HAHO- M MUKPOGIGIEMHAA

№ 1(162) **♦**2014

Излается с 1999 г.

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

Главный редактор

Мальцев П. П., д.т.н, проф.

Зам. гл. редактора Лучинин В. В., д.т.н, проф. Шур М., д.ф.-м.н. (США)

Редакционный совет:

Аристов В. В., д.ф.-м.н., чл.-кор. РАН Асеев А. Л., д.ф.-м.н., акад. РАН Гапонов С. В., д.ф.-м.н., акад. РАН Каляев И. А., д.т.н., чл.-кор. РАН Квардаков В. В., д.ф.-м.н., чл.-кор. РАН Климов Д. М., д.т.н., акад. РАН Ковальчук М. В., д.ф.-м.н., чл.-кор. РАН Нарайкин О. С., д.т.н., чл.-кор. РАН Никитов С. А., д.ф.-м.н., чл.-кор. РАН Икитов С. А., д.ф.-м.н., чл.-кор. РАН (Япония) Сауров А. Н., д.т.н., чл.-кор. РАН Сигов А. С., д.ф.-м.н., акад. РАН Чаплыгин Ю. А., д.т.н., чл.-кор. РАН Шевченко В. Я., д.х.н., акад. РАН

Редакционная коллегия:

Абрамов И. И., д.ф.-м.н., проф. (Белоруссия) Андреев А., к.ф.-м.н., (Великобритания) Андриевский Р. А., д.х.н., проф. Антонов Б. И. Астахов М. В., д.х.н., проф. Быков В. А., д.т.н., проф. Волчихин В. И., д.т.н., проф. Горнев Е. С., д.т.н., проф. Градецкий В. Г., д.т.н., проф. Кальнов В. А., к.т.н. Карякин А. А., д.х.н., проф. Колобов Ю. Р., д.т.н., проф. Кузин А. Ю., д.т.н., проф. Кузин А. Ю., д.т.п., прод. Мокров Е. А., д.т.н. Панич А. Е., д.т.н., проф. Панфилов Ю. В., д.т.н., проф. Петросянц К. О., д.т.н., проф. Петрунин В. Ф., д.ф.-м.н., проф. Пожела К., д.ф.-м.н. (Литва) Путилов А. В., д.т.н., проф. Пятышев Е. Н., к.ф.-м.н. Стриханов М. Н., д.ф.-м.н., проф. Телец В. А., д.т.н., проф. Тимошенков С. П., д.т.н., проф. Тодуа П. А., д.т.н., проф. Шубарев В. А., д.т.н., проф. Отв. секретарь Лысенко А. В.

Редакция:

Григорин-Рябова Е. В. Чугунова А. В.

Учредитель: Издательство "Новые технологии"

СОДЕРЖАНИЕ ____

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ

Раткин Л. С. Синхротронные и нейтронные исследования наносистем3

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

элементы мнст

Аннотации на русском и английском языках с 1999 г. по настоящее время находятся в свободном доступе на сайте журнала (http://novtex.ru/nmst/) и научной электронной библиотеки (http://elibrary.ru). Электронные версии полнотекстовых статей расположены на сайте журнала: с 1999 по 2011 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: 107076 Москва, Стромынский пер., д. 4 e-mail: nmst@novtex.ru

Издательство "Новые технологии"

© Издательство "Новые технологии", "Нано- и микросистемная техника", 2014

Journal of NANOand MICROSYSTEM TECHNIQUE

NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEHNIKA

Maltsev P. P. Dr. Sci. (Tech.) – EDITOR IN CHIEF Luchinin V. V. – Dr. Sci. (Tech.) DEPUTY OF EDITOR IN CHIEF Shur M. S., (USA) – DEPUTY OF EDITOR IN CHIEF

Editorial council:

