа "Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и микроэлектронике". В числе наиболее актуальных проблем, обсуждавшихся на сессиях — особенности метрологического обеспечения и стандартизации в микро- и микроэлектронике.

Ключевые слова: метрология, стандартизация, микроэлектроника, микроэлектроника

Перспективы развития микроэлектроники рассматривались в выступлении директора Института сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН, д-ра техн. наук, профессора П. П. Мальцева. Отмечалась всевозрастающая роль современных НЭМС в военных системах и продукции оборонного назначения, в частности, для навигации и охраны стратегически важных объектов, управления роботизированными системами и комплексами, картографирования.

Технологиям и характеристике приборов на основе наноструктур АЗВ5 была посвящена лекция заведующего лабораторией Университета в г. Лунд (Швеция) И. А. Максимова. Рассматривался рост нитевидных нанокристаллов (нанопроводов) и формирование квантовых точек в режиме *Stranski-Krastanow*. Синтез нитевидных нанокристаллов достигается при участии каталитических частиц Au, которые могут быть получены методом формирования регулярных структур с помощью электронно-лучевой нанолитографии высокого разрешения (от 20 до 30 нм) или методом осаждения аэрозолей. Также возможно формирование наноструктур на основе литографии, в частности электронно-лучевой литографии. Метрология синтезируемых наноструктур применима и для характеристики технологических процессов.

Ведущий научный сотрудник Института физики полупроводников Сибирского отделения РАН, канд. физ.-мат. наук А. К. Гутаковский представил доклад о характеристике атомной структуры полупроводниковых систем методами высокоразрешающей электронной микроскопии [1]. Для управления свойствами полупроводников используется метод, базирующийся на размерных эффектах в квантовых гетеросистемах или в системах пониженной размерности. Управление показателем преломления, шириной запрещенной зоны, энергетическим спектром электронной подсистемы, эффективной массой и подвижностью носителей заряда способствует синтезу микроэлектронных материалов с уникальными свойствами. Метод высокоразрешающей электронной микроскопии (энергия электронов составляет от 200 до 400 кэВ) не только обеспечивает получение карт распределения химического элемента по объему анализируемого объекта, но и позволяет изучать атомное строение материала с помощью энергетической фильтрации зондирующих электронов [2].

Применение синхротронного излучения для изучения характеристик многослойных наноструктур было темой выступления начальника научно-исследовательского отделения ФГУП "ВНИИОФИ", д-ра техн. наук С. И. Аневского. В рамках работ ФГУП совместно с НИЦ "Курчатовский институт" проводятся измерения абсолютной спектральной чувствительности (АСЧ) ПЗС-матриц и фотодиодов. Также исследуются многослойные зеркала и фильтры, в частности в УФ диапазоне, проводятся контрольные замеры значений спектральных коэффициентов отражения и пропускания дифракционных решеток. Пример применения синхротронного излучения для изучения характеристик многослойных наноструктур — калибровка приемников АСЧ многоканального бортового радиометра, регистрирующего плотность потока солнечного излучения в диапазонах 0,5...11 и 27...37 нм для космического проекта "КОРОНАС-ФОТОН".

Электронно- и ионно-лучевые методы в метрологии топологических структур в микроэлектронике и микромеханике обсуждались в докладе директора ООО "Системы для микроскопии и анализа" В. Я. Шкловера. Необходимость в количественной оценке и идентификации затворных структур и интерфейсных материалов с субангстремным разрешением и анализом на атомном уровне при разработке технологического процесса обуславливает обработку всевозрастающего информационного объема для его оптимизации. Гибкий объектно-ориентированный анализ предъявляет высокие требования не

только к скорости обработки необходимой информации при заполнении операционного зазора между фабрикой и лабораторией, но и к точности получения данных от уникальных объектов. К числу методов, обеспечивающих получение данных при минимальном воздействии на образцы, относится и низковольтная высокоразрешающая растровая микроскопия.

Заместитель директора центра нанотехнологий Санкт-Петербургского академического университета — Научно-образовательного центра нанотехнологий РАН, канд. физ.-мат. наук А. Ю. Егоров предложил комплексный подход к решению научной проблемы по изучению полупроводниковых наногетероструктур для микро- и оптоэлектроники. Молекулярно-лучевая эпитаксия в настоящее время является одним из основных методов прецизионного синтеза многослойных полупроводниковых наногетероструктур твердых растворов Al_xB_5 , позволяя выращивать структуры с чрезвычайно резкими профилями элементного состава и легирования. В лекции рассматривались особенности эпитаксии на поверхности с искусственным рельефом, формирования массивов 3D-"островков" и гетероструктур с квантовыми точками и синтеза многослойных гетероструктур с квантоворазмерными слоями, а также методы диагностики полупроводниковых наногетероструктур.

Проблематика проведения квантовых вычислений была темой доклада ведущего научного сотрудника Физико-технологического института РАН, канд. физ.-мат. наук В. В. Вьюркова. Поскольку средствами нано- и микроэлектроники могут быть реализованы твердотельные конструкции квантовых компьютеров [1], то в отличие от биологических молекул, конструкция, предложенная Б. Е. Кейном в 1998 году, относится к числу инвестиционно-привлекательных проектов. Допустимо внедрение в кремний атомов фосфора ^{31}P и создание квантового компьютера на базе канала полевого транзистора с формированием квантовых точек. Пропускание тока позволяет считывать результат вычислений и измерять состояние квантовой системы.

Электронно-микроскопические методы (ЭММ) измерений в нано- и микроэлектронике затронул в лекции заведующий кафедрой Московского государственного института электронной техники, д-р физ.-мат. наук, профессор Н. И. Боргардт. Возможности ЭММ расширяются при применении системы с фокусированным ионным пучком, позволяя исследовать локальные разрезы в глубь образца, что, в частности, используется при анализе топологии и структуры СБИС. Аналогично может быть решена задача измерения координат совокупности эквивалентных нанообъектов, сформированных на базе периодических поверхностных наноструктур.

Старший научный сотрудник Института физики полупроводников СО РАН, канд. физ.-мат. наук, доцент В. А. Володин обобщил результаты анализа размеров нанокристаллов по данным спектроскопии комбинационного рассеяния света. При изучении эффектов ангармонизма на положение пиков ком-

бинационного рассеяния света уточнялись зависимости положения пика от размеров нанокристалла кремния. Анализ фазового состава и размеров способствовал совершенствованию перспективной технологии импульсной кристаллизации.

Проблем стандартизации в нанoeлектронной сфере коснулась в своем выступлении заместитель генерального директора по научной работе ОАО "РНИИ "Электронстандарт" Н. Г. Коломенская. Поскольку для электронной продукции военного назначения разработан и успешно функционирует комплекс государственных стандартов "Климат-7", возможно создание аналогичного комплекса для изделий народнохозяйственного назначения, в том числе для нанoeлектронной продукции. Ввиду отсутствия единой узаконенной терминологии на рынке нанотехнологической продукции проблематично взаимодействие покупателей и продавцов, производителей и потребителей. Крайне важно введение первоочередных стандартов на термины и определения в наноиндустриальной сфере, что поможет установить уровень обобщения требований, необходимый для разработки стандартов на классификацию.

Также был представлен ряд докладов, в частности, по прецизионным измерениям в нанометровом диапазоне, российским стандартам системы измерений для наноиндустрии, сканирующей зондовой микроскопии структур объектов нанoeлектроники, кремниевой нанoeлектронике и характеристике структур углеродных нанотрубок методом электронной микроскопии высокого разрешения.

Выводы

1. При проектировании и выпуске современной нано- и микроэлектронной продукции необходимо проведение комплекса сложных измерений, что стимулирует повышение требований к производительности и разрешающей способности измерительного оборудования.

2. Для признания калибровочных возможностей и гармонизации методик в соответствии с требованиями международных нанотехнологических стандартов необходима регуляризация и законодательное оформление процедур по сличению нанометрологических эталонов на международном уровне.

3. Для развития отечественной нанoeлектронной промышленности необходимо совершенствование нормативной базы, регламентирующей все стадии жизненного цикла — от проектирования и выпуска до использования с сервисной поддержкой и утилизации [3].

Список литературы

1. Алферов Ж. И. Нанотехнологии микроэлектроники и энергетики // Вестник Российской академии наук. 2009. Том 79, № 3. С. 224—229.
2. Фортков В. Е., Попель О. С. Энергетика в современном мире. Долгопрудный: Интеллект, 2011. С. 135—163.
3. Раткин Л. С. Новые разработки Российской академии наук в сфере нанотехнологий // Нано- и микросистемная техника. 2010. № 4. С. 2—4.

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

УДК 621.385

Б. Г. Коноплев, д-р техн. наук, проф., декан,
О. А. Агеев, д-р техн. наук, проф., зав. каф.,
В. А. Смирнов, канд. техн. наук, доц.,
А. С. Коломийцев, аспирант,
О. И. Ильин, инженер,
e-mail: sva@fep.tti.sfedu.ru
Технологический институт Южного федерального
университета в г. Таганроге

МОДИФИКАЦИЯ ЗОНДОВЫХ ДАТЧИКОВ-КАНТИЛЕВЕРОВ ДЛЯ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ МЕТОДОМ ФОКУСИРОВАННЫХ ИОННЫХ ПУЧКОВ

Поступила в редакцию 23.11.10

Представлены результаты экспериментальных исследований по модификации зондовых датчиков-кантилеверов для атомно-силовой микроскопии (АСМ) путем осаждения на поверхность балки кантилевера вольфрамового острия методом фокусированных ионных пучков (ФИП) с применением высокоселективной газовой химии. Показано, что полученные методом ФИП зонды длиной 5 мкм и радиусом закругления порядка 50 нм позволяют повысить точность измерений тестовых объектов. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления и модификации зондовых датчиков-кантилеверов АСМ, а также при исследовании структур микро- и наносистемной техники.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия, кантилевер, фокусированный ионный пучок, ионно-стимулированное осаждение, сопротивление растекания

Введение

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) является одним из основных методов исследования локальных электрических, химических и механических свойств поверхности с высоким пространственным разрешением в различных средах, а также активно используется при формировании наноразмерных структур нанoeлектроники, микро- и наносистемной техники методами зондовой нанолитографии

[1–3]. Получение изображения методом АСМ происходит путем регистрации параметров взаимодействия в системе зонд—подложка, при этом на достоверность результатов существенное влияние оказывают параметры зондовых датчиков [1–4]. В качестве зондовых датчиков в методе АСМ используют кантилеверы, основными параметрами которых являются жесткость, форма, тип покрытия и радиус острия зонда [1]. В этих условиях актуальной задачей зондовой нанотехнологии является формирование кантилеверов с заданной геометрией и радиусом закругления острия зонда.

Технология изготовления коммерческих кантилеверов на основе кремния базируется на технологии микрообработки. При этом, как правило, формирование пирамидального острия кантилевера с радиусом закругления менее 30 нм происходит за счет анизотропного травления кремния [3]. Технологические процессы изготовления кантилеверов рассчитаны на массовое производство и не позволяют варьировать форму острия в широких пределах. Создание зондовых датчиков-кантилеверов для решения специальных метрологических и технологических задач (например с высоким аспектным соотношением) повышает себестоимость кантилевера в несколько раз. Другой проблемой АСМ является достаточно низкая долговечность зондов. В зависимости от типа исследуемого материала, одного зондового датчика хватает, как правило, на несколько циклов измерений, после чего геометрия острия зонда нарушается, что делает невозможным проведение дальнейших исследований данным зондом.

Метод фокусированных ионных пучков позволяет формировать микро- и наноразмерные структуры на поверхности подложки ионно-лучевым травлением и ионно-стимулированным осаждением материалов из газовой фазы с высоким разрешением и воспроизводимостью параметров [5, 6]. В отличие от стандартных технологических процессов, основанных на использовании литографических методов и химического травления для структурирования поверхности подложки, обработка методом ФИП происходит с высокой скоростью, независимо от типа обрабатываемой поверхности и не требует проведения дополнительных технологических операций [5].

Цель работы — разработка и исследование методики модификации кантилеверов с использованием технологии ФИП, а также исследование параметров полученных зондов методом АСМ.

Методика эксперимента

Экспериментальные исследования по модификации и исследованию характеристик кантилеверов проводили с использованием многофункционального сверхвысоковакуумного нанотехнологического комплекса НАНОФАБ НТК-9 (производитель — ЗАО "Нанотехнология-МДТ", г. Зеленоград) и РЭМ Nova NanoLab 600 (FEI Company, Нидерланды). В качестве экспериментального образца использовали кантилевер марки NSG 10 (рис. 1) [7] с разрушенным после интенсивного использования острием (рис. 2, а). Формирование нового острия, на месте сломанного, осуществлялось локальным ионно-стимулированным осаждением вольфрама методом ФИП. Для локализации процесса осаждения был создан специальный графический шаблон, представляющий собой окружность заданного диаметра.

На начальном этапе было проведено выравнивание области балки путем осаждения проводящего слоя площадью 2×2 мкм толщиной порядка 250 нм. После этого на сформированной площадке осуществлялось осаждение структуры острия зонда. Время проведения процесса составило 35 с, в результате на балке кантилевера было сформировано вольфрамовое острие высотой 5 мкм и радиусом закругления около 50 нм (рис. 2, б).

Для исследования характеристик кантилеверов методом АСМ в полуконтактном режиме проводилось сканирование субмикронных структур на поверхности калибровочной решетки TGQ 1 [7] с использованием стандартного и модифицированного методов ФИП кантилеверов.

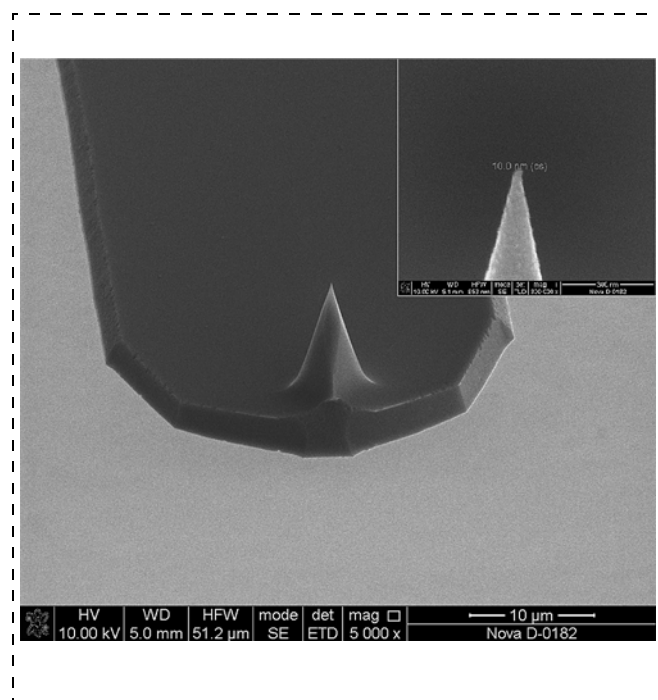


Рис. 1. РЭМ-изображения кремниевого кантилевера NSG 10

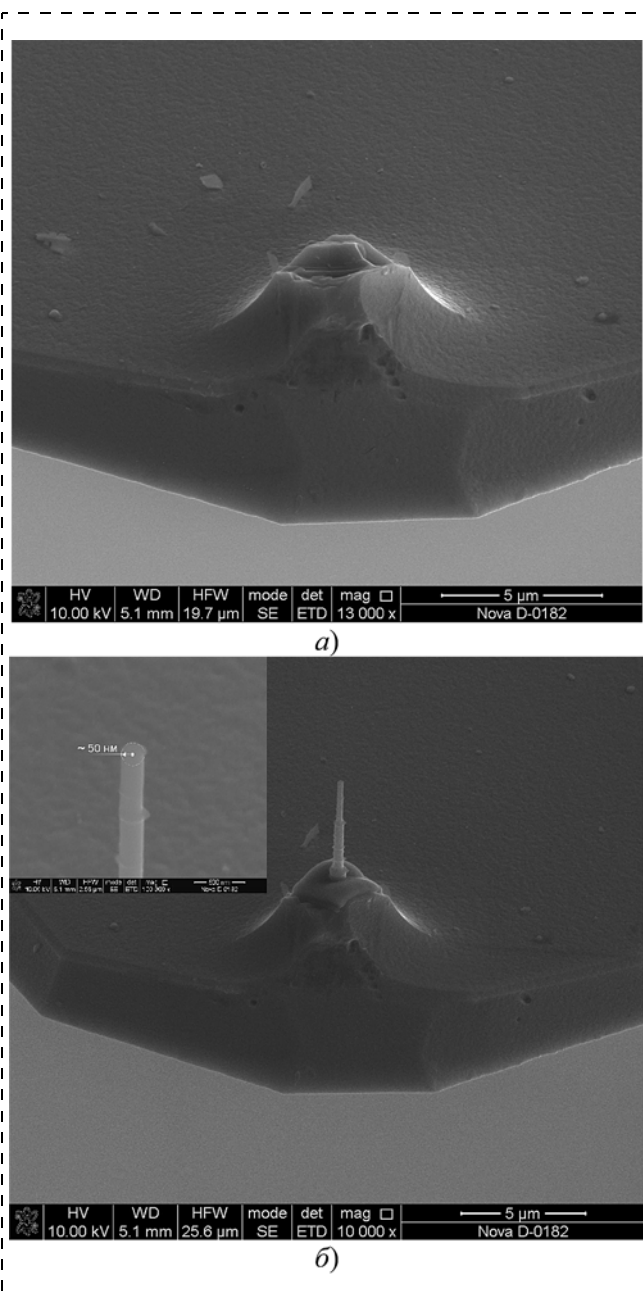


Рис. 2. РЭМ-изображения кантилевера с изношенным острием (а) и кантилевера, модифицированного методом ФИП (б)

Результаты и их обсуждение

Анализ полученных АСМ-изображений (рис. 3) показал, что форма структур решетки TGQ1, полученных стандартным кантилевером (рис. 3, а) содержит артефакт в виде ступеньки (рис. 3, б), связанный с износом острия зонда после проведения нескольких циклов сканирования (вкладка на рис. 3, б). При этом угол конусности острия стандартного кантилевера (около 22° [7]) вносил существенный вклад в искажение формы и латеральных геометрических размеров структуры тестовой решетки, ширина элементов решетки составила 2 мкм (рис. 3, б). При сканировании решетки TGQ1 модифицированным методом ФИП кантилевером на АСМ-изображе-

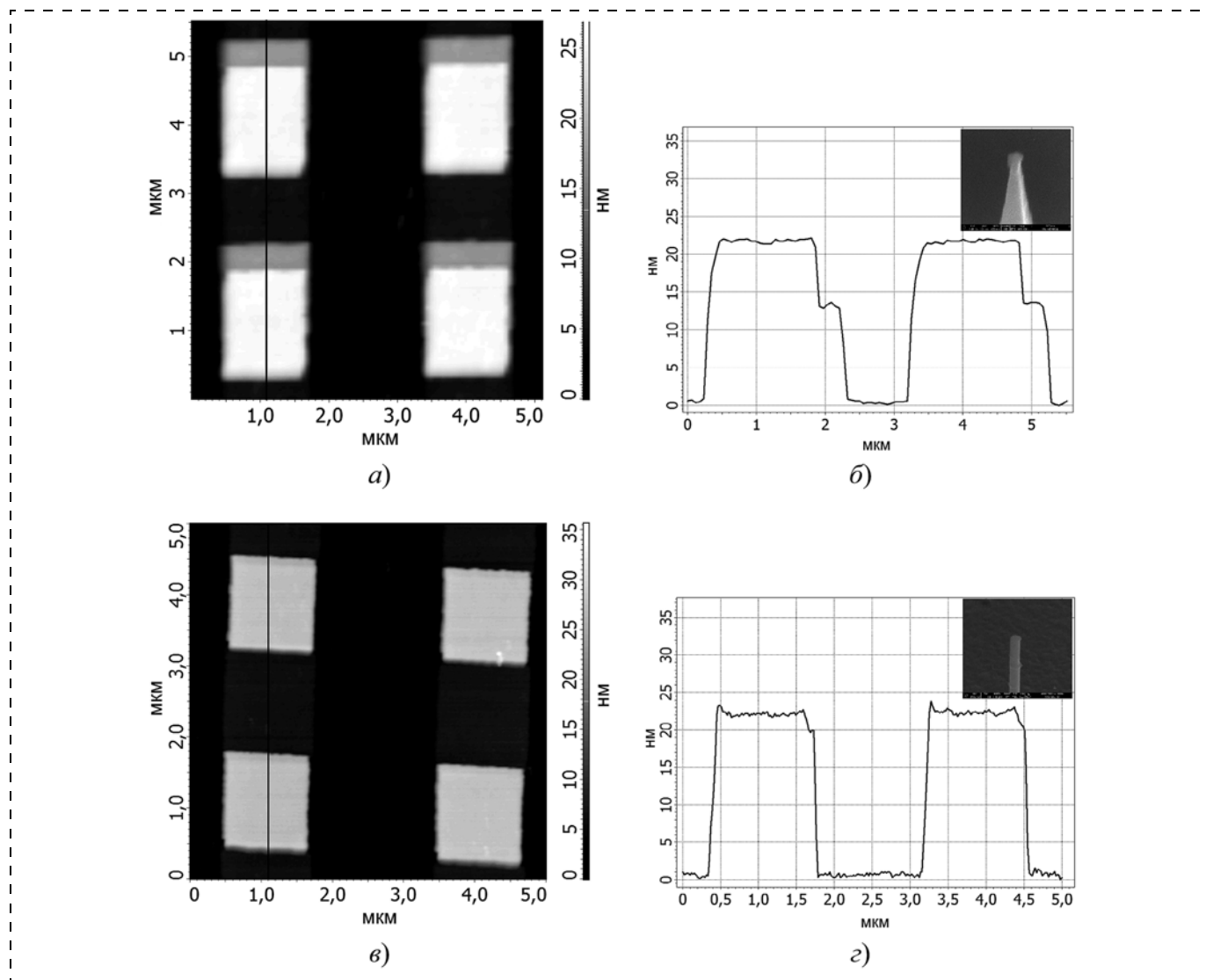


Рис. 3. АСМ-изображения и профилограммы субмикронных структур тестовой решетки TGQ1, полученные:

a, б — исходным кантилевером; *в, г* — модифицированным методом ФИП кантилевером

нии (рис. 3, *в*) артефакты отсутствовали, а ширина элементов решетки (рис. 3, *г*) соответствовала паспортным данным (1,5 мкм [7]), что определяется малым углом конусности модифицированного острия (около 1°).

Модифицированные зондовые датчики-кантилеверы для АСМ при исследовании топологии элементов nano- и микросистемной техники применяются в основном для формирования изображений структур с высокими аспектным соотношением и крутизной стенок. В частности, для исследования микроканальных пластин (МКП), которые представляют собой стеклянные пластины толщиной 0,75 мм со сквозными отверстиями [8], необходимо использовать кантилеверы с высоким аспектным соотношением сторон и углом конусности острия менее 3° [8].

На рис. 4, *а* приведено АСМ-изображение микроканальной пластины, полученное модифицированным методом ФИП кантилевером. Анализ полученных АСМ-изображений показывает, что вертикальность стенок микроканалов МКП соответствует паспортным данным [8], при этом зонд длиной 5 мкм проникал в канал на полную длину острия (рис. 4, *б*).

Одной из наиболее актуальных задач зондовой нанотехнологии является измерение электрических параметров элементов нанoeлектроники и наноразмерных структур [9].

В работе проводились исследования возможности использования модифицированного кантилевера для измерения электрических параметров наноразмерных структур методом АСМ. Исследовалась структура планарного элемента металлической нанoeлектроники на основе наноразмерного канала проводимости, сформированного в тонкой пленке титана методом ФИП [10]. На рис. 5, *а* приведено АСМ-изображение распределения тока по поверхности наноразмерного канала шириной около 12 нм (РЭМ-изображение которого приведено на вложке рис. 5, *б*), полученное с помощью метода отображения сопротивления. Затем с использованием модифицированного кантилевера была получена ВАХ этой структуры (рис. 5, *б*), которая соответствует ВАХ перспективных элементов нанoeлектроники на основе квазиодномерных каналов проводимости предложенных (исследованных) в работе [2].

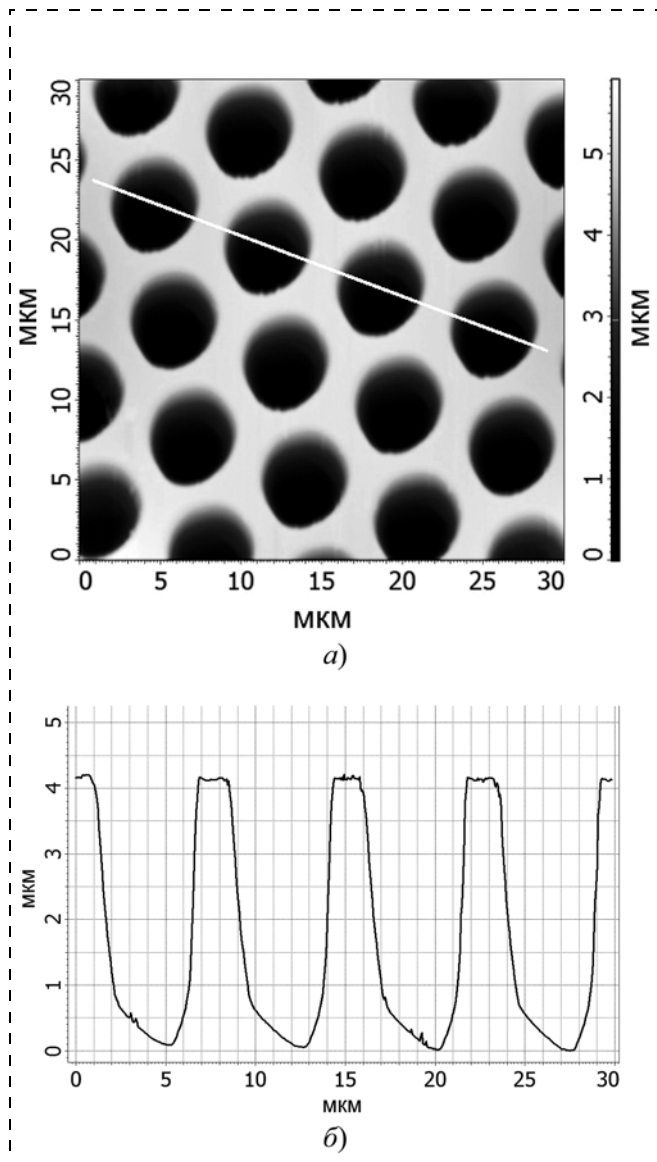


Рис. 4 АСМ-изображение микроканальной пластины, полученное модифицированным методом ФИП кантилевером:

а — топология поверхности; *б* — профилограмма вдоль линии

Таким образом, установлено, что зондовые датчики, модифицированные методом ФИП по разработанной методике, можно успешно применять для измерения электрических характеристик структур методами АСМ. Основными преимуществами полученных кантилеверов над стандартными являются большая площадь и однородность электрического контакта, что обеспечивает более высокую точность измерения характеристик структур, а также большую долговечность, вследствие того, что износ монолитного зонда, сформированного из проводящего материала, не вызывает деградации электрических параметров структуры.

Заключение

В результате проведенной работы разработана методика модификации зондовых датчиков-кантилеверов для атомно-силовой микроскопии методом фокусированных ионных пучков, путем выращивания на балке кантилевера острия с регулируемыми в широком диа-

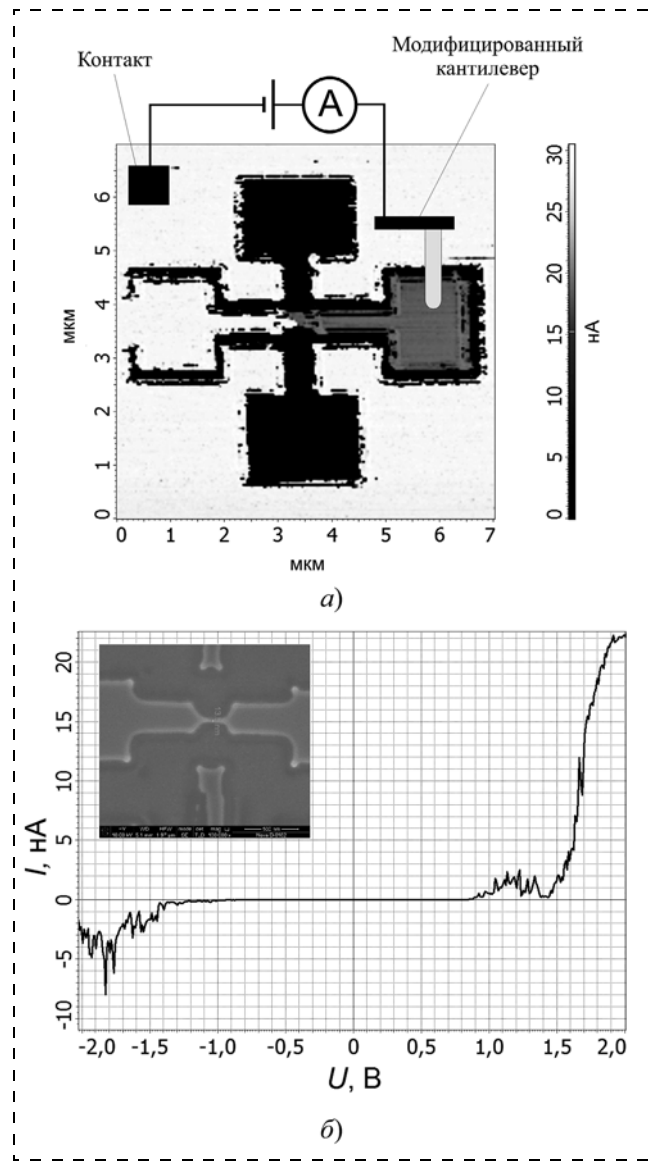


Рис. 5 АСМ-изображение планарной структуры наноэлектроники на основе наноразмерного канала проводимости:

а — распределения тока растекания; *б* — ВАХ планарной структуры

пазоне геометрическими параметрами. Показана возможность восстановления функциональности сломанных зондовых датчиков для атомно-силовой микроскопии. Получены и исследованы экспериментальные образцы модифицированных кантилеверов. Установлено, что использование метода ФИП для выращивания высокоаспектных структур позволяет сформировать острие зонда с радиусом закругления порядка 50 нм, углом конусности около 1° , аспектным соотношением сторон 30 : 1. Исследования субмикронных структур показали преимущества применения модифицированных зондов над стандартными кантилеверами в точности измерения размеров и геометрической формы элементов рельефа калибровочных решеток TGQ1. Установлено, что сформированный зонд имеет более высокую износостойкость по сравнению со стандартным зондом, что позволяет увеличить длительность использования одного кантилевера примерно в 2,5 раза. Показана перспективность применения модифицирован-

ных зондовых датчиков-кантилеверов для атомно-силовой микроскопии при исследовании структур нано- и микросистемной техники сложного профиля на примере исследования МКП. Продemonстрирована возможность использования модифицированных кантилеверов для исследования электрических параметров структур нанoeлектроники методом АСМ.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления специализированных зондов для решения широкого диапазона метрологических задач в нанотехнологии.

Работа выполнена в рамках реализации государственных контрактов № 02.740.11.5119 от 09.03.2010 г.; № 14.740.11.0520 от 01.10.2010 г., заключенными в рамках ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009—2013 годы.

Список литературы

1. Мальцев П. П. Нано- и микросистемная техника. От исследований к разработкам. М.: Техносфера, 2005. 592 с.
2. Неволин В. К. Зондовые нанотехнологии в электронике. — М.: Техносфера, 2006. 160 с.

3. Bhushan B. Springer Handbook of Nanotechnology. 3rd edition. 2010. 1964 p.

4. Агеев О. А., Коноплев Б. Г., Смирнов В. А. и др. Фотоактивация процессов формирования наноструктур методом локального анодного окисления пленки титана // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2010. № 2 (82). С. 23—30.

5. Лучинин В. В. Нанотехнология: физика, процессы, диагностика / Под ред. В. В. Лучинина, Ю. М. Таирова. М.: Физматлит, 2006. — 552 с.

6. Giannuzzi L. A. Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice. New York: Springer, 2004. 357 p.

7. ЗАО "Нанотехнология МДТ". Официальный сайт. URL: <http://www.ntmdt.ru>

8. ООО ВТЦ "Баспик". Официальный сайт. URL: <http://www.baspik.com/>

9. Nagase M., Nakamatsu K., Matsui S., Namatsu H. Carbon multi-probes with nanosprings integrated on Si cantilever using focused-ion-beam technology // Japanese Journal of Applied Physics. 2005. Vol. 44, № 7B. P. 5409—5412.

10. Агеев О. А., Коломийцев А. С., Смирнов В. А. Исследование режимов формирования планарного элемента нанoeлектроники методом фокусированных ионных пучков // Материалы IX Международной научной конференции "Химия твердого тела: монокристаллы, наноматериалы, нанотехнологии", г. Kislovodsk, 2009 г. С. 164—166.

УДК 550.341.2; 539.25:620.187

С. М. Аракелян, д-р физ.-мат. наук, проф, проректор;
С. В. Кутровская, мл. науч. сотр.,
А. О. Кучерик, канд. физ.-мат. наук, доц.,
Д. П. Троицкий, ассистент,
В. Г. Прокошев, д-р физ.-мат. наук, проф, проректор,
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
"Владимирский государственный университет"
e-mail: kucherik@vlsu.ru,
В. А. Быков, д-р техн. наук, ген. директор,
С. И. Леесмент, вед. техн. специалист,
ЗАО "НТ-МДТ"
e-mail: leesment@ntmdt.ru

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОВ ФРАКТАЛЬНОЙ ГЕОМЕТРИИ ДЛЯ АНАЛИЗА МОРФОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ ПОЛУЧАЕМОГО ИНФОРМАЦИОННОГО МАССИВА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИЗМЕРЕНИЙ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОБЪЕКТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АТОМНО- СИЛОВОГО МИКРОСКОПА

Поступила в редакцию 02.12.10

Методы атомно-силовой микроскопии (АСМ) получают все большее распространение в задачах исследования нанообъектов и наноструктур. Используемые подходы позволяют получать с высоким разрешением карту

свойств поверхности. Для многих измерений принципиален вопрос об избыточности проводимых измерений и возможности управлением качеством получаемой информации. На основе методов фрактальной геометрии на примере одномерных зависимостей предложены методы управления качеством и точностью получаемого информационного массива на основе АСМ-измерений.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия, фрактальная размерность, показатель Херстом, управление качеством измерений

Введение

Методы фрактальной геометрии, основанные на вычислении фрактальных размерностей [1] или определении показателя Херста [2, 3] для изображений, полученных с применением растровых электронных и сканирующих атомно-силовых микроскопов, получают все большее распространение в задачах анализа наноразмерных объектов. Данные методы позволяют получать численные характеристики микрогеометрии исследуемого объекта и дают возможность сравнения различных объектов по степени упорядоченности и подобия [4, 5].

Однако в большинстве работ при расчете фрактальной размерности используются стандартные методы, основанные на методе покрытия Минковского [6—8]. Такой подход требует дополнительной обработки анализируемых данных. В данной статье предложен метод расчета фрактальной размерности, использующий скейлинг-эффект [7]. На основе анализа полученных зависимостей предложены методы оценки избыточности измерений и метод

программного улучшения качества проведенных измерений в аспекте повышения их информативности.