Aristov V. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Cor.-Mem. RAS Aseev A. L., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Acad. RAS Chaplygin Ju. A., Dr. Sci. (Tech.), Cor.-Mem. RAS Gaponov S. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Cor.-Mem. RAS Kaljaev I. A., Dr. Sci. (Tech.), Cor.-Mem. RAS Klimov D. M., Dr. Sci. (Tech.), Acad. RAS Kovalchuk M. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Cor.-Mem. RAS Kvardakov V. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Cor.-Mem. RAS Narajkin O. S., Dr. Sci. (Tech.), Cor.-Mem. RAS Nikitov S. A., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Cor.-Mem. RAS Ryzhii V. I. (Japan), Dr. Sci. (Phys.-Math.), Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Tech.), Cor.-Mem. RAS Shevchenko V. Ya., Dr. Sci. (Chem.), Acad. RAS Sigov A. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Acad. RAS **Editorial board:** Abramov I. I. (Belorussia), Dr. Sci. (Phys.-Math.) Andreev A. (UK), Cand. Sci. (Phys.-Math.) Andrievskii R. A., Dr. Sci. (Chem.) Antonov B. I., Astahov M. V., Dr. Sci. (Chem.) Bykov Vi. A., Dr. Sci. (Tech.) Gornev E. S., Dr. Sci. (Tech.) Gradetskiy V. G., Dr. Sci. (Tech.) Kalnov V. A., Cand. Sci. (Tech.) Karjakin A. A., Dr. Sci. (Chem.) Kolobov Ju. R., Dr. Sci. (Tech.) Kuzin A. U., Dr. Sci. (Tech.) Mokrov E. A., Dr. Sci. (Tech.) Panfilov Ju. V., Dr. Sci. (Tech.) Panich A. E., Dr. Sci. (Tech.) Petrosjants C. O., Dr. Sci. (Tech.) Petrunin V. F., Dr. Sci. (Phys.-Math.) Piatishev E. N., Cand. Sci. (Phys.-Math.) Pozhela K.(Lithuania), Dr. Sci. (Phys.-Math.) Putilov A. V., Dr. Sci. (Tech.) Strikhanov M. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.) Shubarev V. A., Dr. Sci. (Tech.) Telets V. A., Dr. Sci. (Tech.) Timoshenkov S. P., Dr. Sci. (Tech.) Todua P. A., Dr. Sci. (Tech.) Volchihin V. I., Dr. Sci. (Tech.) **Executive secretary:**

Executive secretary

Lysenko A. V.

Editorial staff:

Chugunova A. V. Grigorin-Ryabova E. V. № 1 (162) 2014

. 3

Published since November 1999

CONTENTS

GENERAL QUESTIONS

Rathkeen L. S.	Sy	ncł	irot	ro	n ð	k 1	Nei	itro	n	Re	ese	arc	hiı	ıg			
of Nanosystems																	

NANOTECHNOLOGY AND SCANNING PROBE MICROSCOPY

Aleksandrov P. A., Budaragin V. V., Guk V. I., Litvinov V. L. On Fault Tolerance of Nanoelectronic Integrated Circuits at Irradiation. 7

Vorobjova A. I., Prischepa S. L., Utkina E. A., Komar O. M. Formation and Properties of Nickel Nanopillars in Porous Aluminum Oxide . . . 15

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Общие вопросы General questions

УДК 623.3

Л. С. Раткин, канд. техн. наук, зам. ген. директора, e-mail: rathkeen@bk.ru, ООО "АРГМ", г. Москва

СИНХРОТРОННЫЕ И НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСИСТЕМ

Поступила в редакцию 16.09.2013

При поддержке Международной ассоциации государственных академий наук и Российской академии наук (РАН) с 2008 года в Объединенном институте ядерных исследований в Дубне, НИЦ "Курчатовский институт" и Институте кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН проводятся ежегодные летние высшие курсы стран СНГ для молодых ученых, аспирантов и студентов старших курсов по современным методам исследования наносистем и материалов "Синхротронные и нейтронные исследования наносистем" ("СИН-нано"). Цикл лекций был прочитан сотрудниками академических институтов, академиками и членами-корреспондентами РАН. Особое внимание в выступлениях, в частности, уделялось взаимодополняемости нейтронного и синхротронного излучения при исследовании наносистем и материалов, методам получения функционализированных полиэлектролитных капсул, метрологии и стандартизации в микро- и нанотехнологиях.

Ключевые слова: Российская академия наук (РАН), нейтронное излучение, синхротронное излучение, функционализируемые полиэлектролитные капсулы, метрология, стандартизация, микро- и нанотехнологии

L. S. Rathkeen

SYNCHROTRON & NEUTRON RESEARCHING OF NANOSYSTEMS

Under the patronage of International association of state academies of sciences and Russian Academy of Sciences (RAS) since 2008 in Union institute of nuclear researching (Dubna), Scientific & Research Center "Kurchatov institute" and Institute of crystallography named after A. V. Shubnikov of RAS regularly are organized summer highest school for young scientists, aspirants & students for CIS countries for modern methods of nanosystems & material researching "Synchrotron & neutron researching of nanosystems" ("SIN-nano"). The cycle of lectures was organized by the colleges of academician institutions, academicians & corresponding members of RAS. Were discussed the question of neutron & synchrotron radiation for nanosystems & material researching, methods for producing of functionalized polyelectrolyte capsules, metrology & standardization in micro- & nanotechnologies.