Процедура измерения фрактальной размерности

Измерения проводили с использованием сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) Интегра Аура производства компании НТ-МДТ. В качестве исследуемого объекта использовали калибровочную решетку TGZ 02 и полупроводниковую пленку PbSe толщиной 2 мкм с сильно развитым рельефом поверхности. Данные были получены методом контактной силовой микроскопии, в котором система обратной связи зондового микроскопа поддерживает через изменение длины пьезопривода постоянный прогиб кантилевера, что определяет постоянную силу взаимодействия в системе зонд—образец.

В процессе сканирования поверхности образца формирование СЗМ-изображения происходит следующим образом: пьезопривод передвигается в плоскости XY (плоскость изображения) в рамках прямоугольного поля, разбитого на ячейки растра. В каждой точке заданного растра происходит регистрация высоты рельефа (координата Z), а также других характеристик поверхности образца.

Для анализа проводили сканирование рельефа одного и того же участка соответствующего образца с различным пиксельным разрешением, определяемым программно. В качестве непосредственно анализируемых данных брали характерные профили измеренных двумерных карт рельефа (рис. 1).

Для расчета фрактальной размерности полученных таким образом зависимостей используются различные подходы, среди которых наибольшее распространение получил ряд методов, в частности, подсчет ячеек, определение высот-высотной корреляции, нахождение структурной функции, расчет дисперсии высоты [1–5]. Данные методы достаточно чувствительны к изменению структуры рельефа, представляемого в виде определенного числового ряда, и позволяют количественно оценивать его топологическую сложность. Однако применение подобных методов требует дополнительной обработки анализируемых данных. Действительно, при использовании метода подсчета числа ячеек (наиболее распространенного в настоящее время) расчет фрактальной размерности D выполняется в соответствии с выражением [6–8]

$$D = - \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\log N(\varepsilon)}{\log \varepsilon}, \quad (1)$$

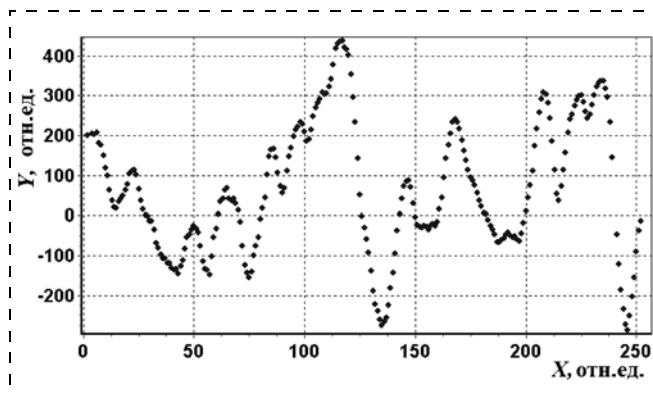


Рис. 1. Пример профиля исследуемого рельефа поверхности

где $N(\varepsilon)$ — число ячеек покрытия; ε — радиус одной ячейки. Это предполагает, что для $N(\varepsilon)$ реализуется следующая зависимость:

$$N(\varepsilon) \approx \varepsilon^{-D}. \quad (2)$$

Очевидно, что ее вид зависит от начального радиуса ячейки покрытия и способа его изменения. Конкретизация соотношения (2) требует введения некоторой нормировочной константы, так как осуществить предельный переход в выражении (1) корректным образом для большинства выборок, длина которых не превышает нескольких сотен отсчетов, не представляется возможным.

Однако возможен другой подход, при котором используется определение фрактала как некоторого множества, отдельная часть которого несет в себе (в силу свойства подобия) информацию обо всем множестве [6]. Это позволяет на базе скейлинг-эффекта [6–8] проводить непосредственный расчет длины ряда, характеризующего рельеф.

Процедура проведения такого анализа заключается в следующем. Определим подобие длины отдельных участков рельефа в виде соотношения

$$L(\delta) = L_0 \delta^{1-D}, \quad (3)$$

где L_0 — начальная длина ряда; $L(\delta)$ — длина ряда при его аппроксимации с выбранным шагом δ . Далее для непосредственного расчета фрактальной размерности используем следующий алгоритм.

Из всего массива данных выбирается 10 % отсчетов, включающих начальную, конечную и промежуточные точки, которые, в свою очередь, содержат максимальное и минимальное значения, расположенные по возможности на равном удалении друг от друга. Для полученной кривой рельефа рассчитывается длина $L(\delta)$. На следующем шаге в выборку добавляется еще 10 % от общего числа значений и для полученной уточненной кривой рельефа снова рассчитывается длина $L(\delta)$. Такая последовательность вычислений продолжается до полного насыщения

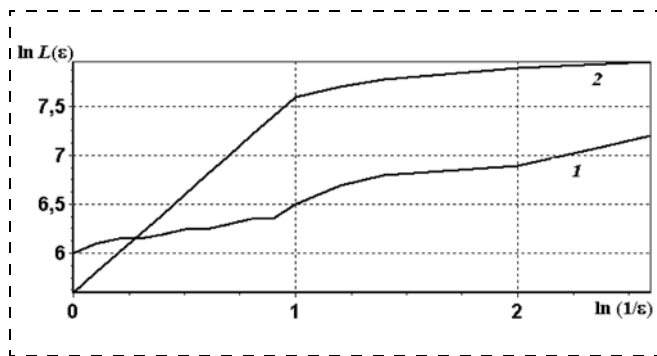


Рис. 2. График измерения длины кривой рельефа: 1 — методом подсчета ячеек; 2 — предлагаемым методом аппроксимации длины

ряда. Таким образом, с каждым расчетным шагом мы поэтапно аппроксимируем искомую кривую рельефа аналогично методу расчета в задаче определения длины береговой линии [6–8].

Как видно из рис. 2, в целом зависимости длины рельефа ведут себя близким образом (для двух отмеченных методов расчета), расчет фрактальной размерности дает для первого случая значение 1,3, а для второго 1,4. В структуре зависимостей можно выделить различия. Первое — для зависимости 1 заметно изменение длины рельефа ступеньками (что соответствует подбору некоторой эффективной меры множеств покрытия); при этом не достигается насыщение (т. е. предполагается что исследуемое множество фрактально во всем диапазоне длин множеств покрытия).

Второе — при последовательной аппроксимации (выражение (3)) явно выделяется участок равного наклона, на котором и возможно корректное определение фрактальной размерности. Предлагаемый нами метод был протестирован на известных фрактальных множествах: кривой Коха, чертовой лестнице, пыли Кантора и т. д.

Для самоподобных фракталов значения размерностей, рассчитанных различными способами, отличаются не более, чем на 0,05 от литературных данных о размерностях данных объектов [6–8]. Однако при добавлении стохастичности в структуру фрактального множества второй способ более точно отражает изменение структуры по сравнению с самоподобной структурой.

Для возможности сравнения фрактальных множеств между собой в настоящее время широко применяется метод расчета показателя Херста [2, 6–8]. В общем случае для самоподобных множеств на плоскости фрактальная размерность D и показатель Херста H связаны между собой соотношением

$$D = 2 - H. \quad (4)$$

Однако для стохастических фрактальных структур, к которым ближе результаты многих измерений [14], данное соотношение не всегда является верным. Поэтому расчет показателя Херста является

отдельной и актуальной задачей, позволяющей получить дополнительную информацию о структуре исследуемого множества.

Для расчета показателя Херста мы использовали стандартный метод нормированного размаха, основанный на следующем эмпирическом отношении:

$$\frac{R(\Delta x)}{S(\Delta x)} \approx \Delta x^H, \quad (5)$$

где $R(\Delta x)$ — размах накопленного на участке Δx отклонения; $S(\Delta x)$ — среднеквадратичное отклонение высот на данном участке. Возможность определения показателя H указывает на наличие корреляции высот в выбранной области.

Используя показатель Херста, рассчитанный по формуле (5), можно определить коэффициент корреляции высот в указанной области:

$$C(\Delta x) = 2^{2H-1} - 1. \quad (6)$$

Таким образом, при $H = \frac{1}{2}$ имеется гауссово распределение; в других случаях в распределении высот имеется определенный тренд.

Если $\frac{1}{2} < H < 1$, говорят о "персистентности" распределения, т. е. имеет место "поддержка" тенденции; чем ближе значение показателя Херста к 1, тем более монотонным будет поведение зависимости [7].

Если $\frac{1}{2} > H > 0$, говорят об "антиперсистентности", т. е. на исследуемом участке происходит частая смена тенденции; чем ближе значения показателя Херста к 0, тем более периодическим становится поведение исследуемой зависимости.

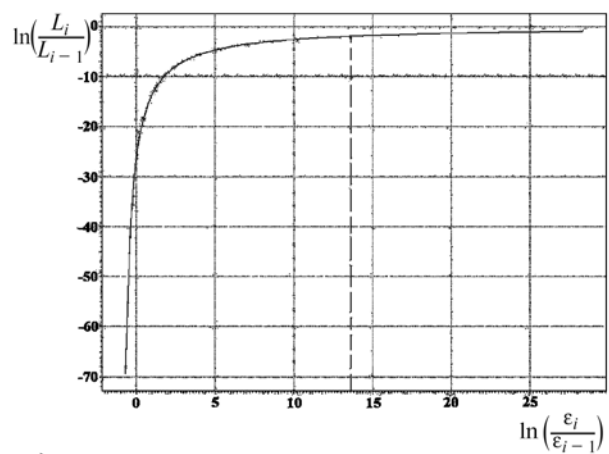
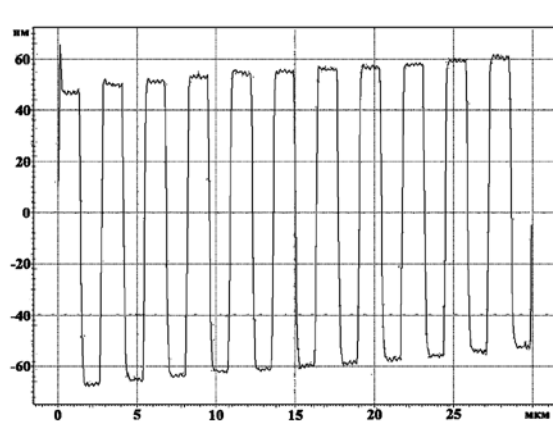
В настоящее время обсуждается возможность достижения показателем Херста значения больше 1, в этом случае говорят о так называемом "полете Леви", т. е. имеется множество разрывов производной, а распределение также является антиперсистентным [8].

При проведенных нами тестовых измерениях на известных фрактальных множествах достигалось выполнение равенства (4). При анализе результатов измерений на реально полученных структурах в большинстве случаев обнаруживалось отклонение от равенства (4) на $\pm 0,1 \dots \pm 0,3$. Отклонение было тем большим, чем менее однородным и подобным становилась структура фрактального множества.

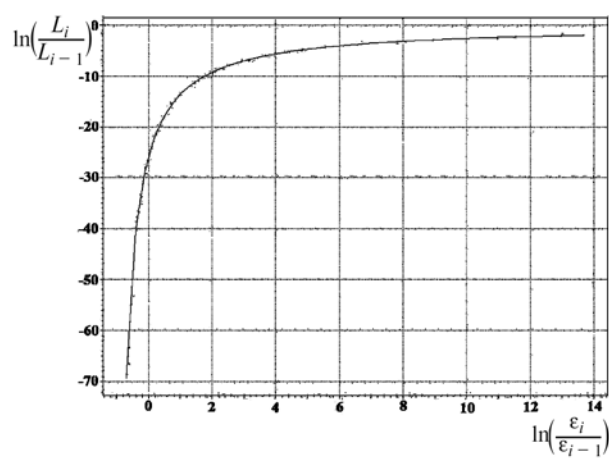
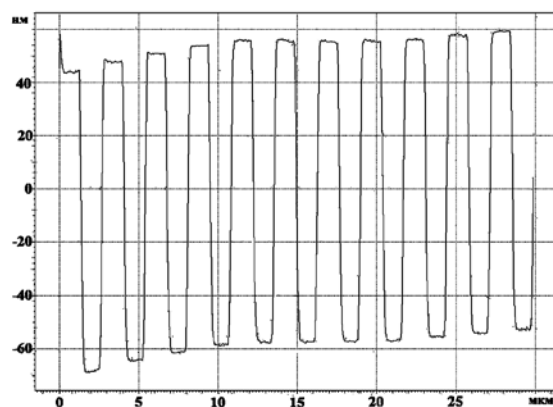
Управление качеством

Избыточность и достаточность измерений. Анализируя зависимость изменения длины фрактального множества при изменении точности аппроксимации, можно получить информацию об избыточности проводимых измерений.

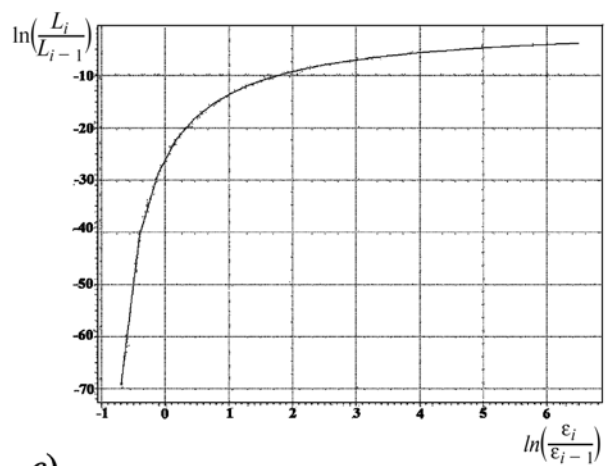
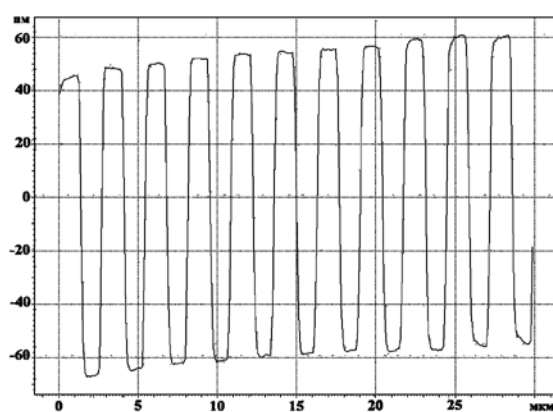
Для более точного определения характера изменения длины измеряемой кривой рельефа исследуемых



a)



б)



в)

Рис. 3. Измерение поверхности калибровочной решетки с различной точностью (в зависимости от числа пикселей, используемых для измерения области) и измерение длины получаемого ряда:
 а — 1024 пикселя; б — 512 пикселей; в — 256 пикселей

структур от точности аппроксимации процедура вычисления зависимости была изменена следующим образом: по оси ординат откладывалось отношение вычисленных длин кривой на разных шагах $\ln\left(\frac{L_i}{L_{i-1}}\right)$, а по оси абсцисс — отношение средних расстояний между соседними точками при различных шагах аппроксимации $\ln\left(\frac{\varepsilon_{i-1}}{\varepsilon_i}\right)$.

При выходе вычисляемой зависимости на насыщение изменение длины становится незначительным. Это означает, что регистрируемые изменения рельефа являются неинформативными. Возможно, что при данном значении отношения сигнал—шум нельзя говорить о точности проводимых измерений. Таким образом, появляется возможность управления качеством получаемой информации путем избавления от избыточности измерений.

В качестве примера рассмотрим измерение рельефа калибровочной решетки. В экспериментальных данных, по сравнению с модельными, помимо информации о рельефе присутствуют шумы, связанные с неидеальностью работы системы обратной связи, а также с внешними воздействиями (рис. 3). Приведенный пример показывает, как изменяется зависимость измеряемой длины при поэтапной аппроксимации. Для случая, представленного на рис. 3, *а*, изменения характера зависимости показывают, что достаточно 60 % (показано штриховой линией на графике изменения вычисляемой длины ряда) от всего числа измеренных точек для сохранения структуры измеряемого множества. При уменьшении разрешения до 512 пикселей требуется уже 90 % от общего числа измеренных точек. С уменьшением разрешения до 256 пикселей измеряемая зависимость не выходит явным образом на насыщение. При этом фрактальная размерность измеряемого множества уменьшается со значения, равного 2, до значения 1,91. С уменьшением используемого разрешения (числа пикселей) пространственный диапазон, на котором измеряемое множество ведет себя как фрактальное, увеличивается.

Данный пример демонстрирует качественное изменение структурной особенности микрогеометрии измеряемого объекта в зависимости от изменения пространственного разрешения. Результаты с калибровочной решеткой показывают, что действительно существует возможность управления качеством измерений на основе соответствующего выбора оптимального пиксельного разрешения.

Далее рассмотрим возможность изменения пиксельного разрешения для объекта с сильно развитым

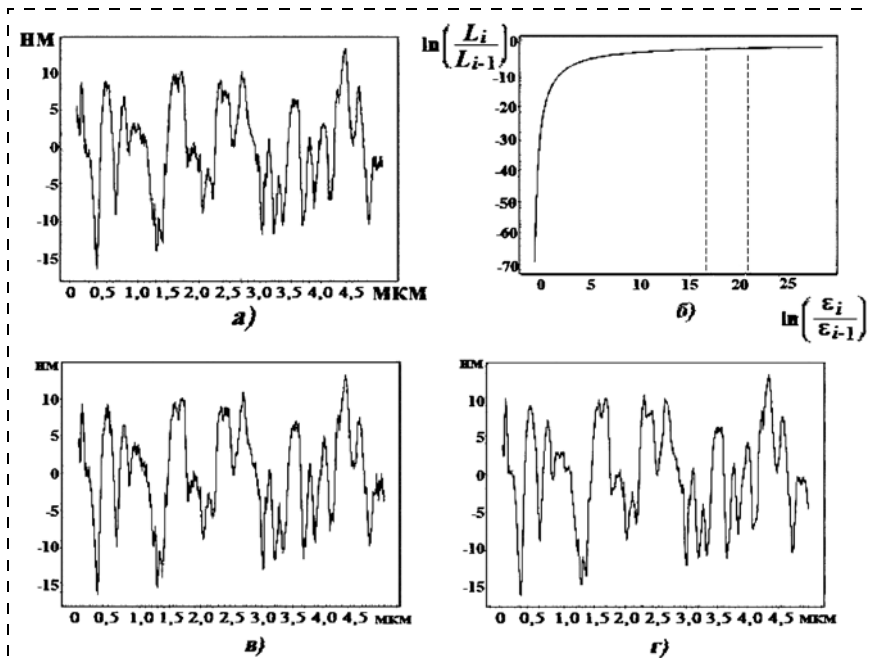


Рис. 4. Анализ рельефа полупроводниковой пленки:

а — исходный рельеф (разрешение 1024 пикселя); *б* — график изменения длины кривой с разрешением 1024 пикселя при расчете фрактальной размерности; *в* — измерение рельефа (разрешение 920 пикселей); *г* — измерение рельефа (разрешением 820 пикселей)

рельефом, когда присутствуют крупномасштабные и мелкомасштабные изменения на измеряемом участке. Речь идет об измерении рельефа полупроводниковой пленки PbSe с разрешением 1024 пикселя (рис. 4).

Выход на асимптотическое насыщение в зависимости от относительного изменения длины измеряемого ряда был выявлен в диапазоне 820...920 точек (рис. 4, *б*). При этом для числа измеряемых точек не менее 920 оказывается возможным передать как крупномасштабные, так и мелкомасштабные изменения рельефа. При уменьшении числа измерений до 820 пикселей структура измеряемого объекта сглаживается — происходит потеря высокочастотных пространственных компонент, но можно говорить об общем улучшении качества изображения.

Улучшение качества. Как уже говорилось, расчет показателя Херста, отличного от 1/2, позволяет говорить о наличии определенной тенденции в распределении высот измеряемого рельефа. Чем больше значение показателя отдалится от 1/2, тем более предсказуемым становится распределение высот в исследуемой области. Данный факт открывает возможность использования показателя Херста для улучшения качества получаемых изображений [9]. Для этого можно использовать так называемый алгоритм случайных сложений Фосса [8—10]. Суть метода заключается в том, что, имея некоторую произвольную зависимость, можно построить случайный рельеф, используя следующий рекурсивный алгоритм.

Между исходными точками последовательности (рис. 5) путем случайного сложения добавляются новые точки последовательности (итог представлен в виде ломаной кривой, проведенной между круглыми

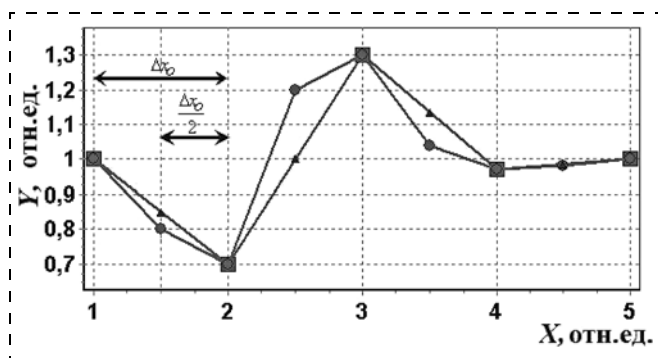


Рис. 5. Демонстрация примера построения фрактальной кривой методом случайного сложения Фосса

маркерами); начальное значение точки соответствует среднему арифметическому значению двух соседних измерений (треугольники на графике). К этому значению случайным образом добавляют независимые приращения; при этом на каждом шаге генерации дисперсия ведет себя по следующему закону:

$$\sigma^2(d_i) = r^2 H \sigma^2(d_{i-1}), \quad (7)$$

где $\sigma^2(d_i)$ — дисперсия приращений для i -го шага; r — коэффициент разбиения.

В этом случае показатель Херста выбирается произвольным образом, как и шаг разбиения. Для нашего случая показатель Херста рассчитан, и поэтому мы можем дополнить последовательность измерений, не изменяя корреляцию в распределении высот.

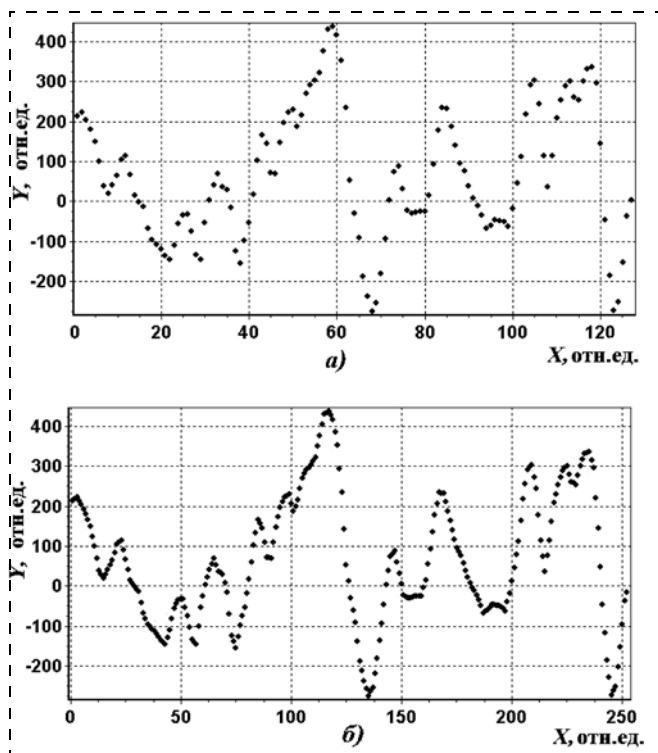


Рис. 6. Улучшение качества изображений: а — прореженная последовательность; б — восстановленная последовательность

На рис. 6 показан пример такого улучшения качества. Рис. 6, а представляет кривую рис. 1, из которой последовательно удалена каждая вторая измеренная высота. После чего, определив начальную дисперсию и показатель Херста по алгоритму случайных сложений Фосса, проведено добавление новых точек. Результат восстановления показан на рис. 6, б. Для представленной зависимости относительная ошибка восстановления составила около 101 % (это связано с тем, что в выбранном примере имеются как мелкомасштабные, так и крупномасштабные изменения). При восстановлении более "однородных" зависимостей достигалась ошибка не более 4 %.

Выводы

Определение фрактальных характеристик комплексных изображений позволяет сравнивать различные объекты по структурной сложности. Такой подход особенно оправдан при решении задачи определения свойств нанообъектов в сканирующей зондовой микроскопии.

Для определения фрактальной размерности в этом случае предложен новый подход, основанный на применении скейлинг-эффекта, позволяющего существенно уменьшить необходимое для расчета характеристик получаемого изображения машинное время (сравнение показало увеличение эффективности до 50 %). Определение фрактальных свойств структуры дает возможность также управлять качеством получаемых изображений за счет избавления от избыточности измерений и за счет улучшения детализации карты высот анализируемого рельефа. В дальнейшем планируется расширить область применения предлагаемых методов анализа и обработки данных для произвольной размерности исследуемых объектов.

Список литературы

1. Торохов Н. А., Божков В. Г., Ивонин И. В., Новиков В. А. Определение фрактальной размерности поверхности эпитаксиального n-GaAs в локальном пределе // Физика и техника полупроводников. 2009. Т. 43. Вып. 1. С. 38–46.
2. Герасименко Н. Н., Апрелов С. А. Фрактальные методы анализа степени упорядоченности наноструктур // Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 1–2. С. 136–139.
3. Будаев В. П., Химченко Л. Н. Фрактальная нано- и микроструктура осажденных пленок в термоядерных установках // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. 2008. Вып. 3. С. 34–61.
4. Douketis C., Wang Z., Haslett T. L., Moskovits M. Fractal character of cold-deposited silver films determined by low-temperature scanning tunneling microscopy // Physical Review B: Condensed Matter. 1995. Vol. 51, N 16. P. 11022–11031.
5. Zahn W., Zösch A. The dependance of fractal dimension on measuring conditions of scanning probe microscopy // Fresenius Journal of Chemical Analysis. 1999. Vol. 365. P. 168–172.
6. Мандельброт Б. Б. Фрактальная геометрия природы. М.: Институт компьютерных исследований, 2002.
7. Федер Е. Фракталы. М.: Мир, 1991.
8. Потапов А. А. Фракталы в радиофизике и радиолокации: Топология выборки. М.: Университетская книга, 2005. 847 с.
9. Kuhserik A. O. et al. The Use of scanning probe microscopy for diagnostics of laser-induced surface instabilities // Laser Physics. 2005. Vol. 15. N 7. P. 1–4.
10. Шитов В. В., Москалев П. В. О модификации алгоритма Фосса при моделировании внутренней структуры пористой среды // ЖТФ. 2005. Т. 75. Вып. 2. С. 1–5.

КОНСТРУИРОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ МНСТ

УДК 539.124

Т. А. Гришина¹, канд. техн. наук, доц.,
А. А. Мельников¹, д-р физ.-мат. наук, проф.,
В. Ю. Гришина², канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр.,
Б. В. Трошин³, инженер,

¹ Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики (технический университет)"

² Институт ядерных исследований Российской академии наук

³ Государственный научный центр Российской Федерации Федеральное государственное унитарное предприятие "НПО "Орион"
E-mail: melnikov@mirea.ru

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА С ПОЛЕМ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ И ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ВОЛНОВОЙ ОПТИКИ

Поступила в редакцию 20.11.10

Проанализирована возможность использования представлений волновой оптики для описания закономерностей взаимодействия электронов с кристаллической решеткой электронно-микроскопического объекта.

Ключевые слова: волновая оптика, дифракция, электронная волна, кристаллическая решетка

Введение

Существуют три общепризнанные аппроксимации теории дифракции, описывающие взаимодействие электронной волны с периодической составляющей (ПС) поля кристаллической решетки, характеризующейся миллеровскими индексами (hkl). В дальнейшем для краткости будем обозначать ее ПС (hkl). Это следующие три аппроксимации: кинематическая, динамическая квантово-оптическая и динамическая квантово-механическая [1].

Для практического расчета на компьютерах многоволновой дифракции — дифракции, осуществляемой с одновременным участием нескольких разных

ПС с разными индексами (hkl), специально разработан еще один метод — "метод физической оптики". В основе этого метода лежит разбиение объема монокристаллического образца на тонкие слои (толщина 0,3...0,5 нм) и поэтапный расчет амплитуды волновой функции электронов в дифракционных рефлексах на выходной поверхности каждого слоя, выполняемый на основе кинематической аппроксимации [2].

Все три перечисленные в первом абзаце аппроксимации описывают результат взаимодействия электронной волны с ПС (hkl) сходным образом. Дифракционное взаимодействие — это процесс, в результате которого на нижней поверхности монокристаллического образца возникает некоторое распределение электронной волны. Это распределение можно представить как суперпозицию двух компонент электронной волны. Одна компонента имеет амплитудный множитель Φ_0 . Она прошла через кристалл, не испытав дифракционного взаимодействия с ПС (hkl). Вторая компонента имеет амплитудный множитель $\Phi_g = \Phi_{(hkl)}$. Она прошла через кристалл, испытав дифракционное взаимодействие с ПС (hkl).

При этом подразумевается, что после выхода из кристалла электроны, испытавшие дифракционное взаимодействие с ПС (hkl), оказываются отклоненными от первоначального направления на угол дифракции ϑ , удовлетворяющий условию

$$\sin \vartheta = \frac{\lambda}{d_{(hkl)}}, \quad (1)$$

где λ — длина волны электрона; $d_{(hkl)}$ — пространственный период периодической составляющей (hkl), равный межплоскостному расстоянию кристаллографических плоскостей, характеризующихся миллеровскими индексами (hkl).

В результате дифракционного взаимодействия на картине дифракции возбуждается рефлекс (hkl). Во всех трех перечисленных аппроксимациях теории дифракции принято считать, что амплитуду электронной волны в рефлексе (hkl) можно приравнять $\Phi_{(hkl)}$.

Подразумевается, что дифракционное взаимодействие освещающей плоской электронной волны с ПС (hkl) в максимальной степени проявляется, когда угол между нормалью к фронту освещающей

волны и плоскостями (hkl) удовлетворяет условию Брэгга

$$\sin \vartheta_B = \frac{n\lambda}{2d_{(hkl)}}. \quad (2)$$

Компонента Φ_0 описывает электроны, которые после выхода из кристалла движутся в направлении, совпадающем с направлением освещающего электронного пучка. На картине дифракции они участвуют в возбуждении рефлекса (000).

Отличительные особенности трех аппроксимаций теории дифракции

В кинематической аппроксимации и в динамической квантово-оптической аппроксимации при выводе выражения, описывающего $\Phi_{(hkl)}$, используют колонковое приближение. Дифракцию электронной волны в процессе проникновения ее в кристалл описывают как взаимодействие с атомами в пределах цилиндрической "колонки" диаметром $\sim 2,0$ нм. Отклоняющее воздействие атома на электрон в кинематической аппроксимации оценивают на основе первого приближения Борна. Чтобы получить выражение, описывающее распределение $\Phi_{(hkl)}$ в выходной нижней поверхности монокристаллической фольги, в кинематической аппроксимации суммируют отклоняющее воздействие на электроны пучка всех атомов, находящихся в пределах "колонки".

При получении выражений, описывающих Φ_0 и $\Phi_{(hkl)}$ в динамических аппроксимациях, используют линейную комбинацию волновых функций Блоха. Функции Блоха в квантово-оптической динамической аппроксимации — это стационарные решения системы дифференциальных уравнений, которые представляют формулировку задачи о движении электрона в периодическом потенциальном поле кристаллической решетки. Эта система уравнений получается путем преобразования волнового уравнения. Она связывает между собой амплитуды Φ_0 и $\Phi_{(hkl)}$.

В основу динамической квантово-механической аппроксимации теории дифракции положено решение волнового уравнения Шредингера. При нахождении этого решения оперируют понятием дисперсионной поверхности. Дисперсионная поверхность — это поверхность в пространстве импульсов (в обратном пространстве), которая является графическим представлением уравнений дисперсии — уравнений, связывающих энергию и волновой вектор электрона. Волновые функции Блоха — это амплитудные множители решений уравнений дисперсии.

Выражения, описывающие амплитудные множители $\Phi_{(hkl)}$ и Φ_0

В кинематической аппроксимации амплитудный множитель $\Phi_{(hkl)}$ описывается соотношением

$$\Phi_{(hkl)}(t, s) = -\frac{i\pi}{\xi_{(hkl)}} \cdot \frac{\sin(\pi ts)}{\pi s}, \quad (3)$$

где t — толщина монокристаллической фольги; S — параметр отклонения освещающей электронной волны от брэгговского направления для плоскостей (hkl), причем

$$s = |\mathbf{g}_{(hkl)}| \tan \delta \vartheta, \quad (4)$$

где $\mathbf{g}_{(hkl)}$ — вектор обратной решетки,

$$\mathbf{g}_{(hkl)} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*; \quad (5)$$

$$|\mathbf{g}_{(hkl)}| = \frac{1}{d_{(hkl)}}, \quad (6)$$

$\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$ — параметры элементарной ячейки обратной решетки; $\delta \vartheta$ — угловое отклонение от брэгговского направления ϑ_B .

Параметр $\xi_{(hkl)}$ в соотношении (3) — экстинкционная длина. Это нормированное представление Фурье-компоненты $V_{(hkl)}$ потенциала кристаллической решетки, имеющее размерность длины и связанное с ПС (hkl).

Экстинкционную длину можно также охарактеризовать как расстояние в кристалле в брэгговском для (hkl) направлении, пройдя которое, волна оказывается полностью отклоненной. Экстинкционная длина описывается соотношением

$$\xi_{(hkl)} = \frac{\pi V_c \cos \vartheta_B}{\lambda F_{(hkl)}} = \frac{\pi m_0 V_c \cos \vartheta_B}{h F_{(hkl)}}, \quad (7)$$

где m_0 — масса покоя электрона; λ — длина волны электрона; V_c — объем элементарной ячейки; ϑ_B — угол Брэгга для кристаллографических плоскостей, характеризуемых миллеровскими индексами (hkl); h — постоянная Планка; $F_{(hkl)} = F_g$ — структурный фактор элементарной ячейки, связанный с Фурье-компонентой $V_{(hkl)}$ потенциала кристаллической решетки соотношением

$$F_{(hkl)} = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} V_{(hkl)}, \quad (8)$$

где e — заряд электрона — элементарный заряд.

Отметим, что распределение волновой функции электронов, испытавших дифракционное взаимодействие с ПС (hkl), можно получить в виде соотношения (3) и в том случае, если рассчитывать его как распределение эйконала (длины оптического пути), пройденного точками фронта электронной волны [3].

Динамическая квантово-оптическая аппроксимация теории дифракции описывает результат ди-

фракционного взаимодействия электронной волны с ПС $V_{(hkl)}$ выражением, в котором фигурирует не амплитудный множитель $\Phi_{(hkl)}(t, s)$, а интенсивность электронной волны $|\Phi_{(hkl)}(t, s)|^2$. Это выражение получают в колонковом приближении путем использования линейной комбинации волновых функций Блоха. По форме оно очень похоже на соотношение (3):

$$|\Phi_{(hkl)}(t, s)|^2 = \left| \frac{\pi}{\xi_{(hkl)}} \right|^2 \frac{\sin^2(\pi t s_{\text{эфф}})}{(\pi s_{\text{эфф}})^2}, \quad (9)$$

где

$$s_{\text{эфф}} = \sqrt{s^2 + \frac{1}{\xi_{(hkl)}^2}}. \quad (10)$$

Все остальные обозначения те же, что и в соотношении (3).

Что касается квантово-механической аппроксимации динамической теории дифракции, доказано [1], что окончательное решение задачи о дифракции, полученное в квантово-механической аппроксимации, эквивалентно решению (9), полученному в квантово-оптической аппроксимации динамической теории.

Сравнение кинематической и динамических аппроксимаций

Соотношения (3) и (9) похожи, но есть между ними и различия. Первое различие заключается в том, что кинематическая аппроксимация никак не описывает изменения величины Φ_0 по мере проникновения электронов в кристалл. Согласно кинематической аппроксимации, величина Φ_0 в процессе прохождения электронной волны через кристалл при любом значении пройденной толщины кристалла t всегда удовлетворяет условию $\Phi_0 \approx 1$. Меняется только Φ_g .

В динамических аппроксимациях учитывается, что в процессе прохождения электронной волны через кристалл может меняться не только Φ_g , но и Φ_0 :

$$\Phi_0^2 = 1 - \Phi_g^2. \quad (11)$$

Второе различие между кинематической и динамической аппроксимациями касается поведения Φ_g и Φ_0 в строгом брэгговском случае.

При $s = 0$, выражение (3) преобразуется к виду

$$|\Phi_{(hkl)}(t, s = 0)|^2 = \left(\frac{\pi t}{\xi_{(hkl)}} \right)^2 \quad (12)$$

и при $t > \frac{\xi_{(hkl)}}{\pi}$ оказывается, что $|\Phi_{(hkl)}|^2 > 1$. Согласно кинематической аппроксимации, с увеличением t интенсивность дифракционного рефлекса

должна возрастать неограниченно, что лишено физического смысла.

Между тем, экспериментальные данные [1] свидетельствуют, что в строгом брэгговском случае с ростом t интенсивность в соответствующем рефлексе на картине дифракции испытывает монотонно затухающие осцилляции. Отсюда можно заключить, что величина $|\Phi_g|^2$, получаемая с помощью кинематической аппроксимации, в строгом брэгговском случае полностью расходится с экспериментом.

Согласно (10), динамические аппроксимации в строгом брэгговском случае лучше согласуются с экспериментом, чем кинематическая аппроксимация. $|\Phi_{(hkl)}(t, s)|^2$, описываемая соотношением (9), при $s = 0$ (т. е. в строгом брэгговском случае) с ростом t осциллирует. Согласно (9) и (10)

$$|\Phi_{(hkl)}(t, s = 0)|^2 = \sin^2 \frac{\pi t}{\xi_{(hkl)}}, \quad (13)$$

$$|\Phi_0(t, s = 0)|^2 = \cos^2 \frac{\pi t}{\xi_{(hkl)}}.$$

Но осцилляции интенсивности, описываемые (13), являются незатухающими и, следовательно, с этой точки зрения, тоже не согласуются с экспериментом. Чтобы обеспечить совпадение предсказаний динамических аппроксимаций с экспериментом, прибегают к феноменологическому приему: предполагают, что параметр $\xi_{(hkl)}$ является комплексной величиной

$$\xi_{(hkl) \text{ компл}} = \xi_{(hkl)}^r + i\xi_{(hkl)}^i.$$

Это равносильно предположению, что потенциал кристаллической решетки имеет мнимую составляющую. Значение $\xi_{(hkl)}^i$ просто подбирают таким образом, чтобы обеспечить степень затухания, согласующуюся с затуханием осцилляций на экспериментальных профилях полос равной толщины. Обычно [1] выбирают значения

$$\frac{\xi_{(hkl)}^r}{\xi_{(hkl)}^i} = 0,1...0,03.$$

Сопоставление существующих аппроксимаций теории дифракции с представлениями волновой оптики

Итак, в основу всех рассматриваемых аппроксимаций теории дифракции положены (по умолчанию) следующие постулаты:

А. В результате дифракционного взаимодействия освещающей плоской электронной волны с периодической составляющей $V_{(hkl)}$, происходит расщепление этой волны на две компоненты Φ_g и Φ_0 .

Б. На картине дифракции возникают два рефлекса (000) и (*hkl*).

В. Компонента Φ_0 — это амплитуда электронной волны в рефлексе (000). Компонента Φ_g — это амплитуда электронной волны в рефлексе (*hkl*).

Однако такой взгляд противоречит представлениям волновой оптики.

Соотношения (3) и (9) в самом деле описывают распределение электронной волны, прошедшей через кристалл и испытавшей дифракционное взаимодействие с периодической составляющей $V_{(hkl)}$. Но описывают они распределение электронной волны в плоскости, расположенной на выходе из кристалла. Другими словами — описывают они распределение электронной волны на нижней выходной поверхности монокристаллической фольги, а не распределение электронной волны по углам дифракции.

В волновой оптике [4] распределение длины оптического пути, пройденного волной в объекте, которое имеет место в плоскости на выходе из объекта, называют функцией пропускания, или функцией прозрачности объекта. Согласно представлениям волновой оптики, с помощью выражения, описывающего функцию пропускания, можно получить распределение дифрагированной волны по углам дифракции. Для этого нужно функцию пропускания подставить в дифракционный интеграл Кирхгофа [4].

Дифракционный интеграл Кирхгофа для периодических структур

Волновую функцию электронов, испытавших дифракцию на объекте с функцией пропускания $F(x, y)$, можно определить с помощью дифракционного интеграла Кирхгофа (ДИК). Для дифракционной решетки (ДР), состоящей из N одинаковых полос произвольного профиля периода d , ДИК имеет вид

$$\Psi(p) = \Psi^{(0)}(p) \sum_{n=0}^{N-1} \exp(-iknpd) = \Psi^{(0)}(p) \left[\frac{\sin N\beta}{\sin \beta} \right], \quad (14)$$

где $p = \sin \vartheta$; ϑ — угол дифракции; $k = 2\pi/\lambda$ — модуль волнового вектора освещающей плоской электронной волны; $\beta = \frac{kpd}{2}$.

Функция $\frac{\sin N\beta}{\sin \beta}$ в выражении (14) — интерференционный множитель ДИК. Он выражает эффект интерференции волновых функций от N одинаковых периодов ДР и включает в себе всю информацию о положении в пространстве, размерах и форме дифракционных рефлексов. Его свойства изучены и известны из теории дифракционных решеток [5] и из кинематической теории дифракции [6].

$\Psi^{(0)}(p)$ в выражении (14) — амплитудная функция ДИК, обусловленная одним периодом ДР. Она

представляет собой Фурье-образ функции пропускания одного периода ДР:

$$\Psi^{(0)}(p) = C \int_{-d/2}^{d/2} F(x) \exp[-ikpx] dx. \quad (15)$$

Получение выражений, описывающих функцию пропускания при разных условиях

Мы убедились, что с точки зрения волновой оптики, ни одна из перечисленных выше аппроксимаций теории дифракции не обеспечивает исчерпывающего окончательного описания дифракции электронной волны на кристаллической решетке, поскольку не дает распределения дифрагировавших электронов по углам дифракции. Значения Φ_g и Φ_0 , полученные с помощью соотношения (3), нельзя приравнять к значениям амплитуды электронной волны в рефлексах (*hkl*) и (000) на картине дифракции, а значения Φ_g^2 и Φ_0^2 , найденные с помощью (9), нельзя приравнять к значениям интенсивности электронной волны в этих рефлексах.

Следовательно, все рассмотренные выше аппроксимации предлагают описание процесса дифракционного взаимодействия электронной волны с периодической составляющей $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки, прерванное на промежуточном этапе — этапе нахождения амплитуды или интенсивности электронной волны на выходной поверхности кристалла.

Выражения, описывающие амплитуду электронной волны в рефлексе на картине дифракции, можно получить, подставляя найденную с помощью Φ_0 и Φ_g функцию пропускания в дифракционный интеграл Кирхгофа для периодических структур.

Динамическая аппроксимация для этой цели непригодна, поскольку оперирует значениями интенсивности, а не значениями амплитуды электронной волны.

Используем для этой цели кинематическую аппроксимацию.

Чтобы получить распределение волновой функции в выходной плоскости кристалла (функцию пропускания), нужно амплитудные множители Φ_0 и Φ_g умножить на соответствующие волновые векторы. Выражение, которое описывает вклад Фурье-компоненты $V_{(hkl)}$ в функцию пропускания кристалла для плоской освещающей электронной волны, в кинематической аппроксимации имеет вид

$$F_{(hkl)} = \Phi_0(z) \exp(2\pi i \mathbf{k} \mathbf{r}) + \Phi_g(z, s) \exp[2\pi i (\mathbf{k} + \mathbf{g}) \mathbf{r}] = \{\Phi_0(z) + \Phi_g(z, s) \exp[2\pi i \mathbf{g} \mathbf{r}]\} \exp(2\pi i \mathbf{k} \mathbf{r}). \quad (16)$$

Выражение (16) можно применять для описания распределения волновой функции в выходной плоскости кристалла (функции пропускания) только при $\Phi_g \ll \Phi_0$, т. е. только для очень тонких кристаллов или при больших значениях параметра отклонения s .

При переходе к случаю $\Phi_g \approx \Phi_0$ амплитудные множители $\Phi_0 \approx 1$ и Φ_g , описываемые соотношением (3), следует рассматривать как коэффициенты первых двух членов разложения экспоненциальной функции пропускания в степенной ряд — в ряд по степеням координат в выходной плоскости. При произвольном выборе значений s и t , т. е. при произвольном направлении падения освещающего пучка электронов на кристалл и при любом значении толщины кристалла, вклад ПС $V_{(hkl)}$ в функцию пропускания кристалла приобретает вид

$$F_{(hkl)} = \exp \left\{ -\frac{i\pi}{\xi_{(hkl)}} \frac{\sin \pi t s}{\pi s} \exp[2\pi i g_{(hkl)} \mathbf{r}] \right\}. \quad (17)$$

Вклад ПС $V_{(hkl)}$ в функцию пропускания кристаллической решетки в брэгговском случае для кристаллов любой толщины теперь можно представить не в виде (16) или (17), а в виде

$$F_{(hkl)} = \exp \left\{ \frac{\pi i t}{\xi_{(hkl)}} \exp[2\pi i g_{(hkl)} \mathbf{r}] \right\}. \quad (18)$$

Анализ свойств функции пропускания

Периодический множитель при компоненте электронной волны, испытавшей дифракционное отклонение на угол ϑ , в (16) и в (18) представлен как $\exp[2\pi i g_{(hkl)} \mathbf{r}]$, где $\mathbf{g}_{(hkl)}$ определяется соотношениями (5) и (6). Такой способ представления периодического множителя не до конца раскрывает физический смысл модулирующего воздействия, которое Фурье-компонента $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки оказывает на электронную волну, когда электронная волна испытывает дифракционное отклонение. Чтобы этот смысл выявить, к выражению $\exp[2\pi i g_{(hkl)} \mathbf{r}]$, стоящему в показателе экспоненты в (18), следует применить формулу Эйлера и представить $F_{(hkl)}$ в виде

$$F_{(hkl)} = \exp \left\{ \frac{\pi i t}{\xi_{(hkl)}} \cos[2\pi \mathbf{g}_{(hkl)} \mathbf{r}] \right\} \times \exp \left\{ \frac{-\pi t}{\xi_{(hkl)}} \sin[2\pi \mathbf{g}_{(hkl)} \mathbf{r}] \right\}. \quad (19)$$

Функция пропускания $F_{(hkl)}$ в (19) представлена как произведение двух компонент, пространственная периодичность которых характеризуется синусоидальной и косинусоидальной компонентами от одного и того же аргумента.

В одном предельном случае, если допустить, что $\exp[2\pi i g_{(hkl)} \mathbf{r}] = 0$, соотношение (19) преобразуется к виду [7]

$$F_{(hkl)\text{ф.м}} = \exp \left\{ \frac{\pi i t}{\xi_{(hkl)}} \cos[2\pi \mathbf{g}_{(hkl)} \mathbf{r}] \right\}. \quad (20)$$

Индекс ф.м в выражении (20) означает "фазово-модулирующий". Выражение (20) описывает модулирующее воздействие ПС $V_{(hkl)}$ на электронную волну как воздействие фазовой дифракционной решетки косинусоидального профиля.

В другом предельном случае, если принять $\cos[2\pi \mathbf{g}_{(hkl)} \mathbf{r}] = 0$, соотношение (19) преобразуется к виду

$$F_{(hkl)\text{а.м}} = \exp \left\{ \frac{-\pi t}{\xi_{(hkl)}} \sin[2\pi \mathbf{g}_{(hkl)} \mathbf{r}] \right\}. \quad (21)$$

Индекс а.м. в соотношении (21) означает "амплитудно-модулирующий". Выражение (21) описывает модулирующее воздействие ПС $V_{(hkl)}$ на электронную волну как воздействие амплитудной дифракционной решетки синусоидального профиля. Формулы (19)–(21) описывают воздействие Фурье-составляющей поля кристаллической решетки на плоскую электронную волну как воздействие дифракционной решетки, которая в одном предельном случае, описываемом соотношением (20), ведет себя как фазовая дифракционная решетка косинусоидального профиля $F_{(hkl)\text{ф.м}}$, а в другом предельном случае, описываемом соотношением (21), — как амплитудная дифракционная решетка синусоидального профиля $F_{(hkl)\text{а.м}}$.

Для сравнения отметим, что волновые функции Блоха представляют пару компонент, пространственная периодичность которых, как и пространственная периодичность выражений (20) и (21), характеризуется синусоидальной и косинусоидальной компонентами от одного и того же аргумента. Однако физическое истолкование для них предлагается совсем другое.

Волновые функции Блоха принято интерпретировать как функции, описывающие пространственную периодичность потоков волновых полей электронов пучка в пространстве кристаллической решетки [1].

Физическое истолкование пространственного сдвига между синусоидальной и косинусоидальной компонентами функции пропускания

Между синусоидальной и косинусоидальной компонентами одного и того же аргумента существует пространственный сдвиг $1/4$ периода.

Если рассматривать синусоидальную и косинусоидальную компоненты (20), (21) как дифракционные решетки, этот пространственный сдвиг между ними следует трактовать как ориентационное несоответствие двух решеток $F_{(hkl)\text{ф.м}}$ и $F_{(hkl)\text{а.м}}$ [7].

Если в обратном пространстве две дифракционные решетки сдвинуты одна относительно другой на $1/4$ периода (на $g/2$), то в прямом пространстве это соответствует повороту этих решеток относительно друг друга на угол, равный половине угла дифракции, т. е. на брэгговский угол. При этом $F_{(hkl)\text{ф.м}}$ на

1/4 периода опережает $F_{(hkl)а.м}$, а $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})ф.м}$ (черта над индексом означает отрицательное значение этого числа) на 1/4 периода отстает от $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})а.м}$. Это означает, что в прямом пространстве угол между направлениями $F_{(hkl)ф.м}$ и $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})ф.м}$ больше, чем угол между $F_{(hkl)а.м}$ и $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})а.м}$. Разность равна двойному брэгговскому углу (т. е. углу дифракции).

Естественно предположить, что ориентации амплитудно-модулирующих и фазово-модулирующих компонент пары периодических составляющих $F_{(hkl)}$ и $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})}$ в пространстве кристаллической решетки как-то связаны с направлением плоскостей решетки, имеющих те же миллеровские индексы (hkl) и $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$, и со строгими брэгговскими направлениями для этих плоскостей. Тогда наиболее вероятным представляется допущение, что $F_{(hkl)а.м}$ и $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})а.м}$ сонаправлены и параллельны плоскостям кристаллической решетки с миллеровскими индексами (hkl) и $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$, а ориентации $F_{(hkl)ф.м}$ и $F_{(\bar{h}\bar{k}\bar{l})ф.м}$ параллельны строгим брэгговским направлениям для плоскостей с индексами (hkl) и $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$.

Принятие этого допущения равносильно утверждению, что компонента потенциала кристаллической решетки $V_{(hkl)}$ действует на плоскую электронную волну как дифракционная решетка периода $d_{(hkl)}$. Профиль этой дифракционной решетки и характер модулирующего воздействия ее на электронную волну меняется в зависимости от направления падения на кристалл плоской освещающей электронной волны.

Другими словами можно сказать, что направление падения освещающего пучка электронов на кристалл является фактором, от которого зависит характер модулирующего воздействия Фурье-компоненты $F_{(hkl)}$ на электронную волну. Об этом модулирующем воздействии можно сказать, что оно переходит от чисто амплитудного, имеющего место, когда электроны падают на кристалл параллельно плоскостям (hkl) , к чисто фазовому, имеющему место, когда электроны входят в кристалл под брэгговским углом к плоскостям (hkl) .

Выражение амплитудной функции $\Psi^{(0)}(p)$ дифракционного интеграла Кирхгофа для периодической составляющей $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки

Чтобы с помощью формулы (15) получить выражение амплитудной функции $\Psi^{(0)}(p)$, подставим в подынтегральное выражение формулы (15) в качестве $F_{(hkl)}(x)$, как это сделано в работе [3], фазово-сдвиг-

гающую компоненту функции пропускания (17), аналогичную выражению (20):

$$F_{(hkl)}(x) = F_{(hkl)ф.м} = \exp\{iA \cos[2\pi \mathbf{g}_{(hkl)} \mathbf{x}]\}, \quad (22)$$

$$A = \frac{\pi}{\xi_{(hkl)}} \frac{\sin \pi t s}{\pi s}, \quad (23)$$

а при $s_{(hkl)} = 0$

$$A = \frac{\pi t}{\xi_{(hkl)}}. \quad (24)$$

В качестве координаты x взято направление вдоль проекции нормали к плоскостям (hkl) , на плоскость, перпендикулярную к брэгговскому направлению для плоскостей (hkl) .

В результате подстановки (22) в формулу (15) получим:

$$\Psi^{(0)}(p) = C \int_{-d/2}^{d/2} \exp\left\{iA \cos\left(\frac{2\pi x}{d_{(hkl)}}\right) - ikpx\right\} dx. \quad (25)$$

Легко убедиться [8], что соотношение (25) представляет собой интегральное представление функции Бесселя первого рода. Амплитудная функция $\Psi^{(0)}(p)$ дифракционного интеграла Кирхгофа для компоненты $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки может быть представлена в виде

$$\Psi^{(0)}(p) = \sum_{n=0}^{\infty} C_n d_{(hkl)} i^n J_n(A). \quad (26)$$

Здесь J_n — функция Бесселя первого рода n -го порядка;

$$n = \frac{k p d_{(hkl)}}{2\pi} = \frac{\beta}{\pi}; \quad (27)$$

C — константа интегрирования.

Аналитическое выражение дифракции электронов на периодической составляющей поля кристаллической решетки, полученное с использованием дифракционного интеграла Кирхгофа

Полное выражение, которое описывает распределение по углам волновой функции электронов, испытавших дифракционное $\equiv$ взаимодействие с компонентой $V_{(hkl)}$, имеет вид

$$\Psi[F_{(hkl)ф.м}, t, \vartheta] \equiv \sum_{n=0}^{\infty} C J_n\left(\frac{\sin \pi t s}{s \xi_{(hkl)}}\right) \frac{\sin N_{(hkl)} \beta}{\sin \beta}, \quad (28)$$

или с учетом соотношений (23), (24) и (27)

$$\Psi[F_{(hkl)ф.м}, t, \vartheta] \equiv \sum_{n=0}^{\infty} C J_n[A_{(hkl)ф.м}] \frac{\sin \pi N_{(hkl)} n}{\sin \pi n}, \quad (29)$$

где $N_{(hkl)}$ — число плоскостей (hkl) кристаллической решетки, перекрытых освещающим пучком электронов.

Формулы (26), (28) и (29) описывают дифракционное взаимодействие плоской электронной волны с компонентой $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки как кратное взаимодействие. Согласно этим соотношениям, при $s_{(hkl)} = 0$, кратное дифракционное взаимодействие освещающей плоской волны с компонентой $V_{(hkl)}$ возбуждает на картине дифракции бесконечно протяженное распределение дифрагированной волны. Амплитуда дифракции в направлении ϑ пропорциональна функции Бесселя от аргумента A . Аргумент A описывается формулой (24).

Величина n , которая определяет порядок функции Бесселя в суперпозициях (26), (28) и (29), принимает целочисленные значения $n = 0, 1, 2, 3, \dots$, удовлетворяющие условию

$$\sin \vartheta = \frac{n\lambda}{d_{(hkl)}}, \quad (30)$$

что соответствует главным максимумам интерференционного множителя. Это означает, что главные максимумы интерференционного множителя, который характеризует пространственное распределение электронов, дифрагированных на периодической составляющей $V_{(hkl)}$, приходятся на точки дифракционной картины, соответствующие условию дифракции (1) для семейств кристаллографических плоскостей (hkl) , $(2h2k2l)$, $(3h3k3l)$,

В этих точках дифракционной картины возникают сильные дифракционные рефлексы. По мере проникновения освещающей электронной волны в кристалл, кратное дифракционное взаимодействие ее с компонентой $V_{(hkl)}$ возбуждает на картине дифракции бесконечный ряд рефлексов: (000) , (hkl) , $(2h2k2l)$, $(3h3k3l)$, Его иногда называют "систематическим" рядом рефлексов [2], а получение картины дифракции в условиях, когда для одного из семейств плоскостей (hkl) выполняется условие Брэгга $s_{(hkl)} = 0$, принято называть "систематическим случаем".

Соотношение (29) дает основание утверждать, что за возбуждение рефлексов систематического ряда ответственным является кратное взаимодействие электронной волны с одной единственной периодической составляющей $V_{(hkl)}$. Значения амплитуды волновой функции в рефлексах систематического ряда соотносятся как функции Бесселя с соответствующими целочисленными индексами n .

Для сравнения отметим, что соотношение (9), полученное с помощью динамических аппроксимаций теории дифракции, при выполнении условия $s_{(hkl)} = 0$ тоже описывает взаимодействие электронной волны с компонентой $V_{(hkl)}$ как многократное перераспределение электронной волны между рефлексами на картине дифракции, но участвует в этом перераспределении только пара рефлексов (000) и (hkl) .

Заключение

Сравнительный анализ кинематической и динамических аппроксимаций теории дифракции выполнен в сопоставлении с представлениями о правилах описания дифракции, принятыми в волновой оптике.

Отмечено, что, если руководствоваться этими представлениями, то результирующие соотношения, полученные как в кинематической, так и в динамических аппроксимациях, не обеспечивают описания распределения дифрагировавших электронов по углам дифракции, следовательно, не обеспечивают исчерпывающего, окончательного описания дифракции электронной волны на кристаллической решетке.

На основе кинематической аппроксимации теории дифракции получено выражение, описывающее вклад Фурье-компоненты $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки в функцию пропускания кристалла. Найденное выражение функции пропускания остается справедливым при любых толщине кристалла и направлении входа освещающей плоской электронной волны в кристаллическую решетку.

Выполнена подстановка полученного выражения функции пропускания в дифракционный интеграл Кирхгофа. Получены формулы, которые описывают распределение дифрагировавших электронов по углам дифракции.

Из полученных соотношений следует, что дифракционное взаимодействие плоской электронной волны с компонентой $V_{(hkl)}$ поля кристаллической решетки происходит как кратное взаимодействие.

По мере проникновения освещающей электронной волны в кристалл кратное дифракционное взаимодействие ее с компонентой $V_{(hkl)}$ возбуждает на картине дифракции бесконечный ряд рефлексов: (000) , (hkl) , $(2h2k2l)$, $(3h3k3l)$, Именно этот ряд рефлексов принято называть "систематическим" рядом рефлексов.

Список литературы

1. Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М.: Мир, 1968. 574 с.
2. Каули Дж. Физика дифракции. М.: Мир, 1979. 432 с.
3. Гришина Т. А. Применение дифракционного интеграла Кирхгофа при решении задач о рассеянии электронов на кристаллической решетке и единичном атоме // Изв. АН СССР. Сер. физ. 1984. Т. 48. С. 242—249.
4. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, 1973. 720 с.
5. Ландсберг Г. С. Оптика. М.: Наука, 1976. 928 с.
6. Дриц В. А. Структурное исследование минералов методами микродифракции и электронной микроскопии высокого разрешения. М.: Наука, 1981. 240 с.
7. Гришина Т. А., Гришина В. Ю. Электронно-оптическая формулировка динамического дифракционного рассеяния электронов на кристаллической решетке // Изв. РАН Сер. физ. 1995. Т. 59, №2. С. 113—120.
8. Тихонов А. Н., Самарский А. А. Уравнения математической физики. М.: Изд-во МГУ; Наука, 2004. 798 с.

УДК 539.2

Н. В. Чернега¹, канд. физ.-мат. наук, зав. лаб.,

М. И. Самойлович², д-р физ.-мат. наук, проф.,
зав. лаб.,

А. Ф. Беянин², д-р техн. наук, проф., зав. лаб.,

А. Д. Кудрявцева¹, канд. физ.-мат. наук, вед. науч.
сотр.,

С. М. Клещева², канд. геол.-мин. наук, вед. науч.
сотр.,

¹ Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН,
Москва,

e-mail: tchera@sci.lebedev.ru

² Центральный научно-исследовательский
технологический институт "Техномаш", Москва,
e-mail: samoylovich@technomash.ru

ГЕНЕРАЦИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО И АКУСТИЧЕСКОГО ИЗЛУЧЕНИЙ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СИСТЕМАХ

Поступила в редакцию 13.12.10

Экспериментально исследованы нелинейно-оптические эффекты, возникающие в решетчатых упаковках наносфер SiO_2 при импульсном лазерном возбуждении. Обнаружена импульсная генерация узконаправленного рентгеновского излучения, возникающего в образцах, рассмотрены возможные механизмы данного эффекта.

Ключевые слова: опаловые матрицы, акустические колебания наносфер, рентгеновское излучение

Введение

Материалы с запрещенными фотонными зонами, получившие название фотонных кристаллов, а именно, имеющие диэлектрическую проницаемость с периодом изменений порядка длины волны света, являются в настоящее время объектом интенсивных теоретических и экспериментальных исследований. В последние годы были начаты работы по получению и изучению акустических метаматериалов на основе таких фотонных сред, получивших, по аналогии, название фотонно-фононных кристаллов [1–7]. Следует специально подчеркнуть, что отрицательные значения эффективных акустических характеристик таких метаматериалов не толь-

ко дисперсионны, но и динамичны по своей природе [8]. Для практических приложений наиболее интересны трехмерные фотонные системы на основе плотнейших решетчатых упаковок наносфер рентгеноаморфного кремнезема (центры сфер образуют решетку, как правило, гранецентрированную кубическую (ГЦК)) — опаловых матриц, представляющих собой искусственный материал с пространственной модуляцией как оптических (диэлектрической проницаемости), так и акустических свойств с периодом в несколько сотен нанометров. Оптические, магнитные и диэлектрические свойства таких матриц как с незаполненными нанополостями, характерными для подобных структур, так и образцов на их основе с заполнением нанополостей различными диэлектрическими, магнитными и оптически активными материалами исследовались в работах [9–13].

Вследствие субмикронных размеров сфер опаловые матрицы имеют оптические стоп-зоны (диапазон частот, в котором распространение электромагнитного излучения запрещено для определенного набора волновых векторов) в видимом спектральном диапазоне. Полной запрещенной фотонной зоны со значением плотности фотонных состояний, близкой к нулевой, в опаловых матрицах не существует, главным образом, вследствие малости показателя преломления кремнезема (полная запрещенная фотонная зона может быть реализована в инвертированных опаловых матрицах с контрастом показателя преломления $>2,85$). Тем не менее, опаловые матрицы удобно использовать для исследований нелинейного взаимодействия светового излучения с веществом, благодаря возможности изменять положения стоп-зон и управлять их свойствами. Заполняя нанополости опаловых матриц жидкостями или твердыми веществами с различными показателями преломления, а также используя матрицы с заданными размерами сфер, можно эффективно управлять параметрами стоп-зоны (ее положением в спектре и контрастом). При этом, вследствие изменения плотности фотонных состояний вблизи края запрещенной зоны, может понижаться порог нелинейных процессов, увеличиваться их эффективность, а также возникать новые, неизвестные ранее нелинейные эффекты.

Диссипативной неустойчивостью называется неустойчивость систем с отрицательной энергией электромагнитных, в частности, колебаний, возникающая при наличии потерь такой энергии (как в

инвертированных системах [14, 15] или подобное, например, имеем в метаматериалах). Если среда инвертирована, энергия может быть отрицательна за счет большого вклада (отрицательного) энергии колебаний поляризации, когда энергия системы поле $+$ $+$ среда меньше, чем без них, поскольку среда находится в поле реакции излучения на взаимодействие со средой с образованием волн поляризации, которые описывают изменение поляризации в среде (преимущественно поглощающей) [2, 14].

Действительно, в инвертированных средах имеют место качественные изменения спектральных и энергетических характеристик нормальных волн, в частности, появление волн поляризации с указанной или аналогичной (характерной для метаматериалов при определенных условиях) отрицательной энергией, что и обуславливает возникновение и особенности коллективных когерентных процессов, в частности состояния сверхизлучения [14, 15].

Вынужденное сверхизлучение возникает в макроскопическом образце при высокой инвертированности системы внешними источниками возбуждения, когда наблюдается индуцированное излучение под действием коллективного самосогласованного поля всей системы, при этом коллективность спонтанного излучения обусловлена механизмом самопроизвольной фокусировки излучения — индуцированный процесс высвечивания внутренней энергии, например молекул, обусловленный их взаимодействием с самосогласованным когерентным полем излучения. Оказалось, что в активных средах важную роль играют нормальные волны поляризации (фотоны в среде или поляритоны, а также фононы), определяющие, во многом, коллективные когерентные процессы, которые представляют собой реальные коллективные возбуждения. В качестве примеров [14] можно привести когерентное излучение при переходе дипольных моментов элементарных ячеек кристалла в сегнетоэлектрическое (или ферромагнитное состояние после понижения температуры ниже точки Кюри, или после импульсного деполяризующего воздействия внешнего поля или давления) за счет прямого (не через фотоны) межмолекулярного взаимодействия.

При рассмотрении пространственно-неоднородных периодических сред с большим поглощением особую роль играют коллективные процессы с участием большого числа элементов системы (метаатомы в метаматериалах). В частности, для них было предсказано коллективное спонтанное излучение (сверхизлучение), когда имеет место (частный случай потерь) диссипация энергии на излучение. В книге Л. Д. Ландау и И. М. Лифшица "Электродинамика сплошных сред" [16] отмечается, что формально закон возрастания энтропии, например для электромагнитного поля в условиях термодинамической неравновесности, может реализовываться не только действием собственно электромагнитного излучения, но и через возбужденные состояния элементов,

образующих среду. Соответственно, в условиях, когда диэлектрическая проницаемость $\epsilon < 0$, может иметь место "неистинная" диссипация (не связанная с поглощением излучения), которая обусловлена наличием возбужденных состояний, не относящихся к электромагнитным модам. Поскольку нестационарные процессы всегда относятся (в различной степени) к термодинамически необратимым процессам, наличие подобной произвольной дисперсии делает невозможным последовательное задание электромагнитной энергии как термодинамической величины [16].

Исследование нелинейно-оптических эффектов в опаловых матрицах, в частности, таких как генерация акустических колебаний в гигагерцовой области, вынужденное рассеяние света на акустических волнах, вынужденное комбинационное рассеяние света в наноструктурированных средах [10–12], эффект длительного свечения — фотонного пламени [9] может дать необходимую информацию об особенностях фотон-фононного взаимодействия в фотонных материалах. Использование наноструктурированных систем с заданной периодичностью при изучении процессов в метаматериалах по сравнению со сплошными средами имеет следующие преимущества:

- варьируя параметры (периодичность и размеры элементов композита) используемой наноструктуры, можно увеличить эффективность акустического возбуждения среды;
- высокое значение локального электрического поля в области наноструктурированной поверхности может повысить эффективность взаимодействия фотонной и фононной подсистем и рекомбинации.

В настоящей работе приводятся результаты экспериментального исследования особенностей взаимодействия импульсного лазерного излучения (наносекундного диапазона длительности) с трехмерными фотонно-фононными средами — решетчатыми упаковками наносфер SiO_2 и обсуждение возможных механизмов генерации различных видов волн.

Эксперимент

Особенности геометрического и реального строения опаловых матриц представлены на рис. 1–3. При исследованиях применяли просвечивающий (JEM 200C) и растровый (CARL ZEISS LEO 1430 VP) электронные микроскопы. В плотнейшей упаковке (степень ее заполнения наносферами SiO_2 пространства составляет 74,05 %), сферы образуют тетраэдрические и октаэдрические полости (по числу формирующих полость сфер) (рис. 1 и 2), при этом каждую сферу SiO_2 диаметром 250 нм окружает шесть октаэдрических (диаметр вписываемой в полость сферы ≈ 95 нм) и восемь тетраэдрических (≈ 55 нм) полостей. В местах соединения нанополостей форми-

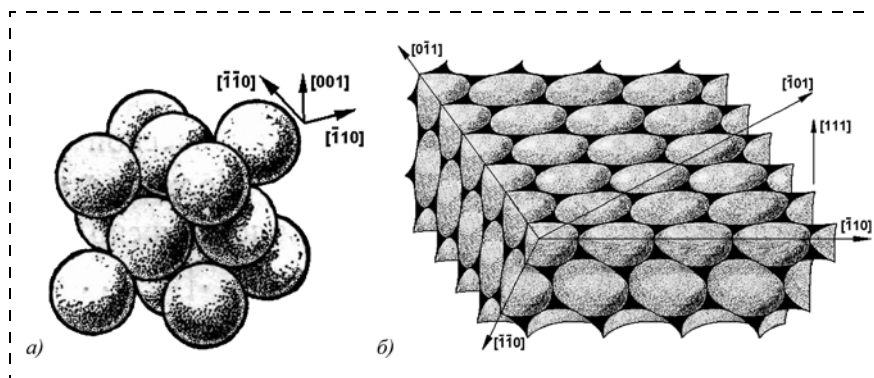


Рис. 1. Структура решетчатых упаковок наносфер SiO_2 :

a — плотнейшая гранецентрированная кубическая упаковка; *б* — объемная модель полостей, образованных наносферами SiO_2 , и соединяющих их каналов

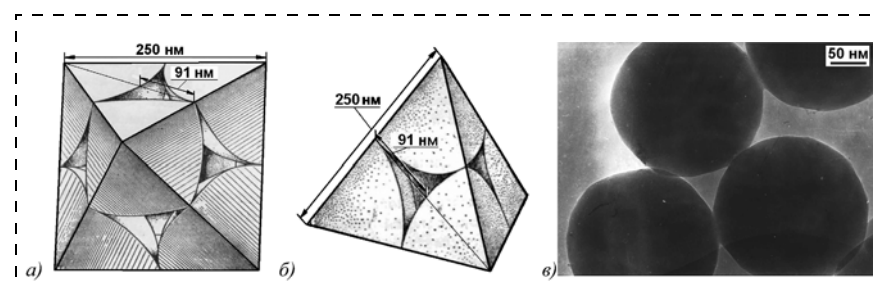


Рис. 2. Полости, образованные наносферами SiO_2 диаметром 250 нм в установке с вертикальной тройной осью:

a — октаэдрическая; *б* — тетраэдрическая; *в* — строение участка контакта наносфер SiO_2 (просвечивающая электронная микроскопия)

руются каналы с максимальным размером полости ≈ 91 нм (рис. 2, *a*, *б*), так что именно полости определяют возникновение контраста, наблюдаемого на рентгеновских пленках.

Схема использованной экспериментальной установки приведена на рис. 4. В качестве источника возбуждающего излучения использовался лазер 1 на рубине с длиной волны генерации 694,3 нм, работающий в режиме модуляции добротности. Длительность одиночных импульсов составляла 20 нс. Излучение лазера фокусировалось на образец 10, расположенный на медной подложке, помещенной в кювету 13 с жидким азотом.

Спектральные характеристики вынужденного рассеяния света (ВР) измеряли с использованием интерферометров Фабри—Перо 15, 16 с переменной базой, что позволяло изменять область дисперсии в широких пределах, от 0,42 до $1,67 \text{ см}^{-1}$. Зеркало 6 позволяло регистрировать интерферограмму лазерного возбуждающего излучения одновременно с интерферограммой рассеянного в направлении "назад" излучения. Измерения проводили с применением линз 8, 9 с фокусными расстояниями 50, 90, 150 мм и различных положений исследуемого образца относительно фокусирующей оптики для заданной энергии возбуждающего излучения. Последнее позволяло проводить измерения для указанных плотностей мощности на входе в исследуемый образец и для различных распределений поля внутри образца.

Энергетические и геометрические условия возбуждения можно было менять, используя линзы с различным фокусным расстоянием, варьируя расстояние от линзы до образца и энергию накачки. Последнее позволяло проводить измерения при различных плотностях мощности возбуждающего излучения на входе в образец. В качестве образцов использовали опаловые матрицы, состоящие из наносфер кремнезема диаметрами 250, 270, 290 и 310 нм, соответственно. Одновременно изучались нанокомпозиты с заполнением нанополостей матрицы жидкостями с различным показателем преломления: вода ($n = 1,333$), ацетон ($n = 1,359$), этанол ($n = 1,362$). Таким образом, исследовали нанокомпозиты с различным контрастом показателей преломления. Образцы опаловых матриц и нанокомпозитов имели размеры порядка нескольких миллиметров, их вырезали параллельно плоскости $\{111\}$. Регистрировались как параметры возбуждающего излучения, так и характеристики эффектов ВР и характерного свечения (вре-

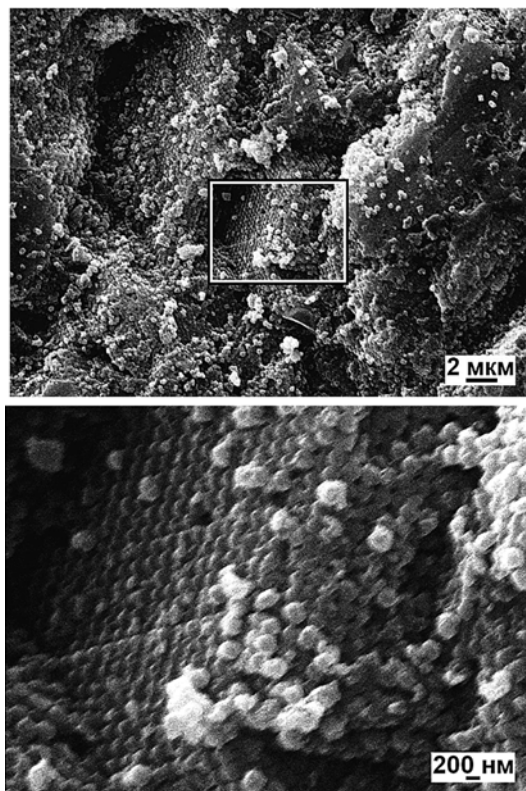


Рис. 3. Структура (растровая электронная микроскопия) поверхности образца опаловой матрицы (справа показан увеличенный выделенный участок)

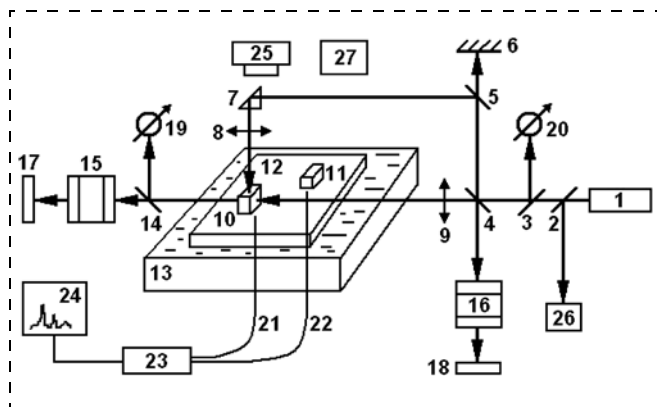


Рис. 4. Схема экспериментальной установки:

1 — лазер; 2, 3, 4, 5, 14 — стеклянные пластины; 6 — зеркало; 7 — поворотная призма; 8, 9 — линзы, фокусирующие возбуждающее излучение на образец; 10, 11 — образцы; 12 — медная подложка, 13 — кювета с жидким азотом; 15, 16 — интерферометры Фабри—Перо; 17, 18 — системы регистрации интерферограмм; 19, 20 — системы измерения рассеянного света в прямом и обратном направлениях; 21, 22 — волоконные световоды; 23 — спектрометр; 24 — компьютер; 25 — цифровая камера; 26 — система регистрации характеристик возбуждающего излучения; 27 — кассета с рентгеновской пленкой

менные, спектральные и энергетические). Возникающее свечение записывалось цифровой камерой в режиме видеосъемки с последующей компьютерной обработкой. Одновременно спектры свечения регистрировались с использованием широкодиапазонного мини-спектрометра FSD-8 с волоконно-оптическим входом (диапазон 240...1000 нм, спектральное разрешение 6 нм).

Были одновременно зарегистрированы спектры длительного послесвечения образцов, при этом длины волн наиболее характерных линий в спектре излучения при свечении в антистоксовой области составляли 398, 408, 429, 453, 464, 483, 500, 518, 643 и 660 нм. Во всех обсуждаемых экспериментах наряду со свечением наблюдалось ВР, обусловленное взаимодействием собственных акустических колебаний наносфер, составляющих исследуемые образцы, с излучением накачки. Высокая эффективность преобразования волны накачки в рассеянную волну свидетельствует о больших интенсивностях акустического возбуждения, лежащего в гигагерцовом диапазоне частот. Отметим, что, по крайней мере, треть (по интегральной энергии) акустических волн выходит за пределы образца, на который направляется импульс, это проявляется в возникновении характерной акустолюминесценции в образцах, например опаловых матриц, находящихся на расстоянии до сантиметров от облучаемого (рис. 5, а, см. третью сторону обложки). При этом, используя введение в нанополости матриц жидкостей с большим показателем преломления (в частности нитробензола, $n = 1,5524$) или редкоземельных соединений (например на основе Ег и Yb), поглощающих в видимой части спектра, можно наблюдать указанное свечение для необлучаемых образцов, при отсутствии внеш-

них проявлений свечения в облученном образце (рис. 5, б).

Во всех исследуемых образцах и нанокompозитах при достижении порогового значения энергии лазерного излучения возбуждалось ВР. Экспериментально эффект проявляется в возникновении в спектре прошедшего (образец) и отраженного (от образца) излучения линий ВР, которые расположены в стоксовой области и имеют смещение относительно возбуждающего излучения в диапазоне нескольких десятых долей обратного сантиметра, что соответствует собственным частотам колебаний наносфер, лежащим в гигагерцовом диапазоне. Коэффициент преобразования возбуждающего лазерного излучения в ВР может достигать 50—60 %. Расходимость пучка ВР близка к расходимости пучка накачки, тогда как порог возникновения эффекта и число линий, а также их относительная интенсивность зависят от состава образца, температуры вещества и геометрии возбуждения. При уменьшении температуры образца до температуры ≈ 77 К понижался порог возбуждения, возрастала эффективность преобразования. Размерный характер эффекта определяется зависимостью частоты рассеянного света от диаметра D сфер используемых образцов, так же как и положение максимума в спектре отражения (а именно, положение стоп-зоны).

Результаты измерения частоты первой стоксовой компоненты ВР "вперед" и положение максимума в спектре отражения в зависимости от размера сфер приведены в таблице. Отметим, что измерения параметров стоп-зоны, выполненные для тех же образцов с различным D наносфер, демонстрируют линейную зависимость положения максимума в спектре отражения от D . Такие данные были получены при использовании неполяризованного белого света для случая нормального падения на плоскость {111} ГЦК — решетчатой упаковки образцов (отражающая поверхность образца совпадала с его плоскостью). Положение запрещенной фотонной зоны в образцах зависит как от D наносфер, образующих опаловую матрицу (линейно), так и от вещества, заполняющего межсферические нанополости.

Было установлено, что, кроме возбуждения акустических волн в исследованных образцах метамате-

Частотные сдвиги ν_i излучения ВР "вперед" и положение максимума в спектре отражения в зависимости от диаметра наносфер ($D \pm 5$ нм) для нанокompозита (при заполнении опаловой матрицы этанолом)

Размеры наносфер, D , нм (по данным электронной микроскопии)	ν_i , ГГц (экспериментальные значения)	Положение максимума λ в спектре отражения, нм (экспериментальные значения)
315	5,1	656
290	6,6	628
270	7,8	575
245	11,1	540

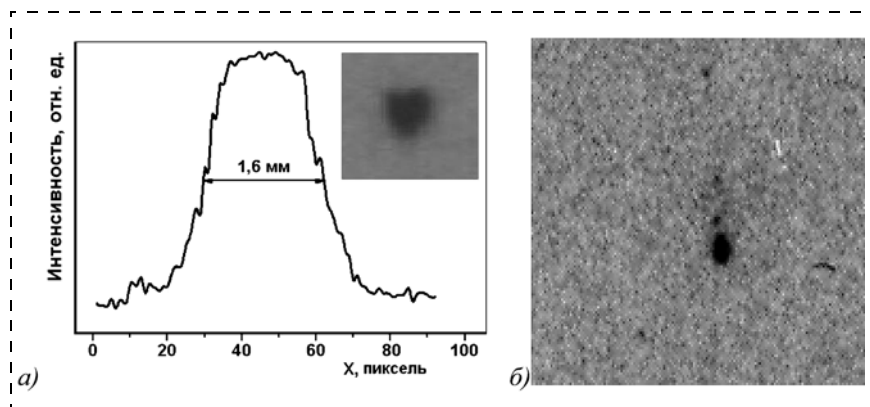


Рис. 6. Пространственное распределение интенсивности рентгеновского излучения при интенсивности накачки — $0,12 \text{ ГВт/см}^2$ (а).

Образец — незаполненная опаловая матрица с диаметром сфер SiO_2 — 250 нм, поперечный размер пятен варьируется от 0,5 до 1,6 мм, уширение при минимальном размере пятна не превышает 20 % (вставка — вид рентгеновской пленки для графика); вид рентгеновской пленки при интенсивности накачки — $0,4 \text{ ГВт/см}^2$ (б)

риалов и люминесценции в видимом диапазоне, вызванной, в частности акустическими колебаниями, наблюдается генерация направленного рентгеновского излучения. Пространственное распределение электромагнитного излучения рентгеновского диапазона регистрировалось с помощью рентгеновских кассет РЕНЕКС ЭУ-И4 в комбинации с пленкой Kodak, предназначенной для рентгеновского излучения, получаемого с использованием рентгеновских трубок с напряжением на них в интервале от 40 до 100 кВ. Кассету с рентгеновской пленкой помещали на расстоянии 5...20 см от образцов. При интенсивностях лазерного излучения, превышающих пороги возникновения свечения и ВР ($0,12 \text{ ГВт/см}^2$ — для незаполненной опаловой матрицы; для матриц, межсферические нанополости которых заполнены этанолом — $0,05 \text{ ГВт/см}^2$ и ацетоном — $0,03 \text{ ГВт/см}^2$) на кассете (см. рис. 4) регистрировалось рентгеновское излучение в виде отдельной вспышки ("выстрела").

Сигнал (на фотопленке) регистрировался в виде небольшой по диаметру и яркой по засветке области с характерным пространственным распределением, показанным на рис. 6, а, б. Удаление кассеты от образца на расстояние от 5 до 20 см не приводило к существенному изменению характерного размера и относительной интенсивности регистрируемого сигнала, что свидетельствовало о небольшом телесном угле излучения ($<1 \cdot 10^{-3}$ рад) при каждом одиночном импульсе. Положение пятна на пленке флуктуировало от вспышки к вспышке, но увеличение интенсивности лазерного излучения приводило к проявлению в распределении рентгеновского излучения нескольких пятен, при этом их число и пространственное положение изменялось от вспышки к вспышке.

Генерация рентгеновского излучения при указанных экспериментальных условиях представляет собой эффект, порог которого совпадает с таковым для возникновения свечения и ВР. Использование об-

разцов опаловых матриц, чьи нанополости были заполнены водой, ацетоном и этанолом, приводит к понижению порога возбуждения для свечения и ВР и, соответственно, для порога генерации рентгеновского излучения. Отметим наличие (слабого по интенсивности) фона рентгеновского излучения — "засветки" (рис. 6, б), распределенной по большей части рентгеновской пленки с энергией $<10 \text{ кэВ}$ (что определяет только верхнюю границу для фоновой компоненты), определенной с помощью соответствующего фильтра, когда наличие рентгеновского излучения фиксировалось только по пятнам вспышки.

В отдельных случаях, при повышенном уровне накачки, наблюдалось характерное распределение пятен на рентгеновской пленке: облучение образца опаловой матрицы лазером проводили в соответствии со схемой, представленной на рис. 7 (см. третью сторону обложки).

Рентгеновскую пленку закрепляли на краю кюветы, заполненной жидким азотом, на расстоянии 120 мм от образца, размещенного на медной подложке. Образец опаловой матрицы с диаметром наносфер кремнезема 250 нм имел неправильную геометрическую форму, а его поверхность, образованная частично скалыванием и механической обработкой, была сформирована небольшими участками, включая монодоменные области (см. рис. 3) с размерами $>10 \text{ мкм}$. Картина, наблюдаемая на рис. 8, в определенном смысле аналогична таковой при использовании метода точечного источника (проекция света, прошедшего образец, на экран с использованием интенсивного источника малых размеров) или рентгеновского микроскопа при изучении однородности оптических сред.

Такие характеристики излучения, как расходимость и возможный диапазон длины волны (энергия) рентгеновского излучения в "выстреле", определяли прямыми (рис. 8) и косвенными расчетами. На рентгеновских пленках в некоторых областях формируется устойчивое рентгеновское изображение монодоменных областей упаковки наносфер SiO_2 , при этом контраст достигается за счет прохождения части излучения по каналам с максимальной плотностью межсферических полостей. На рис. 8, а (размер поля изображения структуры $\approx 50 \times 18 \text{ мм}$) наблюдаются ряды октаэдрических и тетраэдрических полостей вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ (увеличенные фрагменты на рис. 8, в, г), что соответствует картине, полученной с использованием растрового электронного микроскопа (рис. 8, б).

Анализ участка рентгеновской пленки (размерами $16 \times 17,5 \text{ мм}$) показал, что расстояние между рядами пятен, измеренное по отпечатку пленки, представлен-

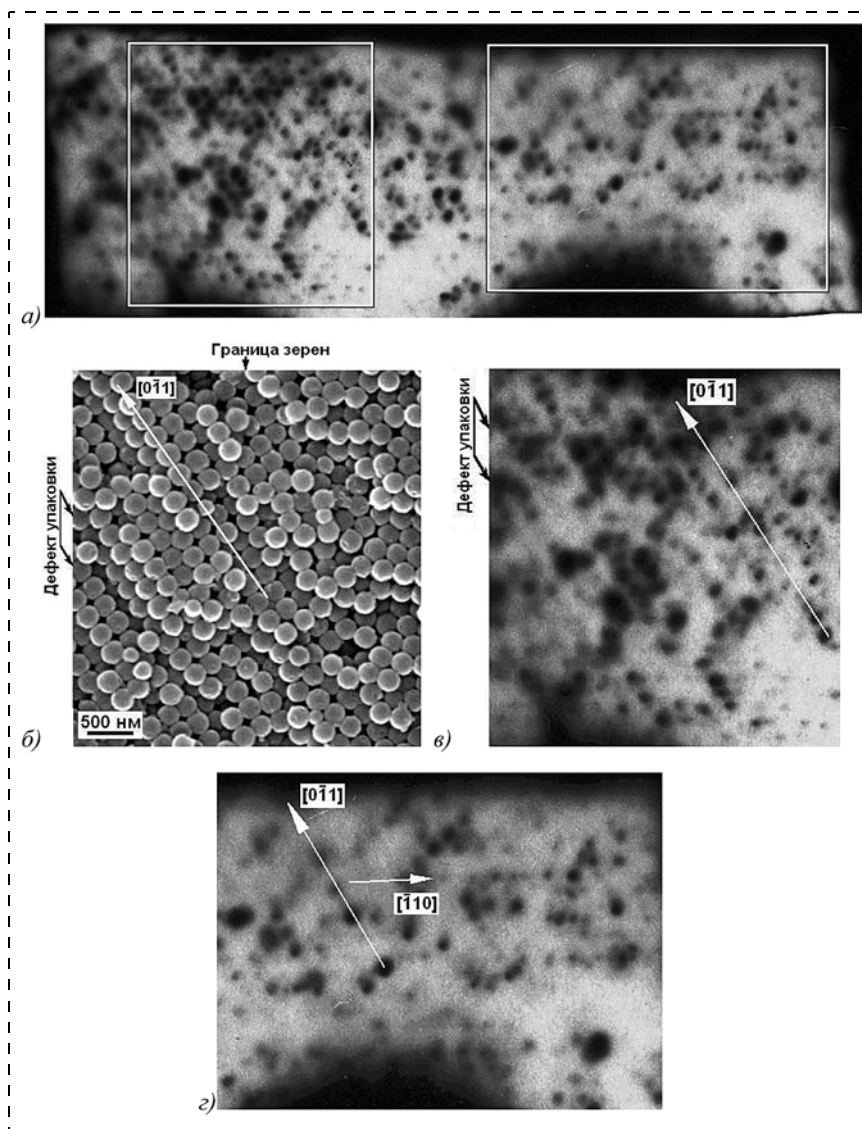


Рис. 8. Вид рентгеновской пленки для образца опаловой матрицы при воздействии на него импульсов (10–12) рентгеновского излучения, генерируемых лазерной накачкой (а).

Изображение образца опаловой матрицы, полученное с использованием растровой электронной микроскопии (б). Увеличенные, выделенные на рис. 8, а, участки (в, г)

ному на рис. 8, в (размеры отпечатка 62×68 мм), составляет $\approx 4,0$ мм (разброс значений $\pm 8\%$), при этом участок пленки с дефектом упаковки наносфер SiO_2 (рис. 8, в) не рассматривался. Таким образом, с учетом следующих известных величин: расстояния между рядами нанополостей (наносфер SiO_2), ориентированных по направлению $\langle 110 \rangle$ (см. рис. 1, а, б); диаметра наносфер в опаловой матрице — 250 нм; усредненного размера вписанных в нанополости сфер (см. рис. 2) — 80 нм, имеем увеличение (на расстоянии в 120 мм) для указанных величин в $4 \cdot 10^3$ — $1,2 \cdot 10^4$ раз. Соответственно, измерения по минимальному диаметру пятна на рентгеновской пленке для одиночных импульсов и для указанных выше данных соответствуют значениям расходимости рентгеновского излучения для импульсов в диапазоне $\approx (3...8) \cdot 10^{-3}$ рад (приведенное минимальное значение также соответствует расходимости в пределах

монокристаллической области — более точные данные будут получены при дальнейших исследованиях).

Обсуждение экспериментальных данных

Согласно ранее полученным экспериментальным данным [9–13, 16], система опаловая матрица + лазерный импульс большой мощности относится к инвертированной как для фотонных, так и фононных зон (акустический метаматериал на основе среды с запрещенными фотонными зонами). Как известно, в Бозе—Эйнштейновском конденсате (БЭК) как в случае фотонов, так и фононов, при определенных условиях [17–20] может иметь место распад таких квазичастиц на пары, если энергия фотонов нелинейно зависит от квазиимпульса, а продолжительность жизни возбужденных состояний является конечной величиной. Отметим, что БЭК является моделью при изучении многих физических эффектов, включая астрофизические — вспышки сверхновых звезд и "испарение" черных дыр. Недавно [21] теоретически и экспериментально изучалась еще одна модель, а именно акустическая черная дыра, когда в системе существует некоторый горизонт событий, в пределах которого акустические колебания (фононы) не могут ее покинуть. В цитируемой работе акустическое излучение от конденсата, рассматриваемое как аналог излучения Хокинга (для черной дыры), не было экспериментально зафиксировано.

Действительно, независимо от природы волн групповая скорость не обязательно совпадает с направлением волнового вектора, например, в изотропной среде частота колебаний определяется модулем волнового вектора $\mathbf{k}$, а следовательно, групповая скорость волнового пакета может быть направлена по $\mathbf{k}$ или по $-\mathbf{k}$ в зависимости от знака производной частоты от волнового вектора. Сказанное относится и к акустическим колебаниям в метаматериалах, где поведение функции состояний для различных зон в фононных материалах (содержащих разрешенные и запрещенные фононные зоны) будет определяться особенностями групповой скорости в определенном диапазоне частот, задаваемом особенностями наноструктурированности метаматериала. При заданных условиях могут возникать состояния с отрицательными значениями соответствующих коэффициентов и формированием в такой системе режима полного внутреннего от-

ражения для акустических волн в определенном диапазоне частот.

Можно предполагать, что акустические колебания в гиперзвуковом диапазоне (5...18 ГГц — в зависимости от диаметра наносфер в диапазоне 315...240 нм), наблюдавшиеся при импульсном лазерном возбуждении опаловых матриц, относящихся по внутреннему строению к метаматериалам, могут служить еще одной своеобразной модельной иллюстрацией особенностей поведения БЭК. Лазерный импульс генерирует энергетическую яму для БЭК, сосредоточенного в области наносфер, так что частота колебаний превышает таковую для скорости звука в опаловой матрице. В действительности, измеренные скорости распространения звука в опаловых матрицах для различных образцов находятся в интервале 2,1...3,3 км/с (продольные колебания, 300 К, 5...15 МГц) и 1,66...1,96 км/с (поперечные), и зависят от типа упрочнения образцов и размеров наносфер, играющих роль метаатомов (метаатом — объединение атомов, характерное для метаматериалов с обязательным поведением в определенных процессах, как "большого" или метаатома). В переходной зоне между наносферами и межсферическими пустотами скорость конденсата должна соответствовать скорости звука данного материала как сплошной среды (горизонт событий, если рассматривать аналогию с черной дырой), так что генерируется пара фононов с различными групповыми скоростями (отрицательной и положительной, относительно направления волнового вектора). При этом один из указанных типов фононов акустических колебаний излучается матрицей, тогда как второй тип фононов, характеризующийся отрицательной групповой скоростью, "захватывается" матрицей и отвечает за экспериментально наблюдаемое триболоминесцентное свечение (своеобразная акустолуминесценция).

Поскольку длительность акустических колебаний в опаловых матрицах, проявляющихся в характерной акустолуминесценции (см. рис. 5), достигает (при температуре 100 К) 8—9 с, можно говорить о некотором звуковом твердотельном аналоге черной дыры, когда часть фононов находится в пределах условного горизонта событий. Одновременно наблюдаются эффекты, связанные со вторым типом фононов, которые покидают систему, а следовательно, могут использоваться для возбуждения гиперзвуковых колебаний как в других опаловых матрицах, так и в различных кристаллических материалах. Расчеты показывают, что в рассматриваемом случае соотношение интегральных энергий для обоих типов фононов близко к 1 : 1, при этом фононы внутри объекта "расходятся" часть энергии на внутреннее трение, поскольку такого рода структуры относятся к динамическим системам.

Рассмотрим возможные механизмы возникновения рентгеновского излучения, когда наряду с такой генерацией происходят процессы ВР и длительного послесвечения. Первый механизм, связанный с ин-

тенсивными акустическими волнами, вероятно соотносится с процессами триболоминесценции в непластичных пространственно-неоднородных средах, которые определяются различными эффектами, связанными с пространственным разделением зарядов. Данный механизм возможно ответственен за фоновую рентгеновскую компоненту. Второй механизм, связанный с эффектами возникновения (при импульсном лазерном воздействии большой мощности) аналогов ударных волн и их взаимодействием с электронной подсистемой материала сфер, сопровождаемым деформацией электронных оболочек атомов на поверхности сфер и, как следствие, — генерации рентгеновского излучения в сильных локальных электрических полях, присущих метаматериалам. Третий механизм, возможно наиболее гипотетический и привлекаемый в связи с невозможностью объяснения параметров рентгеновского импульса в рамках первых двух механизмов, обусловлен неустойчивостями диссипативного типа как для фотонной, так и для фононной подсистем, и может быть аналогичен хорошо изученным [14] эффектам возникновения вынужденного сверхизлучения и суперлюминесценции.

Отмечено, что сильное Брэгговское отражение, характерное для фотонных кристаллов, приводит к самозапираанию части излучения в образце, что, по крайней мере, возможно объясняет наличие узконаправленного излучения с указанными ниже параметрами. Данный механизм также может быть ответственным за наблюдавшиеся особенности различных типов рассеяния в изучаемых активных средах.

Первый и второй из возможных механизмов образования рентгеновского излучения аналогичны механизмам возникновения рентгеновского излучения при триболоминесценции. Процесс триболоминесценции сопровождается не только появлением электромагнитного излучения, но и акустической, электронной или ионной эмиссией. Например, электронная эмиссия возникала при расщеплении (триболоминесценции слюды) мусковита в высоком вакууме (10^{-2} ... 10^{-3} Па) и регистрировалась по видимой флуоресценции стеклянных частей вакуумной камеры [22].

В работах [23, 24] по исследованию электронной эмиссии в вакууме при отрыве полимерной пленки от стекла была определена максимальная энергия вылетающих электронов — в области 15 кэВ. Данный эффект является результатом тормозного излучения, вызванного пространственным разделением зарядов при отрыве пленки от подложки, приводящим к появлению электрического поля в зазоре между разделяемыми поверхностями и эмиссией электронов под действием данного поля с последующим их ускорением (отметим, что характерные значения энергии для фоновой рентгеновской компоненты при триболоминесценции лежат, как правило, в области нескольких единиц килоэлектрон-вольт).

Детальное исследование временных и спектральных характеристик рентгеновского излучения, возникающего при отрыве полимерной пленки от подложки, было реализовано в работе [25]. Как показали результаты многочисленных исследований [26, 27], спектры триболюминесценции кварцевого стекла (а также кварца) состоят из широких полос в области 1,9 и 2,6 эВ. Последние обусловлены, соответственно, переходами между локальными возбужденными и основными электронными уровнями в радикале SiO^* и в Si-содержащих центрах.

Возбуждение триболюминесценции, как правило, осуществляется при внешнем механическом воздействии на образец. Например, при ударном сжатии образцов [26] как из плавленого кварца давлениями 65, 120 и 265 кбар, так и кварца, было зарегистрировано свечение, распространяющееся с периферии образца к его центру, которое авторы связывают с триболюминесценцией, обусловленной разрядом в трещинах, образующихся в таких образцах. Однако объяснение возникновения данной люминесценции возможно и без использования механизма возникновения трещин. Согласно [28] на фронте ударной волны в наноструктурированном диэлектрике в результате квазипластической деформации возникают центры с локализованными на них электронами. Сочетание поля высокой напряженности ($\approx 10^5$ В/см), которое возникает при ударном сжатии кварца и ряда других диэлектриков, с донорными уровнями как источниками электронов достаточно для того, чтобы носители заряда могли инжектироваться в зону проводимости и там ускоряться до оптических энергий.

При интенсивностях упругих и неупругих полей, достаточных для массового возникновения под действием лазерного импульса микротрещин, приводящих к пространственному разделению заряда, реализуется ситуация, аналогичная обычному процессу триболюминесценции при механическом воздействии. Рекомбинация пространственно разделенного заряда в таком случае будет происходить в поле, создаваемом лазерным импульсом, что приводит к увеличению интенсивности триболюминесценции. Собственная акустическая мода, проявляющаяся в спектре ВР, вызывает изменения объема и, следовательно, может приводить к разрыву силоксановых связей в области "площадок" (см. рис. 2, в) между сферами, образующихся при упрочнении опаловых матриц, и к пространственному разделению зарядов. Следует отметить, что в данном случае, с учетом предела прочности на разрыв порядка 50 МПа, амплитуда сжатия материала сфер составляет не менее 0,13 нм. Образовавшийся разрыв можно условно представить как две плоские поверхности, схлопывающиеся и расходящиеся с частотой нескольких гигагерц, а в исследованных образцах число таких поверхностей определяется числом площадок для сфер, колебания которых, при определенных условиях, будут сфазированными.

Волны "отрицательной" энергии, аналогичные волнам поляризации, и их диссипативная неустойчивость наблюдались и в акустике, например, генерация гиперзвука при явлении тангенциального разрыва волны при сверхзвуковом гидродинамическом течении (эффект сверхотражения на разрыве волны [29]), когда отраженная волна усиливается, при этом во внешнюю движущую среду уходит волна с отрицательной энергией, а в неподвижной среде остается волна с положительной энергией. Действительно, наличие границы среды приводит к акустической обратной связи и к неустойчивости диссипативного типа, при которой волна с отрицательной энергией нарастает за счет потерь на излучение волны с положительной энергией (для метаматериалов с хиральностью следует, как показано ниже, рассматривать волны с разной поляризацией).

Указанный процесс протекает за счет преобразования "первичных" механических колебаний (с экспоненциально нарастающей амплитудой, что и приводит к разрушению обычных материалов) в автоколебания гигагерцового диапазона, а именно, с частотой, определяемой скоростью звука в подобной среде, длящиеся несколько секунд, а следовательно, протекающие со значительно меньшей амплитудой (в 10^6 — 10^7 раз) и энергией колебаний. Действительно, сами динамические колебательные системы и режимы, которые более устойчивы, чем статические, за промежутки, превышающие период колебаний, при определенных условиях приближаются к стационарным [8]. Если в системе имеется источник энергии, тогда потери, вызванные диссипацией (внутреннее трение), будут компенсироваться за счет поступающей энергии (необязательно периодической или непрерывной) — эффект отрицательного трения. Подобная система [8] может относиться к автоколебательным в тех случаях, когда ее положение равновесия теряет устойчивость и возникают процессы (к участникам и индикатором которых может относиться "сброс" части запасенной энергии в виде вспышки — короткого во времени и узко направленного рентгеновского излучения), переводящие ее в режим стационарных периодических колебаний с постоянными амплитудой и фазой. Условием для подобного поведения [8] является наличие в системе трех составляющих, а именно, собственно колебательной подсистемы, источника энергии, воздействие которого на колебательную систему делает положение равновесия неустойчивым, и некоторого нелинейного "ограничителя", переводящего нарастающие (экспоненциально, как правило) колебания в стационарное состояние.

При обсуждении третьего механизма (поскольку в рамках первого и второго трудно объяснить параметры и направленность рентгеновской вспышки), следует принять во внимание, что опаловые матрицы, относящиеся, как отмечалось к решетчатым (ГЦК) упаковкам, имеют хиральные свойства (материал рассматривается как обладающий свойством

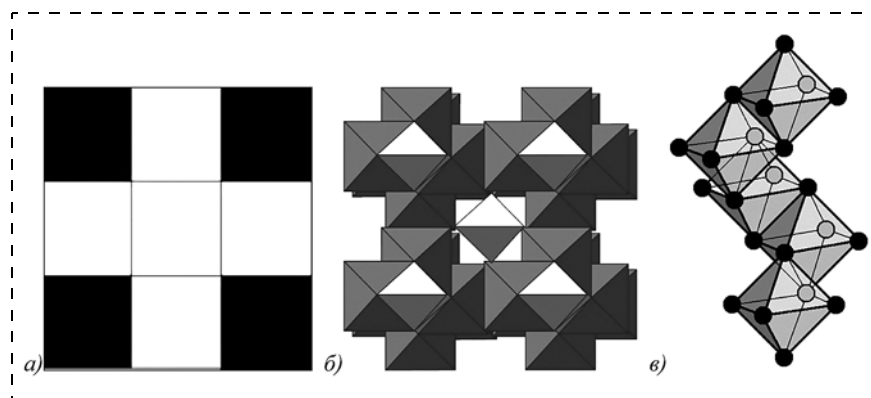


Рис. 9. Возможные разбиения ГЦК-решетки на геликоидальные цепочки:

a — схема шахматной доски, в которой все вершины охватываются изолированными друг от друга черными квадратами; *б* — ГЦК — решетка, как объединение геликоидов в полиэдральном изображении; *в* — изображение геликоида с винтовой осью 4_1 , перпендикулярной плоскости (100) для решетчатой упаковки наноструктур

хиральности, если в нем отсутствуют плоскости зеркального отражения), поскольку наличие значительного числа случайно распределенных дефектов упаковки приводит к отсутствию плоскостей отражения между слоями. Любая ГЦК-структура может быть разделена на геликоидальные цепочки, которые не имеют общих атомов, но охватывают все атомы структуры (пояснения для варианта полиэдрального изображения показано на рис. 9, где приведен геликоид с винтовой осью 4_1). На рис. 9, *a–в*, для иллюстрации приведены различные изображения геликоидального строения таких структур, так что, если в вершины полиэдров поставить шары, будет структура, похожая на упаковку в опаловых матрицах (рис. 9, *в*).

В случае электромагнитных волн хиральные материалы характеризуются сильным кросс-связыванием электрических и магнитных моментов для выделенного направления. Последнее обусловлено снятием вырождения для двух волн с круговой поляризацией так, что коэффициент преломления для одной волны возрастает, а для другой волны уменьшается. Снятие вырождений в хиральных системах (поляризация как следствие нарушения осевой симметрии, а поляризационные волны как следствие пространственной неоднородности) приводит к разделению поперечных волн с разной поляризацией. При наличии хиральности подобная неэквивалентность может приводить к отрицательным значениям коэффициента преломления для волн одной поляризации при сохранении его положительности для второй волны. Аналогичные эффекты в рассматриваемых системах имеют место и для акустических колебаний.

Для характеристики максимального размера области, в которой диссипативная неустойчивость развивается причинно-связанным образом, используется длина Арекки—Куртенса (L_c) — длина, которую электромагнитные волны проходят за время развития неустойчивости [14, 30]. Одной из возможных причин изменения поляризации является неоднородность потоков энергии в пространстве и во времени, при этом вид, например поляритонного спек-

тра, изменяется при достижении стадии нелинейной неустойчивости (в отличие от суперлюминесценции, сверхизлучение — кратковременно). Переход от осцилляторного режима к одноимпульсному имеет место при уменьшении начальной инверсии или при возрастании L_c . Одномодовый режим соотносится с аperiодической коллективной спонтанной релаксацией возбужденной подсистемы с излучением части или всей запасенной энергии. Наличие даже слабого отражения (например, за счет скачка фоновой прозрачности) способствует преобразованию непрерывного режима такого излучения в режим мод с дискретным спектром [14, 15]. В

данном случае можно использовать механизм горячих мод (*natural modes*), когда при наличии фиксированной во времени инверсии данное излучение будет узконаправленным ("выстрел"). Действительно, спонтанные квантовые флуктуации в процессе излучения усиливаются до макроскопически наблюдаемого уровня, что приводит к гигантским флуктуациям для импульса, фактически непредсказуемого от выстрела к выстрелу [14]; последнее и наблюдается в эксперименте, при этом минимальная расходимость отдельной вспышки составляет $3 \cdot 10^{-3}$ рад. Телесный угол для случая единичного выстрела $\sim \lambda/r_a \ll 1$ и, как отмечалось, для возникновения импульсного режима, важную роль играют размеры области неустойчивости (r_a). Можно также сослаться на возможную роль нанополостей в опаловых матрицах как малодобротных резонаторов, когда возрастает концентрация активных электронов при лазерном воздействии, приводящая к излучению коротких по длительности импульсов в рентгеновском диапазоне. Если для приблизительной оценки длины волны (λ/r_a — телесный угол) использовать значение $r_a \approx 80$ нм — усредненные размеры нанополостей в решетчатой упаковке (для представленного на рис. 8 образца опаловой матрицы), то получим значение $\lambda \approx 0,24$ нм (более точные данные могут быть представлены в дальнейшем).

Такое излучение при возбуждении волн поляризации может быть связано как с однофотонными, так и многофотонными (нерезонансными) процессами, последнее характерно при наличии мощного возбуждающего излучения. Некогерентное состояние может сопровождаться исчезновением макроскопической поляризации, что приводит к состоянию, противоположному сверхизлучению, а именно, к неизлучательному, но сфазированному [14]. Важно, что нелинейность среды (в частности трехуровневой, что может быть обусловлено особенностями строения сфер, а именно, наличием двух типов наносфер кремнезема, когда каждая сфера построена из нескольких сотен сфер диаметром 3...5 нм), вы-

званная низкочастотной когерентностью, может иметь место при значительно меньших амплитудах поля, чем для двухуровневых систем со снятием инверсии. Отметим, что основная проблема в использовании механизма сверхизлучения связана именно с обоснованием указанного диапазона.

Различают нестационарный режим вынужденного комбинационного рассеивания (ВКР), когда длительность накачки много меньше временных параметров релаксации, но ее интенсивность достаточно велика, чтобы за время накачки Стоксовы компоненты существенно увеличили заселенность верхнего уровня. Что касается нерезонансного когерентного комбинационного рассеяния для электромагнитных волн [14], его рассматривают как режим кооперативного когерентного рассеяния (ККР), так и ВКР — случай возбуждения с частотой, отличающейся от резонансных частот молекул или других элементов среды (в рассматриваемом случае для акустических волн роль резонансных частот выполняют частоты собственных колебаний сфер). Режим ККР — сверхизлучательное комбинационное рассеяние, которое реализуется при достаточно высоком уровне интенсивности накачки (независимо от ее длительности), когда нарастание Стоксова излучения настолько велико, что нижний уровень (инверсия) быстро опустошается и необходимо рассматривать верхний уровень. Режим ВКР отличается от ККР, как сверхизлучение от суперлюминесценции, а нерезонансное ККР может переходить в резонансное при совпадении частоты накачки с резонансными модами. Малые отражения могут приводить к режиму ККР с дискретным спектром и к резкому скачкообразному возрастанию интенсивности Стоксова излучения (поляритонные моды) при достижении порога генерации. Подобные эффекты возможны для аналогичных акустических мод. Такие отражения, сопровождающиеся макроскопической когерентной поляризацией среды, приводят к ККР с дискретным спектром, сопровождаемым образованием солитонов ВКР (включая акустические солитоноподобные [31]).

Таким образом, многие характерные свойства фотонно-фононных систем обусловлены как наличием периодичности наноразмерного масштаба, так и особенностями статистики Бозе—Эйнштейна (например, возможностью получения 100 % инверсии в двухуровневых системах), которой подчиняются указанные квазичастицы (фотоны и фононы) [2, 15, 32]. Для подобных сред оптоакустические эффекты, как показывают приведенные данные, могут приводить к конверсии энергии взаимодействия мощного оптического нанопульса с поглощающей средой (обладающей периодичностью в оптической области длин волн) в стационарные акустические колебания.

Заключение

Полученные экспериментальные результаты не только отражают особую роль инвертированных со-

стояний в метаматериалах (например, в условиях экспериментов с использованием опаловых матриц), но и демонстрируют возможность их использования в качестве эффективного источника различных видов излучений при импульсном лазерном возбуждении. Показано, что при определенных условиях имеют место (как результат проявления Бозе—Эйнштейновского конденсата) генерация направленного рентгеновского излучения, а также характерное когерентное акустическое возбуждение среды в гигагерцовом диапазоне частот, сопровождаемое длительным свечением. Среди возможных необычных свойств акустических метаматериалов следует отметить их способность фокусировать акустические волны, селективность частот, определяемых их внутренним строением, и наличие новых типов упругих колебаний, в частности, определяемых дисперсией (в наноразмерном масштабе) плотности или упругих характеристик. К этому следует добавить, что при определенных условиях в рассматриваемых системах имеет место необычно большое взаимодействие между фононными и фотонными подсистемами, а также образование поверхностных плазмонов в неоптической области частот, поэтому для последовательного обоснования физического механизма обнаруженных явлений необходимо дальнейшее проведение экспериментальных исследований.

Работа выполнена при частичной поддержке гранта РФФИ 09-02-13531.

Список литературы

1. Fok L., Ambati M., Zhang X. Acoustic Metamaterials // MRS Bulletin. 2008. Vol. 33. P. 931—938.
2. Агранович В. М., Горштейн Ю. Н. Пространственная дисперсия и отрицательное преломление волн // УФН. 2006. Т. 176, № 10. С. 1051—1068.
3. Tretyakov S., Nefedov I., Sihvola A., Maslovsky S., Simovskiy C. Waves and energy in chiral nihility // J. Electromagn. Waves. Appl. 2003. Vol. 17. С. 695—702.
4. Fokin V., Ambati M., Sun C., Zhang X. Method for retrieving effective properties of locally resonant acoustic metamaterials // Physical Review B. 2007. Vol. 76. 144302.
5. Zheng S., Park Y.-S., Li J., Lu X., Zhang W., Zhang X. Negative refractive index in chiral metamaterials // Phys. Rev. Let. 2009. Vol. 102. 023901.
6. Plum E., Zhou J., Dong J., Fedotov V., Koschny T., Soukoulis C., Zheludev N. Metamaterial with negative index due to chirality // Phys. Rev. B. 2009. Vol. 79. 035407.
7. Наноматериалы. III. Фотонные кристаллы и нанокмпози́ты на основе опаловых матриц / Ред. М. И. Самойлович. М.: Техномаш, 2007. 303 с.
8. Боголюбов Н. Н., Митропольский Ю. А. Асимптотические методы в теории нелинейных колебаний. М.: ГИФМЛ. 1958. 408 с.
9. Tcherniega N. V., Kudryavtseva A. D. Photonic flame effect // Journal of Russian Laser Research. 2006. Vol. 273, № 5. P. 400—409.
10. Tcherniega N. V., Samoylovich M. I., Kudryavtseva A. D., Belyanin A. F., Pashchenko P. V., Dzbantovski N. N. Stimulated scattering caused by the interaction of light with morphology-dependent acoustic resonance // Optics Letters. 2010. Vol. 35. Is. 3. P. 300—302.
11. Чернега Н. В., Самойлович М. И., Кудрявцева А. Д., Белянин А. Ф., Гуляев Ю. В., Багдасарян А. С., Пашенко П. В., Дзбановский Н. Н. Морфологически зависимый акустический резонанс в тонких пленках // Наука и технологии в промышленности. 2009. № 3. С. 69—75.

12. Кудрявцева А. Д., Самойлович М. И., Чернега Н. В. Оптико-акустические эффекты в фотонных кристаллах (опаловые матрицы как метаматериал) // Высокие технологии в промышленности России. Материалы XV Международной научно-технической конференции. М.: Техномаш, 2009. С. 91–101.

13. Чернега Н. В., Самойлович М. И., Кудрявцева А. Д., Белянин А. Ф., Клещева С. М. Опаловые матрицы как метаматериал: оптико-акустические эффекты в решетчатых упаковках // Нано- и микросистемная техника. 2010. № 6. С. 72–76.

14. Железняков В. В., Кочаровский В. В., Кочаровский Вл. В. Волны поляризации и сверхизлучение в активных средах // УФНТ. 1989. 159. Вып. 2. С. 193–260.

15. Файн В. М. Фотоны и нелинейные среды. М.: Наука. 1972. 349 с.

16. Ландау Л. Д., Лифшиц И. М. Электродинамика сплошных сред. М.: Наука, 1964. 567 с.

17. Pezeri T., Ruello P., Gougon S. Generation and detection of plane coherent shear picosecond acoustic pulse by lasers: experiment and theory // Physical Rev. B 75. 2007. 1743071-9.

18. Sarychev A. K., Shalaev V. M. Electrodynamics of Metamaterials. Word Scientific, 2007. 240 p.

19. Tamura A., Higeta K., Ichinokawa T. Lattice vibrations and specific heat of a small particle // J. Phys. C: Solid State Phys. 1982. Vol. 15. P. 4975–4991.

20. Kuok M. H., Lim H. S., Ng S. C., Liu N. N., Wang Z. K. Brillouine Study of the Quantization of Acoustic Modes in Nanospheres // Phys. Rev. Let. 2003. Vol. 90. P. 255502-1–255502-4.

21. Lahav O., Itah A., Blumkin A., Gordon C., Steinhauer J. A sonic black hole in a density-inverted Bose-Einstein condensate // arXiv: 2009. 0906. 1337.

22. Obreimov I. V. The splitting strength of mica // Proc. Roy. Soc. A 127. 1930. P. 290–297.

23. Кротова Н. А., Карасев В. В. Исследование электронной эмиссии при раскалывании твердых тел в вакууме // Докл. АН СССР. 1953. Т. 925, № 3. С. 607–610.

24. Карасев В. В., Кротова Н. А., Дерягин Б. В. Исследование газового разряда при отрыве пленки высокополимера от твердой подкладки // Докл. АН СССР. 1963. Т. 199, № 1. С. 109–112.

25. Camara C. G., Escobar J., Hird J. R., Putterman S. Correlation between nanosecond X-ray flashes and stick-slip friction in peeling tape // Nature. 2008. Vol. 455, N 23. P. 1089–1093.

26. William P. Brooks Shock-Induced Luminescence in Quartz // Journal of Applied Physics. 1965. Vol. 46, N 9. P. 2788–2790.

27. Chapman G. N., Walton A. J. Triboluminescence of glasses and quartz // Journal of Applied Physics. 1983. Vol. 54, N 10. P. 5961–5969.

28. Кормер С. Б. Оптические исследования свойств ударно сжатых диэлектриков // УФН. 1968. Т. 94, В. 4. С. 641–687.

29. Фабрикант Л. Распространение волн в гидродинамических течениях // Изв. вузов. Сер. Радиофизика. 1987. Т. 30. С. 275–279.

30. Arecchi F. T., Courtens E. Cooperative phenomena in resonant electromagnetic propagation // Phys. Rev. A. 1970. Vol. 2. P. 1730.

31. Солитоны // Под ред. С. П. Новикова. Новокузнецк: НФМИ. 1999. 406 с.

32. Ландау Л. Д., Лифшиц И. М. Статистическая физика. М.: Наука, 1964. 367 с.

УДК 669.295:669.693

М. Б. Иванов, канд. физ.-мат. наук, директор,
М. А. Лазебная, науч. сотр.,

e-mail: lazebnaya@bsu.edu.ru,

Ю. Р. Колобов, д-р физ.-мат. наук, научный
руководитель,

Г. В. Храмов, инженер,

Н. Н. Волковняк, мл. научн. сотр.,

Е. Г. Колобова, ведущий инженер,

Научно-образовательный и инновационный
центр "Наноструктурные материалы и
нанотехнологии",

Белгородский государственный университет

ИССЛЕДОВАНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ МИКРОДУГОВЫХ КАЛЬЦИЙ-ФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ТИТАНЕ VT1-0 В БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ

Поступила в редакцию 25.11.10

Представлены результаты исследования морфологии, фазовый состав и физико-химические параметры поверхности комбинированных биоактивных кальций-фосфатных покрытий, полученных методом микродугового оксидирования в щелочном электролите на титановой подложке из наноструктурного технически чистого титана VT1-0, до и после их растворения в изотоническом растворе хлорида натрия, моделирующем биологическую жидкость. Показана их низкая растворимость в течение не менее двух месяцев.

Ключевые слова: титан VT1-0, коррозионная стойкость, кальций-фосфатные покрытия, микродуговое оксидирование, растворимость

Актуальной задачей современного медицинского материаловедения является решение проблемы восстановления дефектов костной ткани для обеспечения возможности нормального функционирования поврежденного органа. Основными требованиями, предъявляемыми к имплантатам, являются биологическая совместимость с тканью, механическая стабильность, отсутствие токсичности. В настоящее время активно ведутся работы по созданию и внедрению в клиническую практику различных биологически активных материалов на основе соединений, близких по химическому и фазовому составу к костной ткани либо способных к образованию таких веществ на поверхности имплантируемого материала в результате сложных биомиметических процессов в условиях *in vivo*. Среди них ведущая роль принадлежит биостеклам и биоситаллам, керамике на основе фосфатов кальция. Однако механическая прочность таких материалов недостаточна [1].

К числу металлических материалов, обладающих указанными выше положительными свойствами, такими как хорошая биосовместимость, высокая коррозионная стойкость, биоинертность, гипоаллергенность, отсутствие токсичности, а также сочетание малой плотности и высоких механических свойств, относятся титан и сплавы на его основе. Тем не ме-

нее, и для этих материалов в некоторых случаях наблюдаются отрицательные реакции организма на имплантат вплоть до его отторжения. Поэтому проблема формирования биоактивных и биоинертных покрытий на титановых имплантатах является весьма актуальной. Для того чтобы увеличить остеоинтеграцию имплантатов (срастание их с костной тканью), их поверхность модифицируют, используя, например, методики нанесения покрытий на основе гидроксилапатита (ГАП). Это вещество является полностью биосовместимым, поскольку его элементный состав близок к соответствующему для неорганической матрицы костной ткани. При выборе метода формирования покрытия, а также материалов для изготовления имплантатов необходимо учитывать область его применения. При лечении заболеваний и дефектов опорно-двигательной системы существует проблема расшатывания элементов аппаратов внешней фиксации, связанная с деградацией структуры на границе кость/имплантат. Одним из методов ее решения является создание пористой биоактивной поверхности с хорошо развитым рельефом [2].

К настоящему времени разработано несколько десятков методов формирования биоактивных покрытий на поверхности металлических имплантатов. В последнее десятилетие все большее значение приобретает метод микродугового оксидирования (МДО). Это сравнительно новый вид электрохимической поверхностной обработки и модифицирования поверхности металлов, берущий свое начало от традиционного процесса анодирования [3]. Для медицинских имплантатов оксидные слои служат в качестве коррозионно-стойкого рельефного слоя, улучшающего биоинертные и механические свойства имплантата [4], а в случае использования электролита с добавлением кальций-фосфатных соединений (например, гидроксилапатита) — в качестве покрытия, увеличивающего остеоинтеграционные свойства имплантатов [5—7].

Кальций-фосфатные (Са-Р) покрытия наносят в процессе микродуговой обработки поверхности материала с добавлением в электролит кальций-содержащих соединений. Формирование покрытия при микродуговом разряде связано с протеканием высокотемпературных химических превращений в зоне локальных микроплазменных, микродуговых разрядов и происходит за счет окисления основного материала, а также переноса в покрытие ультрадисперсной фазы, находящейся в электролите.

В настоящее время работы по развитию методов формирования кальций-фосфатных покрытий на субмикроструктурном и наноструктурном титане и его сплавах выполняются в нескольких научно-исследовательских организациях России [6, 8]. В работе [8] представлены результаты формирования покрытия в электролите на основе ортофосфорной кислоты с добавками различных кальций-фосфатных соединений. Недостатком таких покрытий является низкое соотношение Са/Р. По данным рентгенофа-

зового анализа без предварительного обжига такое покрытие является аморфным, а при взаимодействии с раствором, моделирующим биологическую жидкость, проявляет активную склонность к растворению [8, 9].

Разработка новых конструкционных и функциональных материалов с улучшенными свойствами во многом определяется результатами фундаментальных исследований закономерностей формирования их структуры и природы физико-химических процессов, протекающих в материалах в реальных условиях эксплуатации. Наряду с процессами остеоинтеза параллельно должен включаться еще и механизм, связанный с биodeградацией кальций-фосфатных покрытий, заключающийся, прежде всего, в растворении таких покрытий. Известно, что в зависимости от физико-химических параметров (степени кристалличности, пористости, растворимости в биологических средах, шероховатости поверхности и т. д.) кальций-фосфатные покрытия показывают разную скорость биodeградации. В настоящее время динамика процессов резорбции конкретных кальций-фосфатных покрытий во многом остается неясной и является предметом исследований.

В настоящей работе представлены результаты исследования морфологии и физико-химических параметров поверхности комбинированных биоактивных кальций-фосфатных покрытий, полученных методом МДО в щелочном электролите на титановой подложке из наноструктурного технически чистого титана ВТ1-0, до и после их растворения в изотоническом растворе хлорида натрия, моделирующем биологическую жидкость.

Методика эксперимента

Формирование кальций-фосфатных композитных покрытий проводили методом микродугового оксидирования (МДО) на установке, разработанной в Институте физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск). В качестве материала субстрата был использован наноструктурный технически чистый титан ВТ1-0, полученный по разработанному в Научно-образовательном и инновационном центре "Наноструктурные материалы и нанотехнологии" БелГУ методу пластической деформации винтовой прокаткой [10—12]. Для повышения соотношения Са/Р и улучшения свойств покрытия был выбран щелочной электролит с добавлением нанокристаллического гидроксилапатита [7, 13—15], содержащий 2 % КОН и 0,75 % нанокристаллического гидроксилапатита (ГАП). Образцы цилиндрической формы имели размеры $d = 7$ мм, $h = 2$ мм. Покрытия формировались в импульсном режиме при следующих параметрах, выбранных в результате предварительных экспериментов: длительность импульса — 150 мкс; частота следования импульсов — 100 Гц; импульсная плотность тока — 6 А/образец; напря-

жение на образце — $U_a^{\max} = 350$ В, $U_k^{\min} = 60$ В, время нанесения 30 мин.

Исследуя коррозионную стойкость покрытий, на первом этапе проводили обработку образцов в кислоте для удаления кристаллической и частично аморфной фазы кальций-фосфатных соединений, преимущественно гидроксилapatита. В качестве растворяющего агента в результате предварительных экспериментов была выбрана соляная кислота с концентрацией 0,1 М. Образцы с нанесенным МДО-покрытием, предварительно взвешивали и помещали в раствор кислоты. По истечении времени экспозиции (5 мин) образцы вынимали, промывали и помещали их в стакан с дистиллированной водой для УЗ обработки ($\tau = 3$ мин). Отмытые образцы сушили при 120 °С в течение 2 ч. Фиксировали изменение массы образцов. Для подтверждения полного удаления кристаллической фазы, не участвующей в формировании каркаса покрытия, операцию растворения повторяли, уменьшая время экспозиции в кислоте до 2 мин. Образцы считаются подготовленными к дальнейшему исследованию, если после вторичного эксперимента их масса остается постоянной.

Для проведения экспериментов *in vitro*, моделирующих поведение имплантата в биологических средах и живом организме, часто используют физиологические растворы. В соответствии с ГОСТ Р 52770—2007 для изделий внутреннего протезирования в качестве модельной среды был выбран 0,9 %-ный раствор хлористого натрия. Площадь поверхности каждого образца $S = 120,89$ мм². Объем модельной жидкости для растворения предварительно отмытых в кислоте покрытий составлял 20 мл.

Образцы с нанесенным МДО-покрытием предварительно взвешивали и помещали в бюксы с изотоническим раствором. Проводили культивирование образцов в течение 2, 4, 6 и 8 недель при комнатной температуре. По истечении времени экспозиции образцы вынимали, промывали и помещали их в стакан с дистиллированной водой для последующей УЗ обработки ($\tau = 3$ мин). Отмытые образцы выдерживали в течение 2 ч в сушильном шкафу при 120 °С, затем фиксировали изменение массы образцов.

Измерения массы образцов проводили с использованием аналитических весов Sartorius ME5.

Контроль за процессом растворения осуществляли регистрацией значений pH раствора хлорида натрия за исследуемый период с помощью pH-метра МУЛЬТИТЕСТ ИПЛ-101 с использованием электродов Эсп-10103, ЭС-10601/7.

Для рентгенофазового анализа использовали дифрактометр ARL X'TRA (Thermo Scientific, Швейцария) на $\text{CuK}\alpha$ -излучении с полупроводниковым детектором, позволяющим задавать диапазон длин волн регистрируемого дифрагированного пучка. Параметры работы генератора: ускоряющее напряжение 45 кВ, сила тока трубки 35 мА. Параметры съемки: интервал углов $2\theta = 10...80^\circ$, шаг $\Delta 2\theta = 0,01^\circ$,

скорость регистрации спектров в общем случае от 0,6 °/мин до 0,2 °/мин для более точного анализа. Съемка проводилась по схеме Брега—Брентано.

Для точного определения толщины покрытия были изготовлены поперечные шлифы образцов. Экспериментальные образцы в специальных формах заливали низкотемпературным компаундом на основе полиэстеровой смолы SeriFix. Дальнейшее приготовление шлифов проводили в автоматическом режиме на установке TegraForce-5. Определение толщины функционального слоя на полученном шлифе, а также морфологии поверхности кальций-фосфатных покрытий и их пористость исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронном микроскопе Quanta 600 3D. С помощью встроенной системы микроанализа, включающей в себя энергодисперсионный спектрометр EDAX, был выполнен элементный анализ покрытий.

Анализ изменения химического состава покрытий проводили при сопоставлении ИК спектров покрытий, полученных на ИК микроскопе Continuum. Получение ИК спектров покрытий, полученных методом МДО, проводилось на ИК спектрометре с Фурье-преобразованием Nicolet 6700 (Thermo Scientific) с использованием ИК микроскопа Continuum. Режим съемки — Reflectance Mode при использовании детектора МСТ-А. Разрешение прибора — 4,000 см⁻¹. Число сканов — 80. Для обработки изображения использовалось программное обеспечение Omnic.

Адгезионную прочность керамических покрытий — прочность связи покрытия с подложкой — определяли в соответствии с ГОСТ 28840—90 на установке для испытаний материалов на растяжение—сжатие—изгиб при комнатной температуре по сдвиговому отрыву двух склеенных цилиндрических образцов размером $\varnothing 7 \times 10$ мм. Для склеивания был использован клей UNH plus 300 kg ероху. Была изготовлена оснастка, в которой закреплялись образцы с совмещением оси нагружения и плоскости соединения. Испытания вели на установке "Instron 5882".

Результаты эксперимента

Исходные образцы имеют развитую систему пор, частично заполненную кальций-фосфатными соединениями, преимущественно гидроксилapatитом (рис. 1, а). Средняя толщина покрытия составляет около 20 мкм, а средний диаметр открытых пор — 3...5 мкм (рис. 1, б). На изображении поперечного среза покрытия видно наличие выраженной системы закрытых пор, имеющих округлую форму со средним диаметром 1,5 мкм. Наблюдается преобладание закрытой пористости, при этом открытые поры имеют форму канальцев. Отличительной особенностью является наличие вытянутых закрытых пор на границе образец—покрытие, расположенных горизонтально относительно оси образца. Несмотря

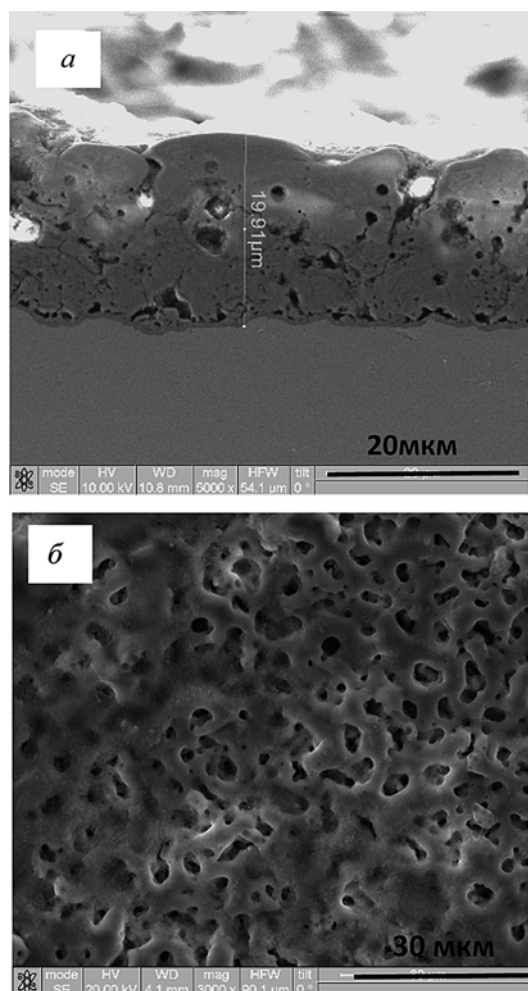


Рис. 1. Структура комбинированного покрытия после нанесения: *a* — поперечное сечение; *б* — изображение поверхности (растровая электронная микроскопия)

на пористость адгезионная прочность комбинированных биоактивных МДО-покрытий к наноструктурному титану составляет не менее 20 МПа.

После выдерживания образцов в соляной кислоте с концентрацией 0,1 М система пор становится более выраженной за счет удаления свободной кристаллической фазы гидроксилапатита и других кальций-фосфатных соединений, образовавшихся в результате формирования оксидного слоя (рис. 2, *a*, *б*). При этом средняя толщина покрытия остается неизменной. По сравнению с необработанным образцом более выраженной становится система открытой пористости. При этом средний диаметр кратеров пор увеличивается с 1,5 мкм до 3...5 мкм. Следует отметить, что сложную конфигурацию приобретают открытые поры, увеличивается их размер, а также открываются новые поры на поверхности покрытия. Внутренняя пористость при этом остается неизменной.

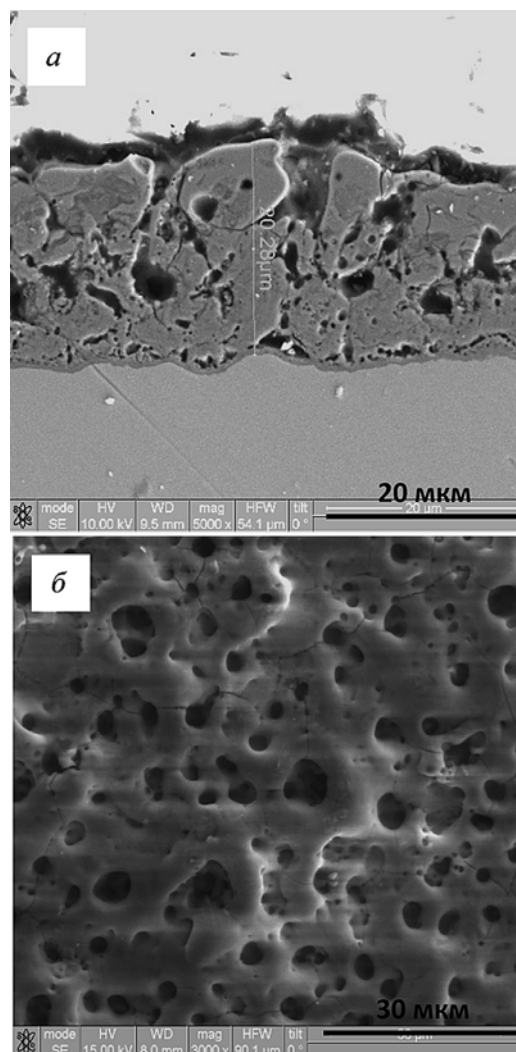


Рис. 2. Структура комбинированного покрытия после растворения в HCl с концентрацией 0,1 М:

a — поперечное сечение; *б* — морфология поверхности (растровая электронная микроскопия)

Рентгенофазовый анализ показал, что в покрытии, выдержанном в соляной кислоте, представлены следующие фазы: оксиды титана TiO_2 (рутил, анатаз), Ti_3O_5 , титан, смешанные оксиды кальция и титана ($2\text{CaO} \cdot 5\text{TiO}_2$, $2\text{CaO} \cdot 2\text{TiO}_2$, $\text{CaO} \cdot 2\text{TiO}_2$, $\text{CaO} \cdot \text{TiO}_2$), витлоскит $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, гидроксилапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, пиррофосфат калия $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$. При этом не было обнаружено линий, соответствующих смешанным фосфатам кальция и титана. Элементный анализ исходных покрытий показал, что соотношение Ca/P в них составляет 3,62 (масс. %) или 2,79 (ат. %). При этом средняя потеря массы за счет удаления кальций-фосфатных соединений (преимущественно гидроксилапатита), не участвующих в образовании композитного покрытия, составляет 0,29 % от массы образца.

Из анализа данных, полученных методом ИК спектроскопии, установлено, что при растворении в

соляной кислоте потеря массы происходит преимущественно за счет растворения гидроксилapatита. Исходный образец и обработанные в кислотах образцы дают отражения при одних и тех же частотах. В области волновых чисел 1100 см^{-1} на образцах, обработанных кислотой, появляется минимум, свидетельствующий об удалении части гидроксильных групп.

При выдерживании образцов в модельной жидкости наиболее интенсивное изменение массы наблюдается за счет растворения покрытий в течение первых двух недель, но является существенно меньшим по сравнению с первичным растворением в соляной кислоте и не превышает 16 % от этого изменения массы. Увеличение времени выдержки в солевом растворе до четырех недель не привело к дальнейшему изменению массы образцов. Это свидетельствует о том, что процессы растворения в исследуемой среде наиболее интенсивно протекают в течение первых двух недель. Возможно, это связано с проявлением "солевого эффекта", когда растворимость труднорастворимых соединений увеличивается с повышением ионной силы раствора.

Результаты потенциометрического исследования динамики растворения покрытий подтверждают данные о том, что наиболее интенсивное растворение происходит в течение первых двух недель проведения эксперимента. Наиболее значительное изменение значений кислотности среды наблюдается за регистрируемый период (0,7 ед. pH). Далее значение кислотности увеличивается незначительно, что демонстрирует кривая зависимости pH от времени на рис. 3.

Увеличение соотношения Ca/P (масс. %) в ходе растворения покрытий в модельной биологической жидкости по данным микроанализа соответствует 15 % от значения, соответствующего покрытиям после обработки в кислоте. Это свидетельствует о преобладании процессов растворения фосфатов, содержащихся в покрытиях.

Данное предположение подтверждается результатами потенциометрического исследования. Процесс скачкообразного повышения значения кислотности среды обусловлен увеличением растворимости и последующей диссоциации малорастворимого фосфата

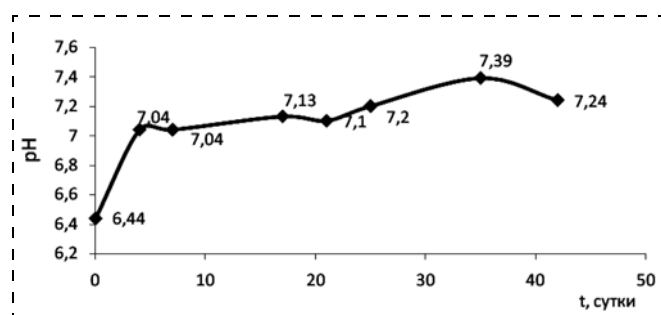


Рис. 3. Изменение pH 0,9 %-ного раствора NaCl в результате растворения покрытий

кальция (произведение растворимости $PR = 2 \cdot 10^{-29}$), связанным с повышением ионной силы раствора при использовании раствора сильного электролита хлорида натрия. Небольшие количества растворенных фосфатов подвергаются гидролизу по аниону, что и приводит к появлению слабощелочной среды раствора.

В качестве наиболее труднорастворимой фазы покрытия можно выделить смешанные оксиды титана-кальция, формирующиеся в системе $\text{CaO}-\text{TiO}_2$ и образующие наиболее устойчивый каркас покрытия — стеклофазу.

Исследования морфологии покрытия с помощью РЭМ показали, что после культивации образцов в растворе 0,9 %-ного хлорида натрия на поверхности не происходит существенного изменения. Поры остаются той же формы, не наблюдается также видимых разрушений покрытия (рис. 4). Однако существенные изменения происходят внутри оксидного слоя. На поперечных срезах видно явное разрыхление покрытия (рис. 5). Можно предположить, что это связано с растворением его в растворе 0,9 %-ного хлорида натрия. На исходном срезе видно, что самые крупные поры сосредоточены в среднем слое биоактивного покрытия. Следовательно, можно считать, что это наиболее уязвимое место для воздействия биологической среды в структуре покрытия. Поэтому не исключен факт механического разрушения "ослабленного" покрытия, связанного с особенностью изготовления среза.

В покрытии, выдержанном в течение 2 недель в растворе 0,9 %-ного NaCl, обнаруживаются те же фазы, что и в исходном образце, предварительно обработанном кислотой. Сравнение результатов РФА покрытий — растворенного в соляной кислоте и прошедшего этап культивации в 0,9 %-ном растворе хлорида натрия — подтверждает гипотезу об удалении остаточного содержания кристаллической фазы $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$: интенсивности полос, соответствующие отражениям данного соединения, заметно уменьшаются, по истечении 4–6 недель дифрактограммы практически не отличаются, уменьшается интенсивность отражений, соответствующих $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

Как было показано ранее, смешанные фосфаты кальция и титана (например, $\text{CaTi}(\text{PO}_4)_6$), образующиеся в процессе МДО в покрытиях в аморфном состоянии, имеют склонность к растворению в жидкостях, моделирующих биологические жидкости [9].

В результате растворения кальций-фосфатных фосфатов в биологические жидкости поступают ионы титана и комплексные частицы, их содержащие. Очевидно, что такие процессы могут вызвать различные неблагоприятные отклики иммунной системы и повлиять на общие функции организма. До настоящего времени основным способом борьбы с растворением титан-содержащих соединений в МДО-покрытиях медицинского назначения был

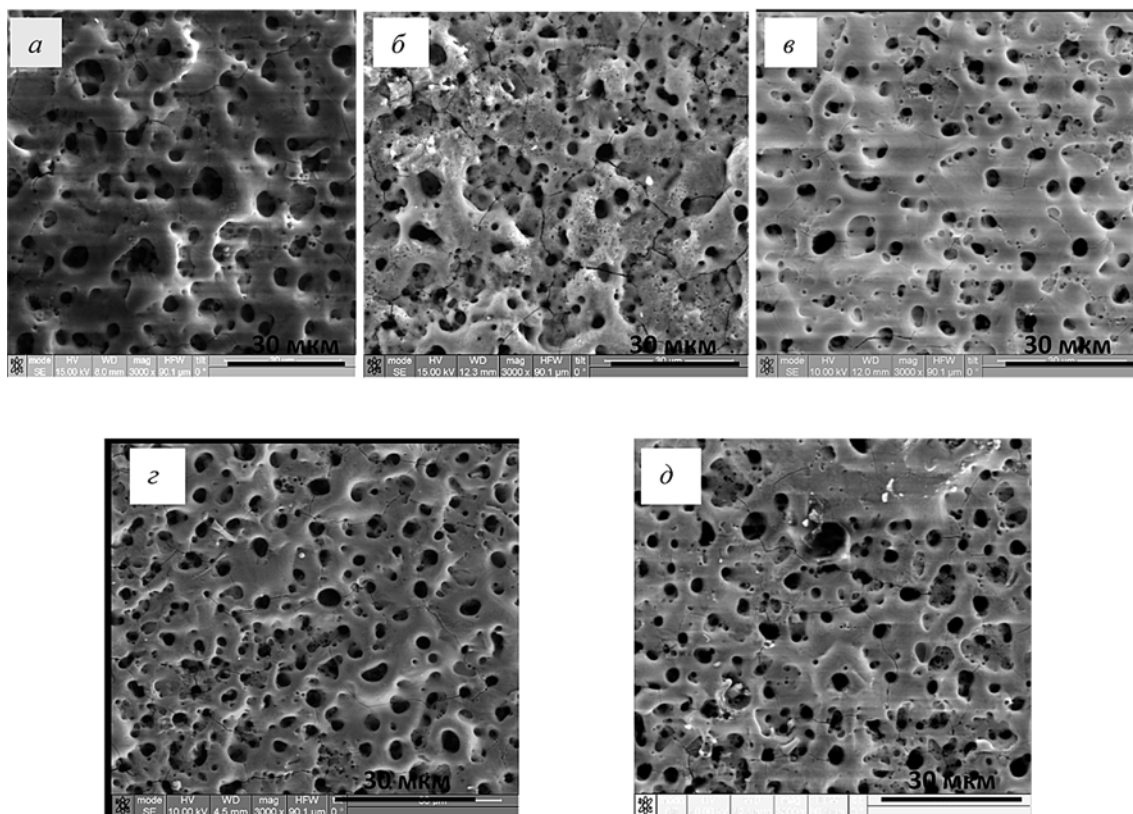


Рис. 4. Структура комбинированных покрытий в исходном состоянии (*а*) и после растворения в биологической жидкости в течение времени: *б* — через 2 недели; *в* — через 4 недели; *г* — через 6 недель; *д* — через 8 недель (растровая электронная микроскопия)

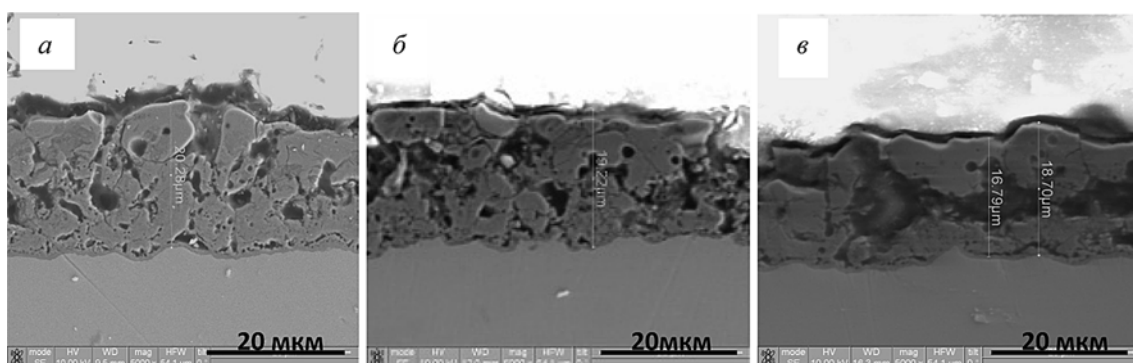


Рис. 5. Структура комбинированных покрытий в поперечном сечении в исходном состоянии (*а*) и после растворения в биологической жидкости в течение времени: *б* — 4 недели; *в* — 8 недель (растровая электронная микроскопия)

отжиг имплантатов при высоких температурах (свыше 700 °С), в процессе которого происходила кристаллизация фосфатов титана. Однако такая схема неприменима к имплантатам из наноструктурного нелегированного титана, термическая стабильность которого ограничена 400 °С.

Продemonстрированные в настоящей работе "щелочные" МДО-покрытия благодаря исключению из фазового состава смешанных фосфатов кальция и титана без дополнительного отжига имеют высокую устойчивость к растворению как в солевых, так и в слабокислых растворах. Мы полага-

ем, что это обусловлено формированием смешанных оксидов кальция и титана, образующих каркасную основу покрытия — стеклофазу. Фосфор же в покрытии фиксируется в составе трикальцийфосфата (ТКФ) и ГАП — соединениях с высокой биологической совместимостью. На это же указывает и соотношение Ca/P, составляющее 2,79 (ат. %), что превышает таковое значение для ГАП и ТКФ. В биологической среде фосфаты кальция растворяются (это способствует остеоинтеграции), в результате увеличивается соотношение Ca/P.

Выводы

- ♦ Комбинированные покрытия на наноструктурном технически чистом титане BT1-0, полученные методом микродугового оксидирования в щелочном растворе с добавлением нанокристаллического гидроксилпатита, показывают низкую растворимость в растворе, моделирующем биологическую жидкость в течение более чем двух месяцев. Это обусловлено фазовым составом таких покрытий, а также высокой степенью кристалличности.
- ♦ Процессы растворения в среде, моделирующей биологическую жидкость, протекают в среднем слое биоактивного покрытия в течение первых двух недель, что связано в основном с гидролизом по аниону фосфата кальция, являющегося абсолютно биосовместимым резорбируемым материалом. В соответствии с этим наблюдается наиболее значительное изменение значений pH среды в течение указанного времени (0,7 ед. pH). Основа покрытия — стеклофаза на основе смешанных оксидов титана и кальция — оказывается устойчивой к воздействию солевых и кислотных растворов.

Список литературы

1. **Баринов С. М., Комлев В. С.** Биокерамика на основе фосфатов кальция. М.: Наука, 2005. 204 с.
2. **Колобов Ю. Р.** Технологии формирования структуры и свойств титановых сплавов для медицинских имплантатов с биоактивными покрытиями // Российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. № 9—10. С. 19—31.
3. **Суминов И. В.** и др. Микродуговое оксидирование (теория, технология, оборудование) М.: ЭКОМЕТ, 2005.
4. **Калита В. И., Гнедовец А. Г., Мамаев А. И.** и др. Формирование композиционных пористых покрытий на поверхности имплантатов низкотемпературной плазмой // ФиХОМ. 2005. № 3. С. 39—47.

5. **Kolobov Yu. R., Karlov A. V., Bushnev L. S., Sagimbaev E. E.** Structure and properties of oxide coating applied on the orthopaedic titanium alloys by microarc oxidation // Acta Orthopaedica Scandinavica. 1998. V. 69. S. 280. P. 48—50.
6. **Kolobov Yu. R., Karlov A. V., Sagimbaev E. E., Shashkina G. A., Valiev R. Z.** Ceramic Coatings on the High-Strength Titanium as Prospective Material for Orthopaedic Implants // Bioceramics. 2000. Vol. 13. P. 215—218.
7. **Колобов Ю. Р., Дручинина О. А., Иванов М. Б., Си-рота В. В., Лазебная М. А.** и др. Формирование пористых комбинированных биоактивных покрытий на титановых сплавах BT6 и BT16 методом микродугового оксидирования // Нано- и микросистемная техника. 2009. № 2. С. 48—53.
8. **Шашкина Г. А., Иванов М. Б., Легостаева Е. В., Шар-кеев Ю. П., Колобов Ю. Р., Хлусов И. А., Поженко Н. С., Карлов А. В.** Биокерамические покрытия с высоким содержанием кальция для медицины // Физическая мезомеханика. 2004. Т. 7. Ч. 2. С. 123—126.
9. **Шаркеев Ю. П., Князева А. Г., Легостаева Е. В., На-заренко Н. Н., Хлусов И. А.** Экспериментальное и теорети-ческое исследование деградации имплантатов с микродуговым кальций-фосфатным покрытием в биологической среде // Фи-зическая мезомеханика. 2007. Т. 1. Ч. 11. С. 429—436.
10. **Колобов Ю. Р., Липницкий А. Г., Иванов М. Б., Го-лосов Е. В.** Роль диффузионно-контролируемых процессов в формировании структуры и свойств металлических нано-материалов // Композиты и наноструктуры. 2009. № 2. С. 5—24.
11. **Иванов М. Б., Пенкин А. В., Колобов Ю. Р., Голо-сов Е. В., Нечаенко Д. А., Божко С. А.** Теплая поперечно-винтовая прокатка в валках конической формы как метод интенсивной пластической деформации // Деформация и разрушение материалов. 2010. № 9.
12. **Патент 2389568 RU.** Способ получения субмикросталлической структуры в нелегированном титане / Коло-бов Ю. Р., Иванов М. Б., Голосов Е. В., Пенкин А. В. Заявл. 2008.12.29; опубл. 2010.05.20.
13. **Патент 2342319 RU.** Способ формирования нанораз-мерного гидроксилпатита / Волковняк Н. Н., Иванов М. Б., Колобов Ю. Р., Бузов А. А., Чуев В. П. Дата приоритета 14.08.2007; опубл. 30.07.2008.
14. **Патент 2342319 RU.** Способ формирования наноразмер-ного гидроксилпатита / Волковняк Н. Н., Иванов М. Б., Ко-лобов Ю. Р. Дата приоритета 06.07.07; опубл. 27.06.08.
15. **Патент 2345181 RU.** Способ получения электролита для нанесения биоактивных покрытий / Волковняк Н. Н., Иванов М. Б., Колобов Ю. Р. Дата приоритета 03.09.07; по-лучен 03.02.09.

УДК 621.791.3

В. Н. Штенников, канд. техн. наук, зам. нач. упр.,
ФГУП УЭМЗ, Екатеринбург,
e-mail: shtennikov@uemz.ru

ВЛИЯНИЕ НЕКОТОРЫХ ПАРАМЕТРОВ ПАЯЛЬНОГО ИНСТРУМЕНТА НА ТЕМПЕРАТУРУ ПАЙКИ

Поступила в редакцию 19.11.10

Согласно проекту "Стратегии развития электрон-ной отрасли на период до 2025 года" в срок до 2019 г. пла-нируется на базе международных стандартов IPC и МЭК "Обеспечить лоббирование российских технологий в качестве международных стандартов..."

Решение проблемы обеспечения заданного режима пайки имеет большое практическое значение для повышения ка-чества паяных соединений электронных приборов.

В статье рассмотрен вопрос влияния заточки паяль-ного стержня на температуру контактной пайки.

Ключевые слова: прибор, качество, паяльный стер-жень, контактная пайка, температура

Основная цель второго этапа утвержденной в 2007 г. стратегии развития электронной отрасли (2012...2015 годы) — это ликвидация технологиче-ского отставания отечественной электронной про-мышленности от мирового уровня.

По мнению автора настоящей публикации, уст-ранение упомянутого отставания может быть реше-но, в том числе, путем интеграции имеющихся на-

учно-исследовательских ресурсов в международные программы развития электроники. Для этого необходимо иметь научно-технические заделы, представляющие интерес для потенциальных партнеров.

Анализ нескольких сотен источников, включая международные стандарты IPC и МЭК, не выявил информации о влиянии конструкционных параметров технологического оборудования на температуру контактной пайки электронных компонентов [1, 2].

Вместе с тем, как упоминалось выше, температура пайки оказывает большое влияние на надежность паяных соединений, а следовательно, и надежность всего электронного прибора [3–6].

Большинство бессвинцовых припоев имеют температуру плавления выше, чем припой ПОС 61 на 30...35 °С [7]. Таким образом, при прочих равных условиях, на это значение должна быть увеличена и температура пайки электронных компонентов. Вместе с тем, температура пайки должна быть ограничена ввиду опасности перегрева термочувствительных компонентов, образования интерметаллидов [8].

Если рекомендуемый интервал температуры контактной пайки электронных компонентов припоем ПОС 61 составляет 230...270 °С, то для бессвинцовых припоев он сузится до 260...270 °С.

В производстве электронных приборов различного назначения ввиду опасности образования перемычек, касания и перегрева плотно установленных компонентов используется заточка круглого паяльного стержня под углом $\beta = 25...30^\circ$ (срез цилиндра под указанным углом) [9].

Контакт паяльного стержня с паяным соединением осуществляется срезанной (зачерненной) луженой частью. Боковая поверхность паяльного стержня, покрытая хромом, не лудится и поэтому не вызывает перегрева компонентов в случае случайного касания. Также используется форма заточки в виде конуса (конусное жало).

Решение задачи о снижении температуры паяющего конца паяльного стержня с защитным покрытием [10, 11] позволяет решить задачу использования паяльного стержня с заточкой паяющего конца (жала).

Описанный случай можно рассматривать как использование медного паяльного стержня с защитным покрытием, имеющим меньшую тепловую проводимость. Тепловая проводимость жала в этом случае уменьшится пропорционально средней площади поперечного сечения паяльного стержня по длине жала.

Тогда в формуле для влияния защитного покрытия в статье [11] вместо отношения теплопроводностей материала стержня и покрытия $\frac{\lambda_m}{\lambda_3}$ необходимо ввести отношение тепловых проводимостей паяль-

ного стержня без заточки длиной h к тепловой проводимости жала:

$$\frac{\Delta t_{h3} - \Delta t_{hm}}{\Delta t_{1m}} = \frac{h}{\sqrt{\pi a_m \tau_{\Pi}}} \left(\frac{R_m}{R_h} - 1 \right), \quad (1)$$

где Δt_{h3} — перепад температуры по длине заточки; Δt_{hm} — перепад температуры в медном слое длиной h , но без заточки; Δt_{1m} — снижение температуры паяющего конца стержня без заточки; h — длина заточки; a_m — коэффициент температуропроводности меди; τ_{Π} — время пайки; R_h — тепловое сопротивление заточки; R_m — тепловое сопротивление паяльного стержня длиной h , но без заточки.

Отношение тепловых проводимостей в выражении (1) равносильно отношению площади паяльного стержня к средней площади поперечного сечения цилиндра, имеющей такую же тепловую проводимость, как и жало паяльного стержня:

$$\frac{\Delta t_{h3} - \Delta t_{hm}}{\Delta t_{1m}} = \frac{h}{\sqrt{\pi a_m \tau_{\Pi}}} \left(\frac{S_m}{S_h} - 1 \right). \quad (2)$$

В частности, $S_m/S_h = 2$ для заточки в виде среза цилиндра и равно 3 для конусной заточки.

Необходимо напомнить, что уравнение (2) справедливо при условии [11]

$$h \ll \sqrt{a_m \tau_{\Pi}}.$$

Для пайки выводов электронных компонентов в отверстия печатной платы рекомендуется использовать паяльный стержень диаметром 3 мм. При этом, как правило, паяное соединение осуществляется за счет контакта с центральной частью луженой области стержня. Поэтому, несмотря на наличие заточки, снижение температуры паяющего конца стержня во время контакта с паяным соединением мало отличается от снижения температуры паяющего конца стержня без заточки.

Для пайки выводов электронных компонентов на открытые контактные площадки (ОКП) печатной платы (МПП) используется паяльный стержень диаметром 2 мм, при этом длина заточки может составлять 5 мм.

Значит в соответствии с формулой (2) снижение температуры паяющего конца стержня во время контакта с паяным соединением увеличится более, чем на 10 °С при времени пайки 1 с.

Таким образом, при пайке микросхем на МПП с ОКП, в силу наличия "колодцев", снижение температуры паяющего конца стержня, как правило, больше, чем при пайке на поверхности печатной платы без "колодцев" ввиду необходимости использовать заточку и контактировать с паяным соединением ее вершиной.

Выводы. На основании проведенных исследований можно предложить следующее уточнение меж-

дународных стандартов IPC/EIA J-STD-001D "Требования к паяным электрическим и электронным сборкам", IEC (МЭК) 61192-1 "Процесс пайки" в части обеспечения требуемого режима контактной пайки: "Заточка паяльного стержня снижает температуру пайки тем существеннее, чем она более вогнутая, чем она длиннее и чем меньше время пайки".

Список литературы

1. Штенников В. Н. Обсуждаем рекомендации международных стандартов IPC // Новые промышленные технологии. 2008. № 4. С. 61–64.
2. Штенников В. Н. Уточняем международный стандарт МЭК // Нано- и микросистемная техника. 2010. № 2 (115). С. 5–8.
3. Штенников В. Н. Связь конструктивных и теплофизических параметров паяльника // Организация производства и прогрессивная технология в приборостроении. 1981. № 2. С. 23.
4. Штенников В. Н. Зависимость снижения температуры паяющего конца стержня паяльника во время пайки от

его диаметра, материала и температуры холостого хода // Организация производства и прогрессивная технология в приборостроении. 1981. № 3. С. 16.

5. Штенников В. Н. Научные основы обеспечения требуемых режимов инфракрасной пайки // Новые промышленные технологии. 2008. № 6. С. 38–40.

6. Штенников В. Н. Научные основы обеспечения требуемых режимов конвекционной пайки // Новые промышленные технологии. 2008. № 6. С. 40–42.

7. Штенников В. Н. Оценка времени и температуры пайки электронных приборов // Нано- и микросистемная техника. 2009. № 5. С. 15–17.

8. Лашко Н. Ф., Лашко С. В. Контактные металлургические процессы при пайке. М.: Металлургия, 1977. 192 с.

9. Штенников В. Н. Влияние длины стержня паяльника на снижение температуры его паяющего конца при одиночной пайке // Организация производства и прогрессивная технология в приборостроении. 1981. № 9. С. 19.

10. Штенников В. Н. Влияние защитного покрытия на динамику температуры паяльного стержня при пайке // Организация производства и прогрессивная технология в приборостроении. 1985. № 6. С. 8–11.

11. Штенников В. Н. Международные стандарты IPC о паяльных стержнях из стали // Нано- и микросистемная техника. 2009. № 10. С. 28–29.

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

УДК 621.3.049.779

В. В. Амеличев, канд. техн. наук, нач. лаб.,
И. В. Годовицын, канд. техн. наук, ст. науч. сотр.,
Д. А. Сайкин, мл. науч. сотр.,
e-mail: iog@tcen.ru

ПЕРСПЕКТИВНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ВЫСОКОДОБОРНЫХ КРЕМНИЕВЫХ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ

Поступила в редакцию 18.11.2010

Описана разработка технологии изготовления высокодобротных кремниевых резонаторов с использованием КНИ-пластин. К достоинствам разработанной технологии можно отнести необходимость только одного процесса анодной посадки и только одного стекла, обработка которого ограничивается формированием углублений для геттера. Обработка КНИ-пластины и стекла ведется групповым способом, анодная сварка проводится на заключительном этапе обработки. Сформирована структура резонатора в герметизированной камере. Показано, что значения основных электрофизических параметров структуры (сопротивление подвесов, напряжение притягивания) соответствуют расчетным. Проанализированы перспективы разработанной технологии.

Ключевые слова: технология микрообработки кремния, высокодобротные кремниевые резонаторы, герметизация в составе пластины

Введение

Кремниевые микромеханические резонаторы перспективны для создания преобразователей физических величин благодаря сочетанию двух качеств — высокой частотной тензочувствительности и хорошей стабильности механических характеристик. Частотная тензочувствительность резонатора определяется изменением частоты в зависимости от величины и знака механических напряжений и более чем в 10 раз превышает резистивную тензочувствительность кремния [1]. Стабильность механических характеристик резонатора обеспечивается самим принципом преобразования. Собственную частоту кремниевого резонатора определяют всего два параметра: масса и геометрические размеры резонансного элемента. Масса резонатора постоянна, геометрические размеры жестко фиксированы выбранной конструкцией. В конструкции резонатора не нужны электрические элементы (например, $p-n$ -переходы), параметры которых значительно зависят от температуры. Все это в совокупности обеспечивает стабильность механических характеристик резонатора в широком диапазоне давления и температуры.

Реализация достоинств кремниевых микромеханических резонаторов требует использования герметизированной камеры, в которой на протяжении всего срока работы резонатора поддерживается высокий вакуум (например, для преобразователя угловой скорости вакуум должен быть не хуже 10^{-2} Па в течение 10 лет). С этой целью в камере, в которой находится резонатор, помещается газопоглощающий слой (геттер). Геттер активируется после герметизации и захватывает остатки технологических газов, создавая в камере устойчивый вакуум.

Первые резонансные преобразователи предусматривали большое число операций индивидуальной обработки, связанных с необходимостью откачки, герметизации камеры и активацией геттера. Первым прошедшим коммерциализацию резонансным преобразователем был прецизионный преобразователь давления фирмы Druck [2, 3]. Чувствительный элемент преобразователя представляет собой кремниевый резонатор, помещенный в герметизированную камеру (рис. 1). Возбуждение и считывание колебаний осуществляется электростатическим способом с помощью электродов, расположенных на кремниевом основании, к которому резонатор присоединен стеклоприпоем. К основанию также присоединена стеклянная трубка, используемая для герметизации преобразователя, осуществляемой путем запаивания после достижения установленного уровня вакуума в герметизированной камере. Несмотря на относительно простую конструкцию и технологию изготовления достигнуты высокие параметры преобразователя. Последние модели имеют точность преобразования сигнала не хуже 0,02 % от диапазона измерения и стабильность характеристик не хуже 100 ppm в год в температурном диапазоне от -20 до $+60$ °С, что позволяет использовать преобразователи в приборах калибровки систем измерения давления [4].

В конце 80-х годов японская компания Yokogawa реализовала принципиально новый резонансный

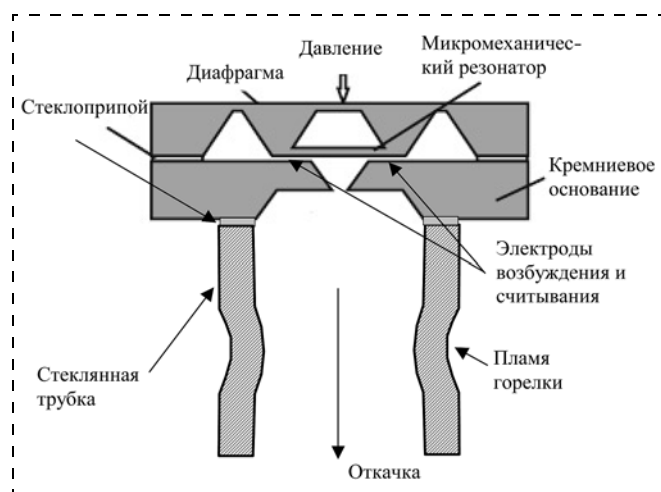


Рис. 1. Конструкция резонансного преобразователя давления фирмы Druck

преобразователь, названный DPHarp (Differential Pressure High Accuracy Resonant Pressure sensor) [5–7]. В преобразователе в качестве упругого элемента используется кремниевая диафрагма, на которой расположены два двухконтурных резонатора. Возбуждение колебаний и преобразование частоты механических колебаний в электрический сигнал происходит путем помещения резонаторов в постоянное магнитное поле и пропускания переменного электрического тока. Собственная частота ненагруженного резонатора составляет 90 кГц. Конструкция кристалла резонансного преобразователя давления представлена на рис. 2. Электронный снимок скола резонатора приведен на рис. 3. Технология изготовления преобразователя основана на использовании последовательности процессов селективной эпитаксии и травления кремния [5–7]. В результате технологической обработки резонатор и герметизированная камера становятся частью пластины, что обеспечивает согласование ТКР подвижных и неподвижных частей резонатора и минимальные механические напряжения в структуре. В данной конструкции геттер не используется; высокий вакуум в герметизированной камере достигается с помощью высокотемпературного отжига.

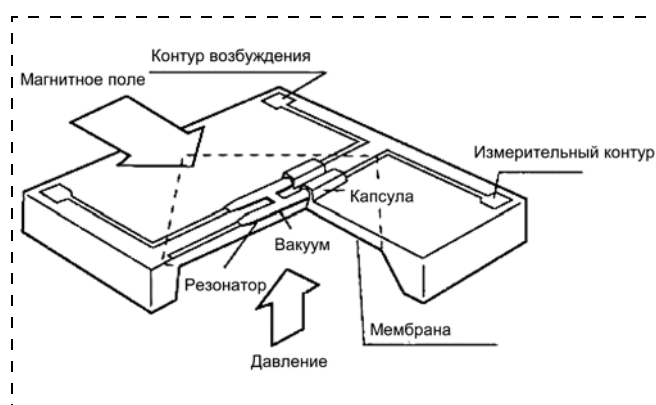


Рис. 2. Конструкция кристалла кремниевых резонансных преобразователей давления

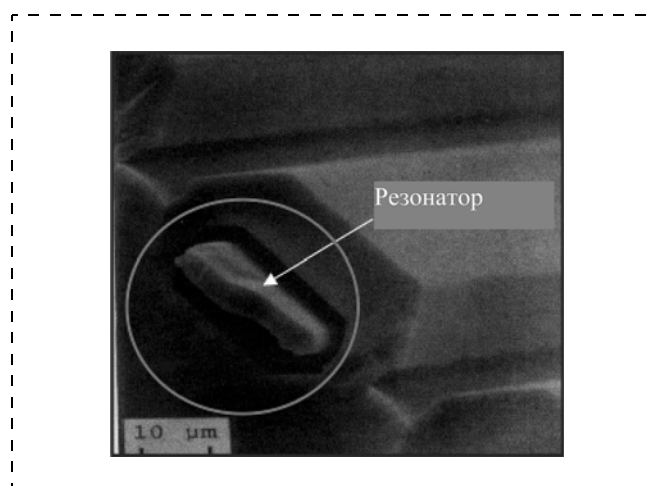


Рис. 3. Снимок скола кремниевых резонаторов

Параметры резонансного преобразователя DPHar также очень высоки. Точность преобразования сигнала составляет не хуже 0,04 % от верхнего предела измерения, а стабильность характеристик не хуже 0,1 % в 10 лет от верхнего предела измерения в температурном диапазоне от -50 до $+80$ °C [5].

Разработка фирмы Yokogawa показала, что изготовление высокочастотных кремниевых резонаторов групповым способом, т. е. в составе пластины, является очень перспективным, так как позволяет обеспечить хорошую воспроизводимость механических параметров и низкую стоимость изготовления. В последнее время разработан ряд технологий, использующих этот подход [3, 8–10]. В такой технологии на пластине формируются все необходимые элементы резонансного преобразователя: герметизированная камера, резонаторы, а также геттер. Пластина разделяется на кристаллы в самом конце технологического маршрута.

В качестве примера такой технологии можно привести технологию изготовления МЭМС-гироскопов серии VSG фирмы Silicon Sensing [3] (рис. 4, см. четвертую сторону обложки). Чувствительный элемент МЭМС-гироскопа представляет собой кольцевой резонатор, колебания в котором возбуждаются за счет подачи переменного напряжения на подвижную и неподвижную обкладки. Резонатор сформирован из кремниевой пластины и размещен в герметизированной камере, образованной углублениями в верхнем и нижнем стекле. Стекля соединены с кремниевой рамкой резонатора с помощью анодной сварки. Геттер размещен в углублении нижнего стекла. Считывание полезного сигнала осуществляется с неподвижных обкладок, расположенных по периметру кольцевого резонатора.

МЭМС-гироскопы серии VSG используются в целом ряде продуктов компании Silicon Sensing и обеспечивает решение задач навигации и стабилизации движущихся объектов [3]. В частности, гироскопы Silicon Sensing применяются в известном электросамокате Segway.

В технологии изготовления МЭМС-гироскопа серии VSG максимально использованы возможности групповой обработки пластин, предоставляемые традиционной кремниевой технологией. Пластина и оба стекла проходят операции формирования структур резонатора без использования операций индивидуальной обработки, которые могли бы существенно увеличить стоимость изготовления МЭМС-гироскопа. Индивидуальная обработка начинается только после разделения трехслойной пластины на кристаллы. Это позволяет поставить знак равенства между кристаллом МЭМС-гироскопа и кристаллом интегральной схемы и, таким образом, применять для обработки кристалла МЭМС-гироскопа все процессы, используемые при изготовлении интегральных схем.

Развитие технологий микрообработки кремния в микроэлектронике указывает на то, что потребность

в прецизионных преобразователях физических величин со временем будет только расти. Это делает работу в области высокочастотных микромеханических кремниевых резонаторов особенно актуальными.

Технология формирования высокочастотных кремниевых резонаторов на КНИ-пластинах

В последнее десятилетие КНИ-пластины стали доступным материалом для разработки и изготовления МЭМС-преобразователей. Структура КНИ-пластины включает рабочий слой толщиной от 10–100 мкм, диэлектрический слой толщиной 5–10 мкм и подложку толщиной 300–400 мкм. Основное достоинство КНИ-пластин заключается в возможности формирования в рабочем слое изолированных островков монокристаллического кремния, из-под которых потом диэлектрический (жертвенный) слой может быть частично или полностью удален. При этом путем подбора геометрических размеров элементов и времени травления жертвенного слоя могут быть сформированы жестко закрепленные, изолированные от подложки и механически подвижные элементы.

Достоинство разработанной технологии заключается в использовании для формирования герметизированной капсулы с геттером только одного процесса анодной сварки и только одного стекла, обработка которого ограничивается формированием углублений для геттера. Обработка КНИ-пластины и стекла ведется групповым способом, анодное соединение проводится на заключительном этапе обработки. При формировании подвижных микроэлементов в КНИ-пластине используются процессы анизотропного плазмохимического и жидкостного химического травления.

Основные этапы изготовления кремниевого микромеханического резонатора приведены на рис. 5. На первом этапе в кремниевой подложке с помощью жидкостного анизотропного травления (АЖХТ) формируются отверстия, доходящие до рабочего слоя КНИ-пластины (рис. 5, а). Данные отверстия предназначены для формирования контактов к структуре резонатора. Далее с помощью анизотропного плазмохимического травления (АПХТ) на лицевой стороне пластины формируется структура микромеханического резонатора (рис. 5, б). При этом на месте отверстий в кремниевой пластине формируются площадки большего размера по сравнению со структурой резонатора, которые одновременно служат креплениями подвижной структуры. Затем проводится жидкостное травление жертвенного слоя (рис. 5, в). На заключительном этапе изготовления проводится соединение КНИ-пластины, содержащей подвижные структуры резонатора, со стеклом, на поверхности которого предварительно были сформированы углубления. Соединение КНИ-пластины и стекла проводится с помощью анодной сварки.

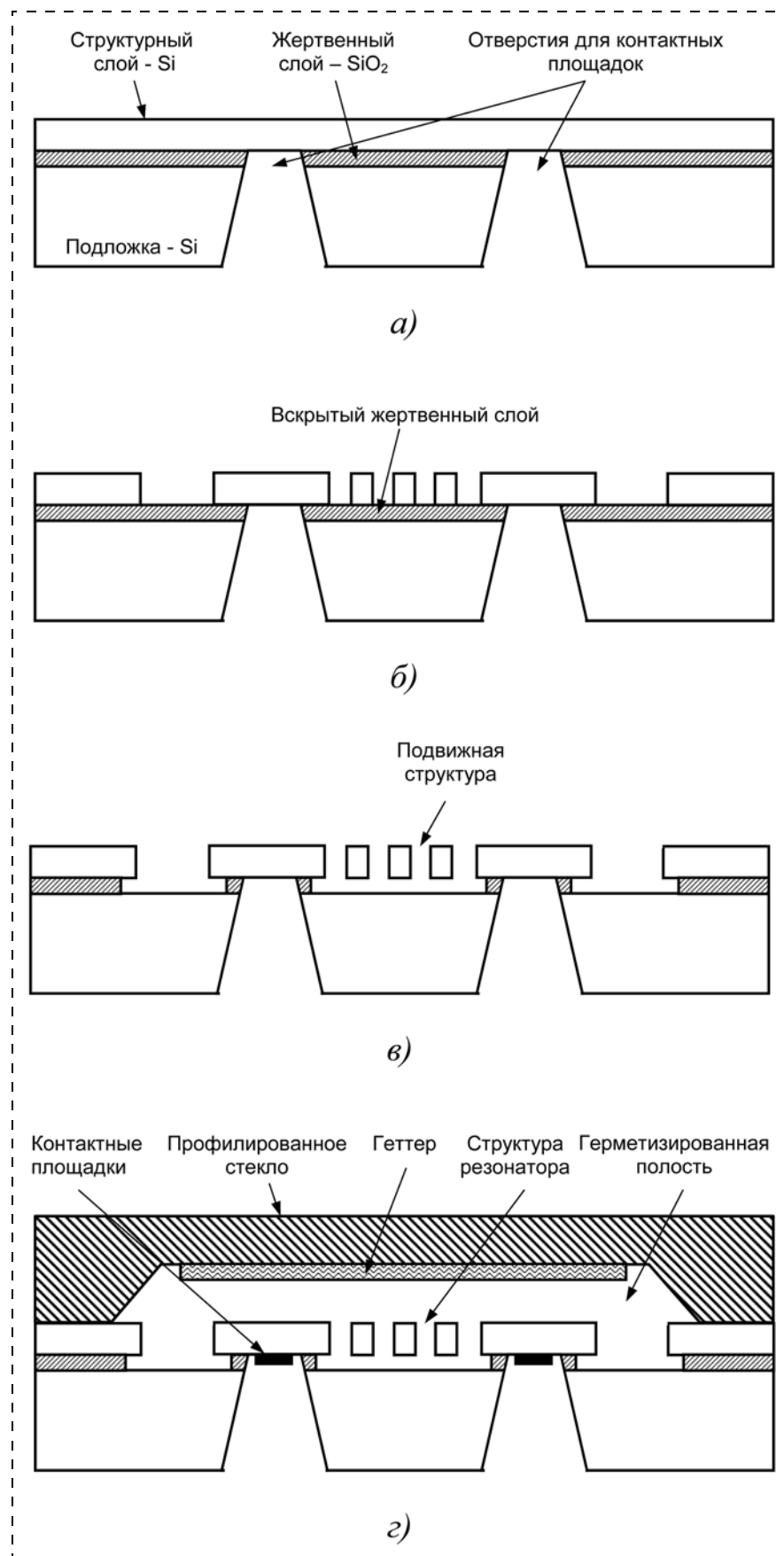


Рис. 5. Основные этапы изготовления интегрального высокочастотного кремниевого микромеханического резонатора:

а — формирование отверстий с помощью АЖХТ кремния; *б* — формирование рисунка структуры с помощью АПХТ кремния; *в* — удаление жертвенного слоя; *г* — соединение пластины с профилированным стеклом

Расчет параметров микромеханического резонатора

Для оценки конструктивных параметров микромеханического резонатора была использована тестовая структура чувствительного элемента МЭМС-акселерометра, разработка которого описана в статье [11]. Площадь и емкость обкладок и инерционная масса были рассчитаны с использованием соотношений для плоскопараллельного конденсатора. Для расчета напряжения притягивания был проведен расчет коэффициента упругости кремниевого микромеханического подвеса.

Выбор геометрии упругого подвеса во многом определяется ограничениями технологических процессов. Для получения высокой чувствительности и небольших размеров подвеса необходимо уменьшать его ширину, однако это может привести к тому, что на характеристики подвеса существенное влияние начинают оказывать отклонения технологических процессов. Увеличение ширины подвеса приводит к необходимости увеличения его длины, т. е. занимаемой площади, что увеличивает размер кристалла. Компромиссным решением в данном случае может быть складчатый подвес.

Для расчета коэффициента жесткости складчатого подвеса можно использовать метод конечно-элементного моделирования с помощью программы ANSYS. Нами была создана конечно-элементная модель складчатого подвеса, описывающая упругий элемент, к которому прикреплена инерционная масса. Разбиение проводилось элементом Solid45, предназначенным для решения задач упругих деформаций. Модель подвеса и сетка конечных элементов приведена на рис. 6. Поскольку короткие сегменты подвеса являются областями наибольших деформаций, размер элементов сетки в них был уменьшен. К области, обозначенной на рисунке как фиксированный конец, было задано граничное условие, запрещающее любые перемещения, а на другом конце подвеса было задано другое граничное усло-

вие, запрещающее перемещения вдоль оси X , и сосредоточенная силовая нагрузка по оси Y . Результаты расчета деформации подвеса приведены на рис. 6. Силовое воздействие было равно 10 мкН, перемещение конца упругого элемента составило 0,6 мкм. На основании этих данных был вычислен коэффициент упругости подвеса.

Собственная частота резонатора рассчитывалась по следующей формуле:

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{M}}, \quad (1)$$

где k — коэффициент упругости подвеса, Н/м; M — масса подвижного элемента, кг.

Основные геометрические и расчетные параметры изготовленного МЭМС-акселерометра приведены в таблице. В таблице также приводится расчетное значение напряжения притягивания, т. е. напряжения, при котором подвижная обкладка притягивается

Основные расчетные параметры тестовой структуры резонатора

Параметр	Значение
Толщина рабочего слоя (высота структуры резонатора), мкм	30
Воздушный зазор между зубьями, мкм	3,0
Масса подвижного элемента, кг	$1,6 \cdot 10^{-8}$
Площадь обкладки, м ²	$2,3 \cdot 10^{-7}$
Емкость обкладки, пФ	0,58
Коэффициент упругости подвеса, Н/кг	64
Собственная частота, кГц	9,9
Напряжение притягивания, В	20

к неподвижной. Напряжение притягивания рассчитывалось по следующей формуле:

$$V_p = \sqrt{\frac{8d^3k}{27\epsilon_0 S}}, \quad (2)$$

где S — площадь обкладки, м²; ϵ_0 — диэлектрическая проницаемость вакуума, $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-14}$ Ф/м.

Изготовление микромеханического кремниевого резонатора

Удаление жертвенного слоя и формирование подвижных структур является одной из ключевых операций технологического маршрута изготовления микромеханического кремниевого резонатора. Отличительная особенность удаления жертвенного слоя на КНИ-пластинах состоит в том, что толщина этого слоя сравнима с размером окон травления (около 10 мкм). В результате травление принимает трехмерный характер, что усложняет контроль удаления жертвенного слоя.

В целях контроля удаления жертвенного слоя из-под микромеханической структуры были проведены исследования изготовленных структур с помощью инфракрасного микроскопа Vistec INM 100 IR. Удаление жертвенного слоя из-под структуры проводили в растворе концентрированной плавиковой кислоты, время травления составило от 1 мин до 1 мин 45 с. После удаления жертвенного слоя проводили тестирование структур на подвижность.

На рис. 7 приведена фотография структуры резонатора после травления жертвенного слоя, сделанная с помощью инфракрасного микроскопа. Как можно видеть, разделительный слой КНИ-пластины удаляется неравномерно, в результате чего граница жертвенного слоя представляет собой волнистую линию, повторяющую контуры структуры резонатора. Это позволяет высказать предположение о низкой плотности разделительного слоя КНИ-пластины.

Технологический процесс изготовления структуры высокочастотного резонатора, приведенный на рис. 5, включает соединение пластины со стеклом. Соединение осуществляется с помощью анодной сварки, которая обеспечивает прочный механический контакт стекла и кремния. До соединения в

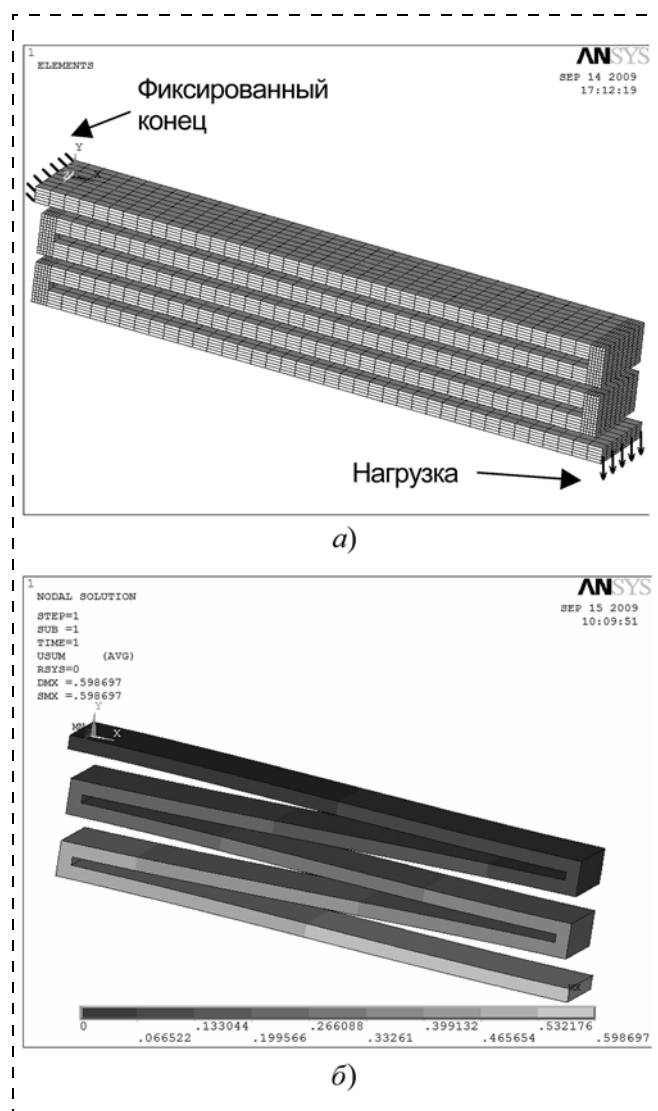


Рис. 6. Модель упругого подвеса (а) и результат расчета деформации под нагрузкой (б)

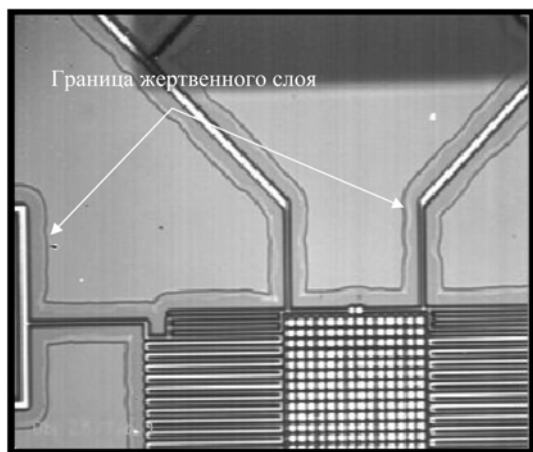


Рис. 7. Фотография резонатора, сделанная с помощью инфракрасного микроскопа, после удаления жертвенного слоя

стекле должны быть сформированы углубления. Углубления предназначены для обеспечения подвижности структуры резонатора и для геттера.

В качестве материала использовали стекло ЛК-5 толщиной 1 мм и диаметром 100 мм. Травление стекла проводили в концентрированном растворе плавиковой кислоты, скорость травления стекла составила около 5 мкм/мин.

Фотографии формы и профиля углублений, вытравленных в стекле, приведены на рис. 8 (см. четвертую сторону обложки). Несмотря на большой размер отверстий в маске, составляющий 700 мкм, травление стекла имеет анизотропный характер. Характерное отношение глубины к ширине отверстия составило около 1 : 4. В качестве причины можно указать большой объем удаляемого материала, который затрудняет доступ травителя ко дну углубления. Тем не менее, форма получаемого углубления приемлема для создания герметизированной камеры, в которой будет размещена структура резонатора и геттер.

Процесс анодной сварки проводили при температуре 425 °С и давлении 7...9 мПа ($5...7 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.). Вид структуры резонатора в герметизированной капсуле приведен на рис. 9 (см. четвертую сторону обложки). После анодного соединения формировались контактные площадки на обратной стороне пластины из слоя алюминия. На заключительном этапе проводилось разделение двухслойной пластины на кристаллы.

Исследование структур резонатора

Изготовленные кристаллы резонатора исследовали в целях определения целостности структуры резонатора после операций удаления жертвенного слоя и анодной сварки. Для этого измеряли сопротивление между контактными площадками резонатора с помощью зондового манипулятора Karl Suss SOM4 и прибора наблюдения характеристик транзисторов Л2-56. Результаты измерений показали, что сопротивление подвеса имеет значение 1,8...1,95 кОм.

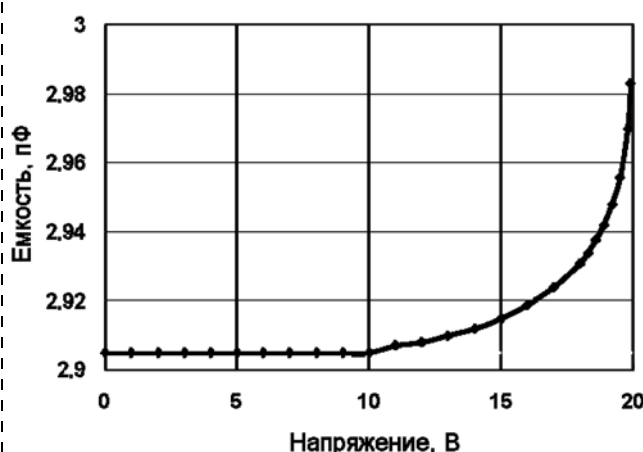


Рис. 10. Зависимость емкости резонатора от напряжения между обкладками

Также измеряли емкость между подвижным и неподвижным обкладками в зависимости от приложенного напряжения. Для этого кристаллы резонатора были собраны в металлокерамический корпус 4131.24-3.01Н. Измерения проводили с помощью измерителя импеданса Е7-12, имеющего встроенный генератор постоянного напряжения. Зависимость емкости от напряжения приведена на рис. 10. Как можно видеть из рисунка, зависимость имеет вид, характерный для МЭМС-конденсатора. При небольшом напряжении смещение подвижной обкладки незначительно, и емкость между обкладками практически не меняется. При увеличении напряжения обкладки начинают сближаться и емкость увеличивается. Наибольшее увеличение емкости происходит вблизи напряжения прилипания, которое в результате измерений составило около 19,9 В, что хорошо согласуется с расчетным значением 20 В (см. таблицу).

На основе проведенных исследований можно сделать вывод, что разработанная технология позволяет формировать микромеханические кремниевые резонаторы в герметизированной камере и геттер. Изготовленные резонаторы сохраняют структурную целостность и механическую подвижность.

Заключение

В статье описана разработка технологии изготовления высокочастотных кремниевых резонаторов с использованием КНИ-пластин. К достоинствам разработанной технологии можно отнести необходимость только одного процесса анодной посадки и только одного стекла, обработка которого ограничивается формированием углублений для геттера. Обработка КНИ-пластины и стекла ведется групповым способом, анодная сварка проводится на заключительном этапе обработки.

В качестве резонатора выбрана структура МЭМС-акселерометра в виде встречно-штыревого конденсатора. Структура резонатора сформирована с помощью

анизотропного плазмохимического травления кремния и жидкостного травления жертвенного слоя. Углубления в стекле сформированы с помощью травления в концентрированном растворе HF.

Проведено исследование изготовленных кристаллов на структурную целостность и механическую подвижность. Показано, что значения основных электрофизических параметров структур резонаторов (сопротивление подвесов, напряжение притягивания) соответствуют расчетным.

Результаты работы представляют хорошую перспективу для дальнейших исследований и прикладных разработок.

Список литературы

1. Beeby S. P., Ensell G., Baker B. R., Tudor M. J., White N. M. Micromachined Silicon Resonant Strain Gauges Fabricated Using SOI Wafer Technology // IEEE Journal of Microelectromechanical Systems. 2000. Vol. 9. N 1. P. 104–111.
2. Greenwood J. C. Etched Silicon Vibrating Sensor // J. Phys. E. Sci. Instrum. 1984. Vol. 17. P. 650–652.
3. URL: <http://www.siliconsensing.com>.

4. URL: <http://www.druck.com>.
5. US patent 6,082,199. <http://www.yokogawa.ru>.
6. Harada K. et al. A Various Applications of Resonant Pressure Sensor Chip Based on 3-D Micromachining // Sensors and Actuators. 1999. Vol. A73. P. 261–266.
7. Ikeda K. et al. Silicon Pressure Sensor Integrates Resonant Strain Gauge on Diaphragm // Sensors and Actuators. 1990. Vol. A21–23. P. 146–150.
8. Moon C. L., Seok J. K., Kyu J. D., Sung-Hoon C. and Yong C. C. A high yield rate MEMS gyroscope with a packaged SiOG process // Journal of Micromechanical Microengineering. 2005. Vol. 15. P. 2003–2010.
9. Woon-Tahk S., Sangkyung S., June-Young L., Taesam K., Young J. L. and Jang G. L. Development of a lateral velocity-controlled MEMS vibratory gyroscope and its performance test // Journal of Micromechanical Microengineering. 2008. Vol. 18.
10. Nakash R., Dual J., Blunier S., Hägeli M., Marti U. A Novel 3-D MEMS Gyroscope // International Conference & Exhibition on Micro Electro, Opto, Mechanical Systems and Components Micro Systems Technologies 2003. München. Oct. 7–8. 2003. P. 342–349.
11. Годовицын И. В., Сайкин Д. А., Федоров Р. А., Амеличев В. В., Мальцев П. П. Расчет параметров тестовой структуры МЭМС-акселерометра, изготовленного с использованием КНИ-пластин // Нано- и микросистемная техника. 2009. № 12. С. 39–45.

УДК 537.81; 53.082

Ю. К. Фетисов¹, д-р физ.-мат. наук, проф., декан,
Д. В. Чашин¹, вед. инженер,
С. В. Лебедев², канд. физ.-мат. наук, ст. науч.
сотр., зав. лаб.,
А. Г. Сегала³, канд. физ.-мат. наук, зам.
директора,
А. Г. Итальянцев³, д-р физ.-мат. наук, зав. отд.,
Е. С. Горнев³, д-р физ.-мат. наук, проф., зам.
директора,

¹ Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики (технический университет)

² Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ"

³ ОАО "Научно-исследовательский институт "Элпа", e-mail: fetisov@mirea.ru

ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ДАТЧИК МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА ОСНОВЕ ПЛАНАРНОЙ БИМОРФНОЙ СТРУКТУРЫ С ТОКОМ

Поступила в редакцию 19.11.10

Описан пьезоэлектрический датчик постоянных магнитных полей в виде планарной биморфной структуры из цирконата-титаната свинца с дополнительным токовым проводником. Принцип работы датчика основан на комбинации силы Ампера и пьезоэффекта. Чувствительность датчика на частоте резонанса изгибных колебаний структуры составляет 10 В/(А·кЭ), а напряженность минимального регистрируемого поля – 0,1 Э.

Ключевые слова: датчик магнитного поля, биморфная структура, пьезоэлектрик, цирконат-титанат свинца

Введение

Принцип действия пьезоэлектрических датчиков магнитного поля основан на комбинации силы Ампера, действующей со стороны магнитного поля на проводник с током, и пьезоэффекта в пьезоэлектрике. Сила Ампера посредством механического контакта передается от проводника к пьезоэлементу и в результате на электродах последнего генерируется напряжение, пропорциональное полю. Сила Ампера $F_A \sim IH$ линейно зависит от H в широком диапазоне полей и ее значение можно изменять, контролируя ток I , что обеспечивает линейность характеристик и возможность управления чувствительностью датчиков. Для устранения нестабильностей в пьезоэлектриках, возникающих вследствие утечки зарядов, обычно используют переменный ток и регистрируют амплитуду напряжения u с пьезоэлемента.

Первые исследования показали, что чувствительность пьезодатчиков существенно зависит от геометрии и параметров пьезоэлемента, а также от взаимной ориентации направлений тока и поля. Датчик в форме диска из цирконата-титаната свинца (PZT) с электродами на плоскостях и токовым проводником на образующей диска имел чувствительность $u/IH \sim 3,3 \text{ мВ}/(\text{А} \cdot \text{кЭ})$ [1]. Датчик в виде пластины из монокристалла магнионитрата-титаната свинца (PMN-PT) с электродами на плоскостях пластины, по которым одновременно пропускали ток, проде-

монстрировал чувствительность $\sim 6,4$ мВ/(А · кЭ) [2]. Аналогичный датчик на монокристаллической PMN-РТ-пластине с двумя дополнительными токовыми проводниками, приклеенными к торцам пластины, имел чувствительность ~ 23 мВ/(А · кЭ) [3].

В работе [4] описан датчик магнитного поля в форме радиально поляризованного PZT-кольца с электродами на внутренней и внешней образующих кольца. Один из электродов был разрезан и использовался одновременно как токовый проводник. В резонансном режиме, за счет выбора частоты тока, равной частоте радиальных колебаний кольца, удалось увеличить чувствительность датчика на порядок — до ~ 200 мВ/(А · кЭ).

В данной работе предложен и исследован пьезоэлектрический датчик магнитного поля на основе планарной биморфной PZT-структуры, возбуждаемой гармоническим током на резонансной частоте. Применение биморфной структуры в режиме резонанса изгибных колебаний позволяет еще на два порядка, по сравнению с датчиком на кольце, увеличить чувствительность и снизить напряженность минимального регистрируемого поля. Использование изгибных колебаний пьезоэлемента вместо планарных дает возможность снизить рабочую частоту датчика при тех же размерах либо уменьшить размеры датчика при сохранении частоты.

Конструкция и принцип работы датчика

Конструкция предлагаемого датчика схематически изображена на рис. 1, а (см. третью сторону обложки). Датчик представляет собой биморфную структуру, содержащую два механически связанных пьезоэлектрических слоя и электроды. Один электрод расположен между слоями, а два — на внешних поверхностях структуры. Длина структуры вдоль оси x равна $2L$, ширина вдоль оси z равна a , толщина каждого слоя вдоль оси y равна $h/2$. Структура жестко закреплена в центре при $x = L$. Слои пьезоэлектрика поляризованы перпендикулярно плоскости структуры навстречу друг другу. Измеряемое постоянное магнитное поле H приложено параллельно плоскости структуры вдоль оси z . Работает датчик следующим образом. По среднему электроду структуры пропускают переменный электрический ток $I \cos(2\pi f t)$ с амплитудой I и частотой f . На электрод с током со стороны поля действует распределенная сила Ампера F_A , направленная вдоль оси y . Эта сила вызывает изгиб структуры и генерацию (вследствие пьезоэффекта) переменного электрического напряжения $u \cos(2\pi f t)$ между внешними электродами.

В измерениях использовали монолитную биморфную структуру (рис. 1, б, см. третью сторону обложки), изготовленную методами керамической пленочной технологии из пьезокерамики состава ЦТС-46 с параметрами: температура спекания 950°C , пьезомодуль $d_{31} = 190 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н, диэлектрическая

проницаемость $\epsilon = 2000$. Размеры слоев структуры составляли $2L = 28$ мм, $a = 2$ мм, $h/2 = 0,1$ мм. Толщина Pd—Ag электродов равнялась ~ 3 мкм. Слои ЦТС поляризовали путем нагрева до $\sim 100^\circ\text{C}$, приложения к электродам напряжения 200 В и охлаждения до комнатной температуры. Структура была жестко закреплена методом пайки в середине на массивном немагнитном основании. По среднему электроду структуры пропускали ток с амплитудой до $I = 120$ мА и частотой в диапазоне $f = 10$ Гц...200 кГц от внешнего генератора. Магнитное поле напряженностью $H = 0...9$ кЭ создавали с помощью электромагнита. Генерируемое структурой напряжение снимали с внешних электродов и регистрировали осциллографом с входным сопротивлением 1 МОм.

Экспериментальные результаты

На рис. 2 показана измеренная зависимость амплитуды генерируемого структурой напряжения u от частоты тока f , текущего по среднему электроду, при значениях поля $H = 1$ кЭ и тока $I = 24$ мА. Вблизи частоты $f_1 = 469$ Гц виден пик с амплитудой $u_1(f_1) = 0,23$ В и добротностью $Q_1(f_1) = 43$. Пик напряжения возникает, как будет показано ниже, вследствие резонансного возбуждения моды изгибных колебаний, имеющей узел в точке крепления в центре структуры. Наличие "пьедестала" вблизи резонансной частоты обусловлено, по-видимому, неоднородностью структуры или смещением точки крепления относительно центра.

На рис. 3 показана зависимость напряжения u_1 , генерируемого структурой на частоте f_1 , и самой резонансной частоты f_1 от поля H при амплитуде тока через электрод $I = 24$ мА. Видно, что в диапазоне полей $H < 1$ кЭ напряжение u_1 растет линейно с H , а частота остается примерно постоянной $f_1 \approx 470$ Гц.

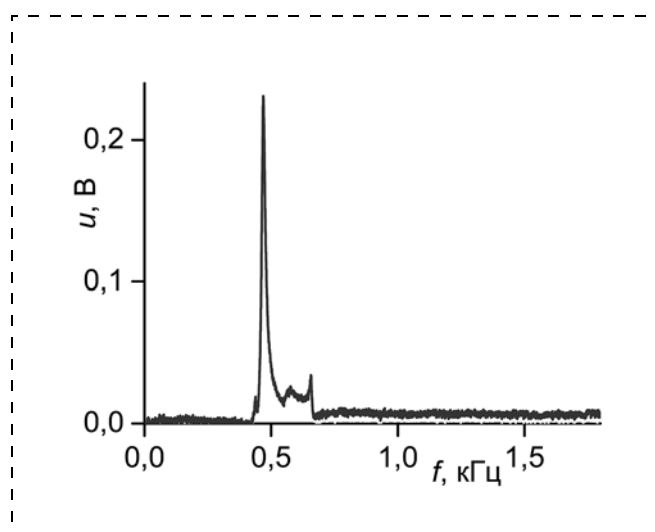


Рис. 2. Зависимость напряжения u , генерируемого биморфной структурой, от частоты тока f при $H = 1$ кЭ и $I = 24$ мА

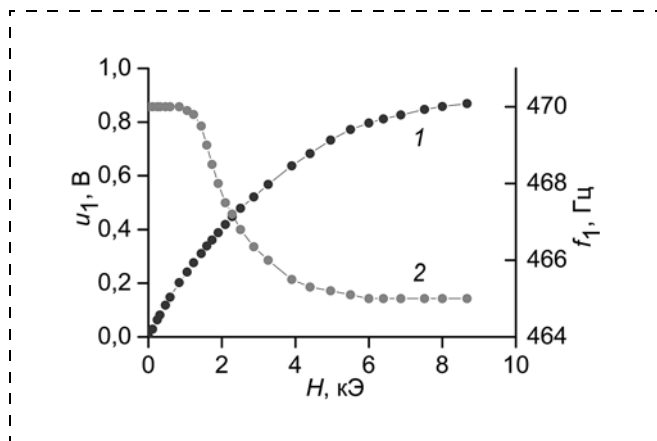


Рис. 3. Зависимости напряжения u_1 (1), генерируемого структурой на частоте f_1 , и частоты (2) f_1 от магнитного поля H

При дальнейшем увеличении поля до 9 кЭ зависимость $u_1(H)$ становится нелинейной, а резонансная частота уменьшается до ~465 Гц, т. е. на ~1 %. Такое поведение кривых, в отличие от аналогичных линейных зависимостей для датчика на пьезоэлектрическом кольце [4], обусловлено нелинейностью изгибных колебаний структуры с малой жесткостью при сравнительно небольших амплитудах.

На рис. 4 показана зависимость напряжения u_1 , генерируемого структурой на резонансной частоте, от тока через электрод при постоянном поле $H = 1$ кЭ. В этом случае зависимость примерно линейна тоже только на начальном участке при $I < 20$ мА. В области больших токов наклон зависимости $u_1(I)$ уменьшался и, кроме того, наблюдалось уменьшение резонансной частоты f_1 , аналогично данным рис. 3.

Чувствительность датчика на основе биморфной PZT-структуры, рассчитанная по наклону линейных участков кривых на рис. 3 и 4, равна $u_1(IH) \approx 10$ мВ/(А · кЭ). Полученное значение почти на два порядка превосходит чувствительность датчика на PZT-кольце [4]. Дифференциальная чувствительность описанного датчика уменьшалась от

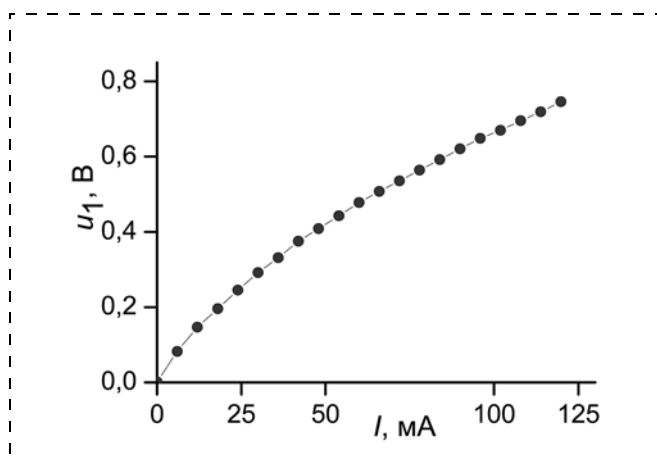


Рис. 4. Зависимость напряжения u_1 , генерируемого структурой на частоте f_1 , от тока I при $H = 1$ кЭ

$\delta u_1/\delta(IH) = 10$ мВ/(А · кЭ) до ~1,0 мВ/(А · кЭ) при увеличении поля H от нуля до 9 кЭ.

Расчет характеристик датчика

Частоты изгибных колебаний структуры длиной $2L$, закрепленной в центре (см рис. 1, а на третьей стороне обложки), совпадают с частотами изгибных колебаний балки длиной L , закрепленной на одном конце и свободной на другом. Для оценки частоты низшей моды используем формулу для частот малых изгибных колебаний консоли прямоугольного сечения [5]:

$$f = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\alpha_1}{L} \right)^2 \sqrt{\frac{YJ}{\gamma A}} = \frac{\alpha_1^2}{4\pi\sqrt{3}} \frac{h}{L^2} \sqrt{\frac{Y}{\gamma}}, \quad (1)$$

где Y и γ — модуль Юнга и плотность материала консоли; $J = ah^3/12$ — момент инерции поперечного сечения относительно нейтральной оси; $A = ah$ — площадь поперечного сечения консоли; L, a, h — длина, ширина и толщина консоли соответственно; $\alpha_1 = 1,875$ — коэффициент для низшей моды изгибных колебаний. Подставив в формулу (1) параметры ЦТС-46 ($Y = 7 \cdot 10^{10}$ Н/м², $\gamma = 7,7 \cdot 10^3$ кг/м³) и размеры структуры, получаем частоту $f_1 = 497$ Гц, хорошо совпадающую с измеренной.

Амплитуду сигнала u найдем, рассмотрев неоднородное распределение механических напряжений T при изгибе структуры и связь механических напряжений с электрическим полем E в слоях пьезоэлектрика.

При воздействии на структуру поперечной силы с линейной плотностью F_1 в ней возникают касательные механические напряжения, распределение которых неоднородно по длине и толщине структуры и дается формулой [5]

$$T_x(x, y) = \frac{F_1}{2J} x^2 y. \quad (2)$$

Механические напряжения равны нулю на свободных концах структуры, квадратично растут при приближении к точке крепления в центре ($x = L$) и обращаются в нуль в центральной плоскости ($y = 0$) структуры. При изгибе биморфной структуры, у которой средний электрод расположен в центральной плоскости, один слой пьезоэлектрика растягивается ($T_x > 0$), а другой — сжимается ($T_x < 0$), поэтому выбранная поляризация слоев в противоположных направлениях приводит к сложению генерируемых слоями сигналов.

В слое пьезоэлектрика компоненты электрической индукции D и деформации S связаны с компонентами механического напряжения T и электрического поля E [6]:

$$D_y = d_{31}T_x + \epsilon\epsilon_0 E_y; \quad (3)$$

$$S_x = s_{xx}T_x + d_{31}E_y,$$

где d_{31} и s_{xx} — пьезоэлектрический модуль и податливость пьезоэлектрика; ϵ — диэлектрическая проницаемость; $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м — электрическая постоянная.

Для разомкнутой цепи ($D = 0$) из уравнений (3) получаем неоднородное распределение поля E в структуре:

$$E_y(x, y) = -d_{31} T_x(x, y) / \epsilon_0 \epsilon. \quad (4)$$

Используя выражение для линейной плотности силы Ампера $F_{A1} = I \mu_0 H$ (где $\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$ Гн/м — магнитная постоянная), действующей на средний электрод с током, и учитывая встречные направления поляризации слоев, после интегрирования выражения (4) по объему структуры находим связанный заряд на внешних поверхностях слоев:

$$q = \frac{d_{31} h L^3 I \mu_0 H}{12 J}. \quad (5)$$

Поскольку поверхности структуры металлизированы, то постоянство потенциала приведет к перераспределению зарядов в электродах и между ними установится разность потенциалов, которую можно оценить как $u = q/C$, где $C = \epsilon \epsilon_0 a^2 L/h$ — емкость структуры.

Окончательно, учитывая увеличение деформаций в Q (добротность) раз на частоте резонанса f_1 , получаем выражение для амплитуды электрического напряжения, генерируемого биморфной структурой с током в магнитном поле:

$$u_1 = Q \frac{d_{31} \mu_0 L^2}{2 \epsilon \epsilon_0 a h} I H. \quad (6)$$

Оценка с использованием выражения (6) соответствующих эксперименту параметров структуры, измеренной добротности $Q = 43$, $I = 24$ мА и $H = 1$ кЭ дает амплитуду генерируемого напряжения $u_1 \approx 0,27$ В, хорошо согласующуюся с измеренной.

Обсуждение результатов

Чувствительность биморфного пьезодатчика $u_1/(IH)$, как следует из выражения (6), можно изменять в широких пределах, подбирая электрические и механические параметры пьезоэлектрика и размеры структуры. Длинные и тонкие структуры с малой изгибной жесткостью обеспечивают высокую чувствительность на низкой резонансной частоте. С уменьшением длины и увеличением толщины слоев чувствительность датчика падает, при этом зависимости выходного напряжения от поля и тока должны становиться более линейными.

Минимальная напряженность поля, регистрируемого биморфным пьезодатчиком, определяется ам-

плитудой электромагнитной наводки при $H = 0$ и шумами пьезоструктуры, возникающими из-за изменения температуры, вибрации и т. д. Описанный датчик вследствие симметричного расположения токового проводника относительно электродов структуры имеет на порядок меньший уровень наводки, чем датчик на основе пьезоэлектрического кольца [4]. Особенностью биморфного датчика с встречной поляризацией слоев является также эффективная компенсация электрических сигналов, возникающих вследствие пирозффекта при изменении температуры или из-за плоскостных деформаций структуры. Эти обстоятельства снижают напряженность минимального измеряемого поля. Описанный выше датчик позволял в резонансном режиме надежно регистрировать постоянные магнитные поля вплоть до $H \sim 0,1$ Э.

Заключение

Таким образом, в работе предложен и исследован пьезоэлектрический датчик постоянных магнитных полей в виде планарной биморфной структуры из цирконата-титаната свинца с дополнительным токовым проводником. Принцип работы датчика основан на комбинации силы Ампера и пьезоэффекта. На частоте резонанса изгибных колебаний структуры достигнута чувствительность датчика 10 В/(А · кЭ) и напряженность минимального регистрируемого поля 0,1 Э. Построена теория, устанавливающая связь чувствительности датчика с его размерами и параметрами используемых материалов и хорошо описывающая данные измерений.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ (13G2531.0045) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант 09-02-12439).

Список литературы

1. Jia Y., Zhou D., Luo L. et al. Magnetoelectric effect from the direct coupling of the Lorentz force from a brass ring with transverse piezoelectricity in a lead zirconate titanate (PZT) disk // Appl. Phys. 2007. V. A89. P. 1025—1027.
2. Jia Y., Tang Y., Zyaj X., Luo H. Additional de magnetic field response of magnetostrictive/piezoelectric magnetoelectric laminates be Lorentz force effect // J. Appl. Phys. 2006. V. 100. P. 126102.
3. Leung C. M., Or S. W., Ho S. L. DC magnetic field sensor based on direct coupling of Lorentz force effect in aluminum strip with transverse piezoelectric effect in $0,7\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0,3\text{PbTiO}_3$ single-crystal plate // J. Appl. Phys. 2010. V. 107. P. 09E702.
4. Крыканов И. М., Коплик А. Б., Фетисов Ю. К., Чашин Д. В. Датчик постоянного магнитного поля на основе пьезоэлектрического кольца // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. Вып. 18. С. 19—25.
5. Тимошенко С. П. Колебания в инженерном деле. М.: Физматлит, 1959. 439 с. [Timoshenko S. Vibration problems in engineering. Toronto. D. Van Nostrand comp. Inc. 1955].
6. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Электродинамика сплошных сред. М.: Наука, 1982, 620 с.

В. П. Драгунов, д-р техн. наук, нач. отд.,
Д. И. Остертак, канд. техн. наук, ассистент,
 Новосибирский государственный технический университет,
 e-mail: drag@adm.nstu.ru, ostertak@ngs.ru

АРХИТЕКТУРА И АНАЛИЗ СХЕМ МЭМ РЕКУПЕРАТОРОВ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ЭНЕРГИИ

Поступила в редакцию 22.11.10

Проводится анализ и сравнение различных схем включения компонентов микроэлектромеханического (МЭМ) преобразователя энергии, позволяющего периодически восполнять энергию основного источника и, в результате, функционировать как МЭМ рекуператор электрической энергии. Приводятся аналитические выражения для оценки заряда, возвращаемого в основной источник.

Ключевые слова: извлечение энергии, восстановление энергии, микроэлектромеханический рекуператор энергии, электростатический преобразователь механической энергии в электрическую

Введение

Современные достижения микроэлектроники и технологии микроэлектромеханических систем привели к возможности создания беспроводных интеллектуальных сенсоров с очень низким энергопотреблением [1, 2]. Множество таких сенсоров и исполнительных устройств, объединенных посредством радиоканала, представляют собой так называемые беспроводные сенсорные сети (БСС), получающие все более широкое распространение [1]. В настоящее время потребность в БСС имеется в медицине, промышленности, системах охраны и безопасности, мониторинга окружающей среды, а также в других сферах человеческой деятельности.

Для функционирования элементов БСС необходимы надежные автономные источники питания. В настоящее время основными источниками энергии для беспроводных автономных устройств являются батареи и аккумуляторы, которые, как известно, имеют достаточно ограниченный срок службы.

Необходимо отметить, что при функционировании БСС ее элементы находятся в состоянии "ожидания" (очень низкого потребления энергии) до 99 % всего времени эксплуатации. При этом часто возникает ситуация, когда саморазряд батареи превышает потребление энергии элементом БСС. Например, для Li-Ion батарей саморазряд составляет 2–3 % в месяц, а для Ni-MH — даже до 30 %.

Наиболее подходящей альтернативой традиционным батареям и аккумуляторам представляются ис-

точники питания, позволяющие извлекать (получать) энергию из окружающей среды.

Анализ, однако, показывает, что полностью исключить использование традиционных источников питания во многих случаях пока невозможно. Во-первых, при получении и передаче данных беспроводным путем энергопотребление системы может быть выше энергии, извлекаемой из окружающей среды. Во-вторых, при временном отсутствии источника внешней энергии необходим некоторый буферный элемент для поддержания непрерывной работы системы. Поэтому наиболее оптимальным решением данной проблемы представляется сочетание устройства, преобразующего энергию окружающей среды в электрическую энергию (источник восполнения и сбережения энергии), и компактной перезаряжаемой батареи (основной источник) [1, 3, 4].

В окружающей среде существуют различные источники энергии: солнечный свет, электромагнитное излучение, температурные градиенты, потоки воздуха или жидкостей, механические колебания и т. д. Анализ показывает, что наиболее универсальным решением данного вопроса является использование электростатических (емкостных) микроэлектромеханических преобразователей (МЭМП) энергии механических колебаний в электрическую энергию, поскольку механические колебания доступны и широко распространены во многих сферах человеческой деятельности, а технология изготовления электростатических МЭМП полностью совместима с интегральной технологией.

В данной работе проводится сравнительный анализ четырех схем включения компонентов МЭМП энергии, позволяющих периодически восполнять энергию основного источника, и таким образом функционировать как МЭМ рекуператор электрической энергии, позволяющий существенно продлить срок службы основного источника и, соответственно, срок службы всей БСС.

Анализ МЭМ рекуператоров энергии

Для обеспечения периодической подзарядки основных источников элементов БСС необходимо, чтобы возвращаемый схемой рекуперации заряд превышал взятый от основного источника на начальном этапе преобразования. Таким образом, схема рекуператора должна обеспечивать рост заряда и возможность передачи его в основной источник.

Схемотехнически эти задачи можно решить с помощью индуктивного элемента и переменного конденсатора.

Принцип работы такого рекуператора поясним на следующем примере (рис. 1). Сначала, на первом этапе преобразования, индуктивный элемент подключают параллельно основному источнику V_0 (рис. 1, а). При этом в отсутствие потерь ток в ин-

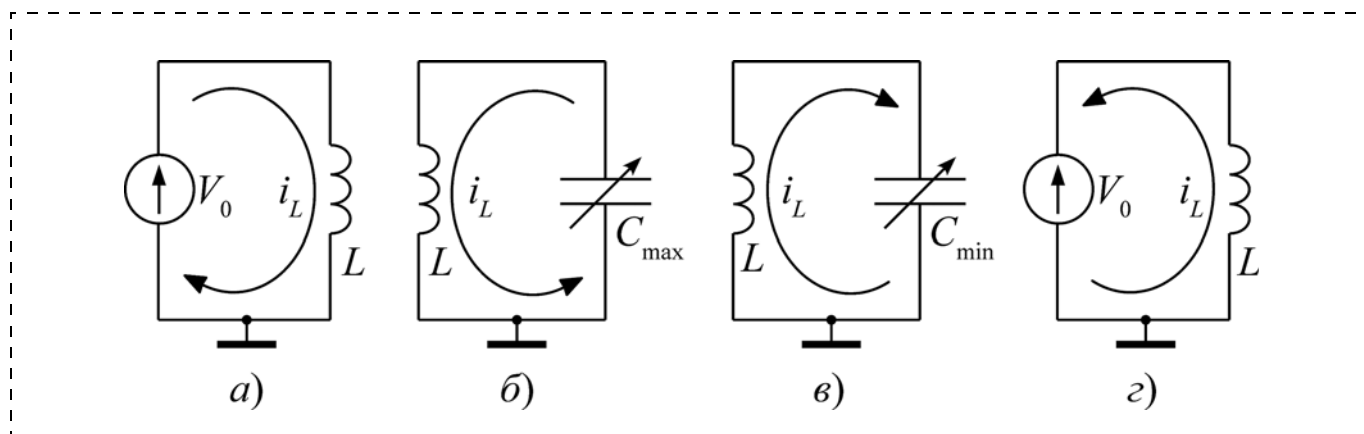


Рис. 1. Электрическая схема модельного рекуператора на разных этапах преобразования

дуктивным элементе (ток разряда источника) будет монотонно расти с постоянной скоростью. Если через промежуток времени $t_{\text{разр}}$ отключить индуктивный элемент от основного источника и включить его параллельно переменному конденсатору (рис. 1, б), то в параллельном LC_{max} контуре установятся гармонические колебания и, с учетом сохранения энергии, амплитуда переменного напряжения на конденсаторе будет равна $U_C = V_0 \omega_0 t_{\text{разр}}$, где $\omega_0 = 1/\sqrt{LC_{\text{max}}}$.

Теперь в момент достижения максимального напряжения на конденсаторе разомкнем контур и за счет внешних механических колебаний уменьшим емкость конденсатора до $C = C_{\text{min}}$. При этом энергия, запасенная в конденсаторе, и напряжение на его электродах увеличатся в $C_{\text{max}}/C_{\text{min}}$ раз. В результате при подключении к C_{min} индуктивности (рис. 1, в) в параллельном LC_{min} контуре установятся гармонические колебания и с учетом сохранения энергии амплитуда переменного тока в индуктивном элементе станет равна

$$i_L = \frac{V_0}{L} \sqrt{\frac{C_{\text{max}}}{C_{\text{min}}}} t_{\text{разр}}.$$

То есть по сравнению с амплитудой тока в LC_{max} контуре амплитуда тока в LC_{min} контуре увеличится в $\sqrt{C_{\text{max}}/C_{\text{min}}}$ раз.

Если в момент достижения максимального тока в индуктивном элементе разомкнуть LC_{min} контур и подключить индуктивность к основному источнику (рис. 1, г), то можно осуществить подзаряд основного источника. При этом в отсутствие потерь ток в индуктивном элементе (ток заряда источника) будет уменьшаться с той же скоростью, с которой происходил разряд, а длительность этого этапа $t_{\text{зар}}$ будет в $\sqrt{C_{\text{max}}/C_{\text{min}}}$ раз больше, чем $t_{\text{разр}}$. В результате за-

ряд $q_{\text{зар}}$, передаваемый в основной источник, превысит заряд $q_{\text{разр}}$, полученный от основного источника на этапе разряда, в $C_{\text{max}}/C_{\text{min}}$ раз.

Отметим, что число циклов рекуперации в секунду будет определяться частотой f внешних механических колебаний, вызывающих модуляцию емкости. При этом за секунду в основной источник будет передаваться дополнительный заряд $(q_{\text{зар}} - q_{\text{разр}})f$.

Отметим также, что в отличие от МЭМП с накоплением энергии [5], где увеличивается выходное напряжение, а заряд, отдаваемый в нагрузку, равен заряду, взятому из основного источника, в МЭМ рекуператорах электрической энергии за счет внешних механических колебаний происходит увеличение возвращаемого заряда и силы тока подзаряда.

На практике каждый из рассмотренных этапов преобразования может быть несколько модернизирован, что приведет к изменению характеристик всей системы. Поэтому далее на примере четырех схем рассмотрим влияние архитектуры рекуператора на его основные характеристики. Анализ проведем для случая отсутствия потерь.

1. Схема № 1. На рис. 2 представлена электрическая схема первого из рассматриваемых рекуператоров энергии.

Будем исходить из того, что при $t = 0$ $U_C(0) = 0$, $i_L(0) = 0$ и $C = C_{\text{max}}$. Тогда при включении переключателя Sw в положение 1, ток в индуктивном элементе будет изменяться по закону

$$i_L(t) = \frac{V_0}{L} t. \quad (1)$$

В момент t_1 переключим Sw в положение 2. К этому моменту ток в индуктивном элементе станет равен $i_L(t_1) = V_0 t_1 / L$, а заряд, полученный от основного источника V_0 , достигнет значения

$$q_{\text{разр}}(t_1) = \frac{V_0^2}{2L} t_1^2. \quad (2)$$

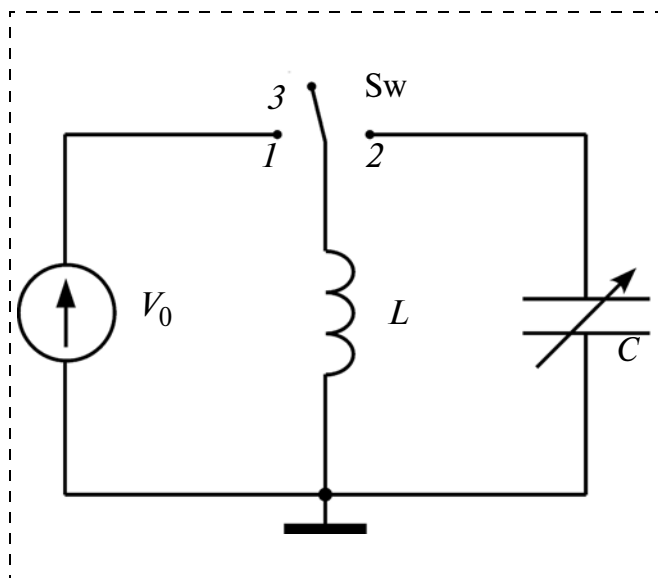


Рис. 2. Электрическая схема первого рекуператора

Значение этого заряда характеризует энергию, отбираемую схемой рекуперации (без учета схемы управления ключом Sw) от основного источника.

Теперь в момент t_2 , когда напряжение на конденсаторе достигнет максимума, разорвем цепь, переключив Sw в положение 3, а затем в момент t_3 уменьшим емкость переменного конденсатора до $C_{\min}$. При этом напряжение на конденсаторе возрастет и станет равным

$$U_{C, \max} = i_L(t_1) \frac{\sqrt{LC_{\max}}}{C_{\min}}.$$

Если теперь, переключив Sw в момент t_4 в положение 2, подключить конденсатор к индуктивному элементу, то ток в этом элементе начнет изменяться по закону

$$i_L(t) = -U_{C, \max} \sqrt{\frac{C_{\min}}{L}} \sin \left[\omega_0^* (t - t_4) \right], \quad (3)$$

где $\omega_0^* = 1/\sqrt{LC_{\min}}$, и к моменту $t_5 = t_4 + \pi/2\omega_0^*$ достигнет максимума. При этом конденсатор уже практически полностью разрядится и вся накопленная энергия запасется в индуктивном элементе. Согласно (3) $i_{L \max} = i_L(t_5) = -i_L(t_1) \sqrt{C_{\max}/C_{\min}}$.

Теперь, переключив Sw в момент t_5 в положение 1, можно произвести подзарядку основного источника V_0 . При этом значение силы тока, текущего в основной источник, будет равно

$$i(t) = i_{L \max} + \frac{V_0}{L} (t - t_5). \quad (4)$$

Согласно (4) подзаряд будет продолжаться в течение $\Delta t = t_6 - t_5 = t_1 \sqrt{C_{\max}/C_{\min}}$. За это время в основной источник вернется заряд

$$q_{\text{зар}} = \frac{V_0 C_{\max}}{2L C_{\min}} t_1^2. \quad (5)$$

При этом подзаряд Δq составит

$$\Delta q = q_{\text{зар}} - q_{\text{разр}} = \frac{V_0^2 t_1^2}{2L} \left(\frac{C_{\max}}{C_{\min}} - 1 \right). \quad (6)$$

Согласно формуле (6) для данной схемы в каждом цикле в основной источник может передаваться дополнительный заряд примерно в $(C_{\max}/C_{\min} - 1)$ раз больший, чем был забран от основного источника на первом этапе цикла рекуперации.

К недостаткам данной схемы следует отнести необходимость разрыва цепи, содержащей индуктивный элемент, в моменты протекания максимальных токов дважды за цикл рекуперации.

II. Схема № 2. На рис. 3 представлена электрическая схема второго из рассматриваемых рекуператоров энергии, в котором разрыв цепи, содержащей индуктивный элемент, при максимальном токе осуществляется лишь один раз за цикл рекуперации. При анализе, как и для схемы 1, будем исходить из того, что при $t = 0$ $i_L(0) = 0$ и $C = C_{\max}$, однако $U_C(0) = U_0 \neq 0$.

Тогда при включении Sw₁ и Sw₂ в положения 1, ток в индуктивности будет изменяться в соответствии с законом (1).

В момент t_1 переключим Sw₁ и Sw₂ в положения 2. К этому моменту ток в индуктивности станет равен $i_L(t_1)$, а заряд, полученный от источника V_0 , достигнет значения (2). Как и для первой схемы, значение

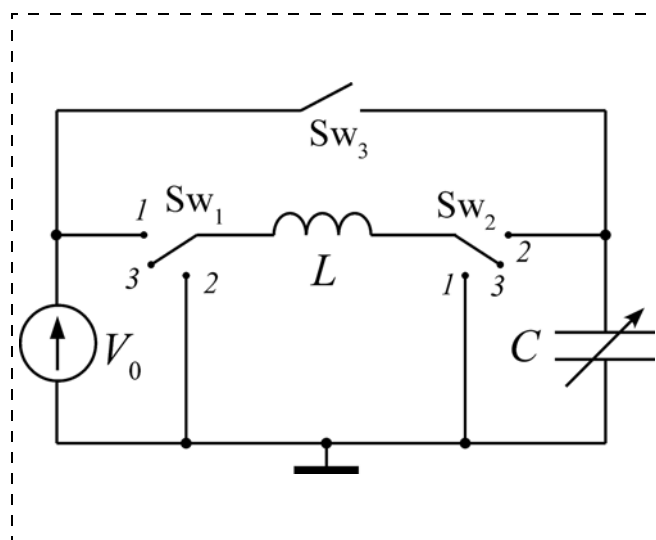


Рис. 3. Электрическая схема второго рекуператора

этого заряда характеризует энергию, отбираемую схемой рекуперации от основного источника (без учета энергопотребления схем управления ключами Sw).

Начиная с момента t_1 , когда индуктивный элемент подключится к конденсатору, ток в индуктивном элементе будет изменяться по закону

$$i_L(t) = i_L(t_1)\cos[\omega_0(t - t_1)] - V_0 C_{\min} \omega_0 \sin[\omega_0(t - t_1)]. \quad (7)$$

При этом изменение напряжения на конденсаторе будет определяться выражением

$$U_C(t) = i_L(t_1) \frac{1}{C_{\max} \omega_0} \sin[\omega_0(t - t_1)] + V_0 \frac{C_{\min}}{C_{\max}} \cos[\omega_0(t - t_1)]. \quad (8)$$

Теперь в момент t_2 , когда напряжение на конденсаторе достигнет максимума и станет равным $U_{C_{\max}}$, разорвем цепь, переключив Sw₂ в положение 3. В этот момент энергия, запасенная в конденсаторе, будет равна $C_{\max} U_{C_{\max}}^2 / 2$.

Если выбрать $t_1 = \sqrt{L C_{\max}} \sqrt{1 - C_{\min}^2 / C_{\max}^2}$, то к моменту t_2 напряжение на конденсаторе достигнет значения $U_{C_{\max}} = V_0$. При этом заряд, перешедший от основного источника в схему рекуперации, будет равен

$$q_{\text{разр}}(t_1) = \frac{V_0}{2L} t_1^2 = \frac{V_0}{2} C_{\max} \left(1 - \frac{C_{\min}^2}{C_{\max}^2} \right), \quad (9)$$

а к моменту t_2 в конденсаторе накопится заряд $q(t_2) = V_0 C_{\max}$.

Если теперь замкнуть Sw₃ и начать уменьшать емкость переменного конденсатора, то к моменту, когда емкость конденсатора уменьшится до $C_{\min}$, в основной источник вернется заряд

$$q_{\text{зар}} = V_0 C_{\max} \left(1 - \frac{C_{\min}}{C_{\max}} \right). \quad (10)$$

При этом дополнительный подзаряд Δq составит

$$\Delta q = q_{\text{зар}} - q_{\text{разр}}(t_1) = \frac{V_0 C_{\max}}{2} \left(1 - \frac{C_{\min}}{C_{\max}} \right)^2. \quad (11)$$

Согласно (9) и (10) в данной схеме возвращаемый заряд превысит заряд, забранный от основного источника, в $2/(1 + C_{\min}/C_{\max})$ раза. То есть в данной схеме возвращаемый заряд превысит забранный от основного источника не более чем в 2 раза.

После достижения $C_{\min}$ необходимо разомкнуть Sw₃ и увеличить емкость конденсатора до $C_{\max}$. При этом напряжение на конденсаторе примет начальное значение $U_C(0) = U_0 = V_0 C_{\min}/C_{\max}$. На этом цикл рекуперации заканчивается.

К недостаткам данной схемы следует отнести использование трех переключателей, меньшую эффективность подзаряда и необходимость разрыва цепи, включающей индуктивный элемент в момент протекания максимального тока (однако только один раз за цикл рекуперации).

III. Схема № 3. На рис. 4 представлена электрическая схема третьего из рассматриваемых рекуператоров энергии. При анализе примем, что при $t = 0$ $i_L(0) = 0$, $U_C(0) = 0$ и $C = C_{\max}$.

Тогда при включении Sw₁ и Sw₂ в положения 1, изменение тока в индуктивном элементе будет описываться выражением

$$i_L(t) = \frac{V_0}{\rho} \sin(\omega_0 t),$$

где $\rho = \sqrt{L/C_{\max}}$.

В момент $t_1 = \pi/\omega_0$, когда ток в цепи равен нулю, разомкнем цепь, переключив Sw₁ в положение 3. К этому моменту напряжение на конденсаторе станет $U_C(t_1) = 2V_0$, а заряд, полученный от источника V_0 , достигнет значения

$$q_{\text{разр}}(t_1) = 2V_0 C_{\max}.$$

Теперь уменьшим емкость конденсатора до $C_{\min}$. При этом напряжение на конденсаторе увеличится и станет равно $U_{C_{\max}} = U_C(t_1) C_{\max}/C_{\min}$.

Если теперь, переключив Sw₁ в положение 2 в момент t_2 , подключить конденсатор к индуктивности,

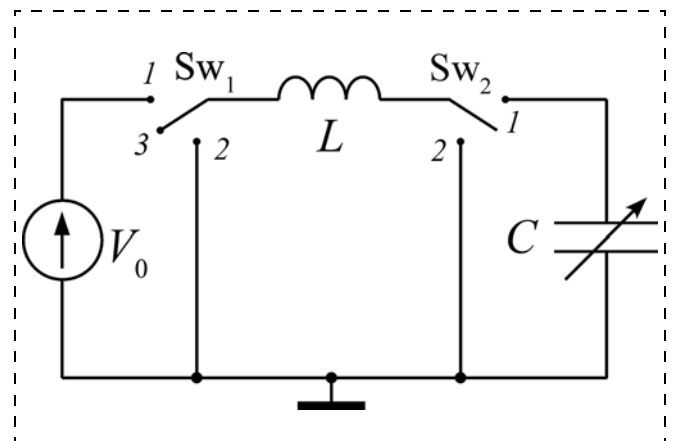


Рис. 4. Электрическая схема третьего рекуператора

то к моменту $t_3 = t_2 + \pi/2\omega_0^*$, ток в индуктивном элементе достигнет максимума и станет равен

$$i_L(t_3) = -2V_0 C_{\max} \omega_0^*. \quad (12)$$

При этом конденсатор уже практически полностью разрядится, и вся накопленная энергия запасется в индуктивном элементе.

Теперь, переключив в момент t_4 Sw_1 в положение 1, а Sw_2 в положение 2, можно провести подзарядку основного источника V_0 . При этом сила тока, текущего в основной источник, будет равна

$$i_L(t) = \frac{V_0}{L}(t - t_4) - 2V_0 C_{\max} \omega_0^*, \quad (13)$$

и согласно (13) подзаряд будет продолжаться в течение времени $\Delta t = t_5 - t_4 = 2\sqrt{C_{\max}/C_{\min}}/\omega_0$. За это время в основной источник вернется заряд

$$q_{\text{зар}} = 2V_0 C_{\max}^2 / C_{\min}. \quad (14)$$

При этом дополнительный подзаряд Δq составит

$$\Delta q = q_{\text{зар}} - q_{\text{разр}}(t_1) = 2V_0 C_{\max} \left(\frac{C_{\max}}{C_{\min}} - 1 \right).$$

Согласно выражению (14) для данной схемы в каждом цикле в основной источник будет передаваться заряд примерно в $C_{\max}/C_{\min}$ раз больший, чем был забран на первом этапе цикла рекуперации.

К недостаткам данной схемы следует отнести использование двух переключателей и необходимость разрыва цепи, включающей индуктивный элемент в момент протекания максимального тока.

Отметим также, что в каждой из трех рассмотренных выше схем имеется состояние, в котором параллельно основному источнику подключен индуктивный элемент, что в случае возникновения неисправности переключателя может привести к несанкционированному разряду основного источника.

IV. Схема № 4. На рис. 5 представлена электрическая схема четвертого из рассматриваемых рекуператоров энергии. При анализе данной схемы будем исходить из того, что при $t = 0$ $i_L(0) = 0$, напряжение на дополнительном конденсаторе C_0 равно нулю, напряжение на переменном конденсаторе $U_C(0) = U_0$ и $C = C_{\max}$.

Тогда при включении Sw_1 и Sw_2 в положения 1 изменение тока в индуктивности будет описываться выражением

$$i_L(t) = \frac{V_0}{\rho^{(1)}} \sin(\omega_0^{(1)} t),$$

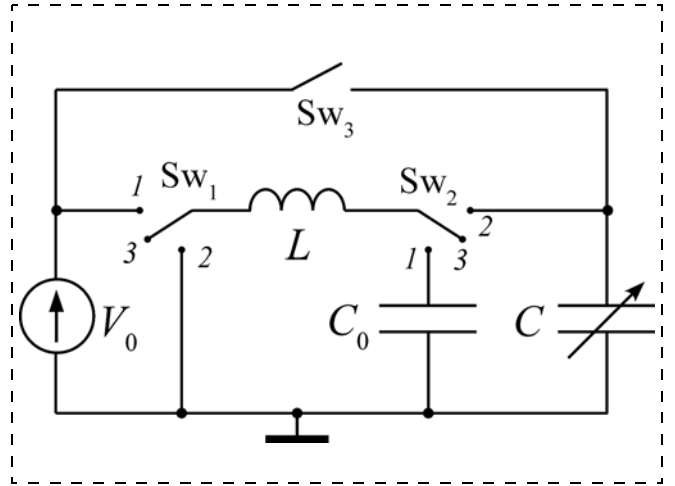


Рис. 5. Электрическая схема четвертого рекуператора

где $\rho^{(1)} = \sqrt{L/C_0}$, $\omega_0^{(1)} = 1/\sqrt{LC_0}$.

В момент $t_1 = \pi/\omega_0^{(1)}$, когда ток в цепи будет равен нулю, переключим Sw_1 в положение 2. К этому моменту напряжение на конденсаторе C_0 станет равно $U_C(t_1) = 2V_0$ и на его обкладках появится заряд $q_{\text{разр}}(t_1) = 2V_0 C_0$, полученный от основного источника.

Начиная с момента t_1 , конденсатор начнет разряжаться и к моменту $t_2 = t_1 + 3\pi/2\omega_0^{(1)}$ ток в индуктивном элементе достигнет максимума. При этом конденсатор практически полностью разрядится, и вся накопленная энергия запасется в индуктивном элементе.

Теперь в момент t_2 с помощью Sw_2 подключим индуктивный элемент к переменному конденсатору C и в момент t_3 , когда напряжение на конденсаторе достигнет максимума и станет равным $U_{C,\max}$, разомкнем цепь, переключив Sw_2 в положение 3.

Если выбрать $C_0 = C_{\max}(1 - C_{\min}^2/C_{\max}^2)/4$, то к моменту t_3 напряжение на конденсаторе достигнет $U_{C,\max} = V_0$.

Если теперь, замкнув Sw_3 и соединив переменный конденсатор с основным источником, начать уменьшать емкость переменного конденсатора, то к моменту, когда его емкость уменьшится до $C_{\min}$, в основной источник вернется заряд

$$q_{\text{зар}} = V_0 C_{\max} (1 - C_{\min}/C_{\max}).$$

При этом дополнительный подзаряд Δq составит

$$\Delta q = q_{\text{зар}} - q_{\text{разр}}(t_1) = \frac{V_0 C_{\max}}{2} \left(1 - \frac{C_{\min}}{C_{\max}} \right)^2. \quad (15)$$

На этом цикл рекуперации заканчивается.

Согласно (15) для данной схемы в каждом цикле рекуперации в основной источник будет передаваться заряд в $2/(1 + C_{\min}/C_{\max})$ раз больший, чем был забран на первом этапе цикла, т. е. в данной схеме (как и во второй) возвращаемый заряд превысит забранный от основного источника не более чем в 2 раза.

К недостаткам данной схемы следует отнести использование трех переключателей и дополнительного конденсатора.

Заключение

Завершая настоящее рассмотрение, необходимо отметить ряд принципиально важных моментов.

У всех проанализированных схем рекуператоров этапы разряда и заряда проводятся при постоянном напряжении.

При этом для создания начального заряда и поддержания при разряде и подзаряде постоянного напряжения используется один и тот же источник питания.

Все рассмотренные схемы позволяют осуществить подзаряд основного источника питания.

При этом, если в момент подзаряда электрическая энергия берется от конденсатора, то возвращаемый заряд превысит взятый от основного источника на этапе разряда не более, чем в 2 раза.

Если же в момент подзаряда электрическая энергия берется от индуктивного элемента, то возвращаемый заряд может превысить взятый на этапе разряда в $C_{\max}/C_{\min}$ раз.

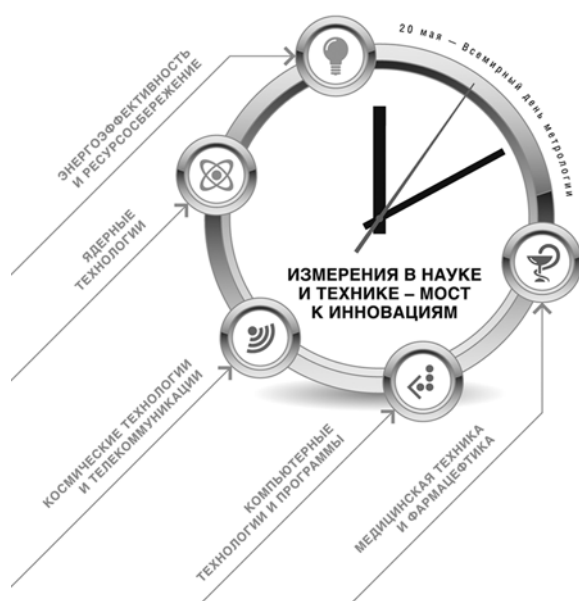
Данная работа выполнена при финансовой поддержке Правительства Новосибирской области в рамках гранта молодым ученым и специалистам научно-образовательного комплекса на 2011 г.

Список литературы

1. Вернер В. Д., Мальцев П. П., Резнев А. А., Сауров А. Н., Чаплыгин Ю. А. Современные тенденции развития микросистемной техники // Нано- и микросистемная техника. 2008. № 8. С. 2—6.
2. Драгунов В. П. Тензочувствительные ИС на МДП-транзисторах // Микроэлектроника. 2005. Т. 34, № 1. С. 65—71.
3. Miyazaki M., Tanaka H., Ono G., Nagano T., Ohkubo N., Kawahara T., Yano K. Electric-energy generation using variable-capacitive resonator for power-free LSI: efficiency analysis and fundamental experiment // Proc. of the 2003 international symposium on Low Power Electronics and Design, ISLPED'03. August 25—27, 2003. P. 193—198.
4. Torres E. O., Rincon-Mora G. A. Electrostatic energy harvester and Li-Ion charger circuit for micro-scale applications // 49th IEEE international Midwest symposium on Circuits and Systems, MWSCAS'06. August 6—9, 2006. P. 65—69.
5. Драгунов В. П., Остертак Д. И. Анализ электромеханических процессов в МЭМП с изменяющейся площадью перекрытия электродов // Научный вестник НГТУ. 2009. Т. 35, № 2. С. 115—127.

7-й Московский международный форум

MetrolExpo '2011



7-я Выставка-конкурс средств измерений, испытательного и лабораторного оборудования

3-й Симпозиум «Точность. Качество. Безопасность»

17-19 мая, Москва, ВВЦ

Организатор:

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

Содействие:

Аппарат Правительства Российской Федерации

Международные партнёры:

The International Bureau of Weights and Measures (BIPM),
International Organization of Legal Metrology (OIML),
The European Association of National Metrology Institutes (EURAMET),
Euro-Asian Cooperation of national metrological institutions (COOMET).

С участием:

Минпромторг России, Минздравсоцразвития России, Минобрнаука России, Минобороны России, Роскосмос, Государственные корпорации «Роснано», «Росатом», «Ростехнологии» и «ЖКХ», ОАО «РЖД», ОАО «ОАК», ОАО «Газпром», ОАО «Роснефть», Российские металлургические группы, Ассоциация автопроизводителей России, Российское химическое общество, НП «Росхимреактив», Ассоциация аналитических центров «Аналитика», Ассоциация строителей России, Региональные ЦСМ и метрологические институты

Экспертная комиссия:

ФГУ «Ростест-Москва»,
32 ГНИИ Минобороны России

Устроитель и выставочный оператор:

Компания «Вэстстрой Экспо»

Дирекция мероприятия:

Тел./факс: +7 (495) 937-4023 • E-mail: metrol@expoprom.ru
Адрес: 129223, РФ, Москва, ВВЦ, стр. 227, а/я 35

www.metrol.expoprom.ru

Rathkeen L. S. *The Problems of Standardization and Metrological Support of Nano- & Microelectronics* 2

In the middle of 2010 with the help of ROSNANO and Federal agency for technical regulation and metrological works in Chernogolovka (Moscow region) was organized The third school "Metrological works and standardization in nanotechnologies and nanoindustry". The main features of the metrological support and standardization in micro- and nanoelectronics were discussed among other problems on the sessions.

Keywords: metrology, standardization, microelectronics, nanoelectronics

Konoplev B. G., Ageev O. A., Smirnov V. A., Kolomiitsev A. S., Ilin O. I. *AFM Cantilever Tip Modification Using Focused Ion Beams* 4

The paper presents the results of modification of the probe (cantilever) for atomic force microscopy (AFM), by deposition on the surface of cantilever nanosized tungsten whisker by focused ion beam (FIB) using a highly selective gas chemistry. Shown, that the FIB-modified probes a length of 5 microns and a radius of curvature of 50 nm can improve an accuracy of metrology test objects. The results can be used to develop the technological processes of manufacturing and modification of AFM cantilevers, and in studying the structures of micro- and nanosystems technology.

Keywords: atomic force microscopy, cantilever, focused ion beam, ion-induced deposition, spreading resistance

Arakeljan S. M., Kutrovskaia S. V., Kucherik A. O., Troitskii D. P., Prokoshev V. G., Bikov V. A., Leesment S. I. *Using Methods of Fractal Geometry for the Analysis of Morphological Properties and Quality Control of a Obtained Information file by Results of Nanosize Objects Measurements by Use Atom-Force Microscopy* 8

Methods of atom-force microscopy (ACM) gain the increasing distribution in research problems nanoobjects and nanostructures. Used approaches allow to obtain a card of properties of a surface with the high permission. For many measurements a question of principle about redundancy of spent measurements and possibility quality management of the obtained information. In the given work on the basis of fractal methods to geometry are offered, on an example of one-dimensional dependences, management methods quality and accuracy of a received information file on the basis of ACM measurements.

Keywords: atom-force microscopy, fractal dimension, an indicator Hurst, quality control of measurements

Grishina T. A., Melnikov A. A., Grishina V. Ju., Troshin B. V. *Electron Beam Interaction with the Field of Crystal Lattice and Concepts Wave Optics* 14

The possibility of using concepts wave optics to describe the regularities of interaction electrons with the crystal lattice of submicroscopic objects is analyzed.

Keywords: wave optics, diffraction, electronic wave, crystal lattice

Tcherniega N. V., Samoylovich M. I., Belyanin A. F., Kudryavtseva A. D., Klescheva S. M. *Generation of Electromagnetic and Acoustic Emissions in Nanostructures Systems* 21

Nonlinear optical effects in lattice SiO₂ nanosphere packings under pulse laser excitation are experimentally studied. Pulse generation of narrow-beam roentgen radiation is determined in samples, new mechanisms of the effect under consideration are proposed.

Keywords: opal matrices, acoustic vibrations of nanospheres, X-radiation

Ivanov M. B., Lazebnaya M. A., Kolobov Yu. R., Khranov G. V., Volkovnyak N. N., Kolobova E. G. *Investigation of Corrosion Resistance Microarc Calcium Phosphorous Coatings on Titanium VT 1-0 in Biological Fluids* 31

The results of studying the morphology, phase composition and physico-chemical surface parameters of combined bioactive calcium phosphate coatings prepared by MAO in an alkaline electrolyte on the titanium substrate of nanostructured technically pure titanium VT1-0, before and after their dissolution in isotonic sodium chloride solution, modeling biological fluid, were presented. Their low solubility during at least 2 months is shown.

Keywords: titanium VT1-0, corrosion resistance, calcium phosphate coatinge micro-arc oxidation, solubility

Shtennikov V. N. *Influence of Some Parameters of the Soldering Tool on Soldering Temperature* 37

According to the project "Strategy of development of electronic branch for the period till 2025" till 2019 it is planned on the basis of the international standards IPC and МЭК "to Provide lobbying of the Russian technologies as the international standards...".

The solution of a problem of maintenance of the set mode of the soldering has the big practical value for improvement of quality brazed connections of electronic devices.

In article the question of influence of sharpening of a soldering core on temperature of the contact soldering is considered.

Keywords: the device, quality, a soldering core, a contact soldering, temperature

Amelichev V. V., Godovitsyn I. V., Saykin D. A. *A Technology for Fabrication of High-Q Silicon Micromachined Resonators* 39

This paper describes the technology for fabrication of high-Q micromachined silicon resonators using SOI-wafer as material. The technology utilizes only one anodic bonding step and one soda-lime glass with recesses formed on it by wet etching. The SOI-wafer and the glass are batch processed, anodic bonding is performed at the back-end of the processing. A micromachined resonator is fabricated using the developed technology. The integrity of the whole structure is tested, good agreement of measured and calculated parameters is shown. The potential of the technology is discussed.

Keywords: microfabrication, silicon high-Q resonators, wafer level encapsulation

Fetisov Yu. K., Chashin D. V., Lebedev S. V., Segalla A. G., Ital'antsev A. G., Gornev E. S. *Piezoelectric Magnetic Field Sensor Based on a Planar Bimorph Structure with Current*. 45

Piezoelectric permanent magnetic field sensor using a planar bimorph lead zirconate titanate structure with additional current carrying conductor is described. The sensor operation is based on combination of the Ampere force and the piezoelectric effect. Sensitivity of the sensor was 10 equal to 10 W(A · kOe) and minimal detecting field was 0,1 Oe at the bending resonance frequency of the structure.

Keywords: magnetic field sensor, bimorph structure, piezoelectric, lead zirconate titanate

Dragunov V. P., Ostertak D. I. *Architecture and Analysis of Circuits of Microelectromechanical Electrical Energy Recuperators*. 49

Different circuits of microelectromechanical energy converter are analyzed and compared. The converter allows to periodically recover the energy taken from the primary source, and, therefore, to operate as microelectromechanical electrical energy recuperator. The analytical expressions for evaluation of the charge recuperated to the primary energy source are presented.

Keywords: energy harvesting, energy recovery, microelectromechanical energy recuperator, electrostatic mechanical-to-electrical energy converter

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(499) 269-5510.

E-mail: nmst@novtex.ru; http://www.novtex.ru/nmst/

Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Стромынский пер., 4. Телефон редакции журнала **(499) 269-5510. E-mail: nmst@novtex.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 *Е. М. Патрушева*. Корректор *Е. В. Комиссарова*

Сдано в набор 17.02.2011. Подписано в печать 21.03.2011. Формат 60×88 1/8. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 6,86. Уч.-изд. л. 8,44. Заказ 202. Цена договорная

Отпечатано в ООО "Подольская Периодика", 142110, Московская обл., г. Подольск, ул. Кирова, 15