Keywords: Russian academy of sciences (RAS), neutron radiation, synchrotron radiation, functionalized polyelectrolyte capsules, metrology, standardization, micro- & nanotechnologies

Взаимодополняемости нейтронного и синхротронного излучения при исследовании наносистем и материалов было посвящено выступление чл.-корр. РАН В. В. Квардакова (НИЦ "Курчатовский институт"). Среди нанодиагностических методов были особо отмечены зондовые, синхротронные, нейтронные и рентгеновские методы и методы электронной микроскопии. Отмечалось, что синхротронное (или магнитотормозное) излучение как электромагнитное излучение релятивистских заряженных частиц в магнитном поле применимо для изучения структуры и свойств наносистем. Например, поворотные магниты обеспечивают орбиту движения электронов и вырабатывают синхротронное излучение в направлении по касательной к траектории электронов; секступоли и квадруполи фокусируют электронный пучок в горизонтальной и вертикальной плоскостях, а встроенные устройства генерируют синхротронное излучение с модифицированными характеристиками. В ондуляторе с числом полюсов 100...200 и полем с магнитной индукцией менее 0,1 Т вследствие интерференционных эффектов синхротронное излучение сосредоточено в нескольких пиках — гармониках фундаментальной линии ондулятора. Среди преимуществ синхротронного излучения следует отметить не только высоковакуумные условия (до 10^{-7} Па), пикосекундные импульсы во временной структуре и высокую степень яркости, в 10¹⁰ раз превышающую яркость обычных источников, но и естественную коллимацию в 0,1 мрад в вертикальной плоскости, расположение вектора электрической поляризации в плоскости орбиты и широкий спектральный диапазон от инфракрасного до жесткого гамма-излучения.

К новым областям исследования, основанным на использовании синхротронного излучения, относится непрерывный спектр излучения в большом диапазоне длин волн, обеспечивающий рентгеновское излучение высокой энергии (более 100 кэВ), рентгеновскую спектроскопию вблизи краев поглощения различных элементов и аномальную дисперсию (рассеяние вблизи краев поглощения). Большая яркость способствует проведению экспериментов в реальном масштабе времени с анализом кинетики процессов, возможности дифракционного изучения кристаллов с низким структурным совершенством (дифракция при углах около $\pi/2$), способности локализации атомов, получению образцов малого размера $(10^{-3}...10^{-5} \text{ мкм}^3)$, короткому времени экспозиции, изучению сильнопоглощающих, массивных и слаборассеивающих образцов (поверхность, границы раздела и тонкие пленки). Высокая степень коллимации обеспечивает проведение флуоресцентного анализа (микрофокус), изучение интерференционных явлений (например, волноводы, интерферометры) и применение рентгенодифракционных методов с высоким разрешением. Временная структура способствует исследованию in situпроцессов и периодических и быстропротекающих процессов (стробоскопия). Следует отметить высокую степень когерентности для фазочувствительных методов и рентгеновской голографии, также расширяющую сферы применения методов, основанных на использовании синхротронного излучения.

В рентгеновских методах исследования и диагностики в рамках рентгеновской дифракции можно выделить рентгеновскую томографию, метод стоячих рентгеновских волн, многоволновую, малоугловую и макромолекулярную дифракцию, рентгеновскую интерферометрию, двумерную (поверхностную) дифракцию, трех- и двухкристальную, а также порошковую дифрактометрию. Среди спектроскопических методов отметим флуоресцентный анализ, абсорбционную спектроскопию, SEXAFS, фото- и рентгеновскую электронную спектроскопию, XANES и EXAFS.

С участием В. В. Путина 1 октября 1999 года состоялось открытие Курчатовского источника синхротронного излучения. Единственный в России специализированный источник синхротронного излучения состоит из накопителя "Сибирь-1" (источник ВУФ-излучения) и накопителя "Сибирь-2" (источник излучения в рентгеновской области). В настоящее время в НИЦ "Курчатовский институт" функционируют чистые экспериментальные зоны для нанодиагностики и нанотехнологий, обеспечивающие широкий спектр исследований по нанотехнологической проблематике. Сложная инфраструктура Центра коллективного пользования (ЦКП) с уникальным оборудованием способствует реализации проектов и программ по следующим приоритетным направлениям изучения нанотехнологии и материалов, биотехнологии, живых систем, нано- и микросистемной техники:

- материаловедение и нанодиагностика исследуются макромолекулярная и атомная структуры, гетероструктуры и нанопленки, нанокластеры и сверхрешетки, квантовые точки [1] и мелкодисперсионные среды, нанокомпозиты, углеродные наноструктуры, радиационные дефекты;
- нанотехнологии применяются методы молекулярно-лучевой эпитаксии и техника Ленгмюра— Блоджетта;
- биотехнологии анализ в сфере белковой кристаллографии, биоорганических пленок на поверхности жидкости и т. д.;
- нано- и микросистемная техника применяется ЛИГА-технология;
- фундаментальные исследования рентгеновская оптика, материалы при сверхвысоких давлениях, фотоядерные реакции, "космические кристаллы";
- ядерная медицина и живые системы надмолекулярная структура биотканей и жидкостей, новые методы медицинской диагностики;
- двойные технологии судебная экспертиза, неразрушающий контроль ответственных деталей и конструкций и т. д.

В составе ЦКП 10 станций рентгеновского диапазона:

- ПРО станция прецизионной рентгеновской оптики;
- EXAFS флуоресцентный EXAFS-спектрометр;
- РКФМ станция рентгеновской кристаллографии и физического материаловедения;
- Медиана станция комплексных исследований по медицинской диагностике;
- СТМ станция малоуглового рассеяния;
- ЛИГА станция глубокой рентгеновской литографии;
- РЕФРА станция рентгеновской рефракционной оптики;
- Белок станция белковой кристаллографии;
- Гамма станция исследования фотоядерных реакций;
- Рентгеновское кино станция для скоростной малоугловой дифрактометрии.

Также в составе ЦКП находятся три экспериментальные станции ВУФ-диапазона:

- ЛОКУС станция люминесцентных и оптических исследований;
- СПЕКТР станция спектроскопии конденсированного состояния;
- ФЭС станция фотоэлектронной спектроскопии.

В рамках сотрудничества Курчатовского центра синхротронного излучения и нанотехнологий и Института кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН функционирует станция для синтеза и исследования наносистем. На станции для получения и изучения неорганических наносистем создан исследовательско-технологический комплекс для получения неорганических наносистем методом молекулярно-лучевой эпитаксии с возможностью характеризации их в процессе формирования с применением поверхностно-чувствительных методов на базе синхротронного излучения и зондовых технологий. На аналогичной станции для получения и изучения органических пленок сформирован исследовательско-технологический комплекс для формирования органических и биоорганических наносистем, находящихся на поверхности жидкости, на основе метода Ленгмюра-Блоджетта с возможностью их характеризации в процессе наноконструирования с применением поверхностно-чувствительных методов на базе синхротронного излучения. В частности, проведены эксперименты по развитию неразрушающей рентгеновской микротомографии нервной ткани животных с помощью источника синхротронного излучения для визуализации больших групп активных нейронов в разных структурах головного мозга. Получены результаты экспериментов по томографии мозга мыши с активными областями, декорированными тяжелыми элементами. Также создан макетный образец внутрисосудистого микроробота для проведения медицинских операций. В планах развития Центра — техническое перевооружение ускорительно-накопительного комплекса до третьего поколения с созданием бустерного синхротрона.

В докладе Т. В. Букреевой (Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН) рассматривались методы получения и изучения функционализированных полиэлектролитных капсул. Помимо истории их создания, были представлены способы капсулирования в полиэтиленовые оболочки, структуры капсул-микрореакторов и нанокомпозитных оболочек капсул. Особое внимание было уделено методу последовательной адсорбции противоположно-заряженных полиэлектролитов (*Layer-by-Layer*) и методике получения полых полиэлектролитных капсул с ядрами из органических и неорганических коллоидных частиц, капель эмульсий биологических клеток и агрегатов белков. Среди основных методов изучения капсул были выделены четыре:

- атомно-силовая микроскопия (морфология поверхности и толщина оболочки);
- конфокальная флуоресцентная лазерная сканирующая микроскопия (форма, размер, проницаемость капсул);
- сканирующая электронная микроскопия (морфология поверхности оболочки);
- просвечивающая электронная микроскопия (структура оболочки).

Поясним преимущества метода на примере: если в классическом оптическом микроскопе одновременно видны различные точки образца (при этом точки из плоскостей, отличных от предметной, будут создавать фоновую засветку, снижающую порог чувствительности—контрастности), то в конфокальном микроскопе в каждый фиксированный момент времени регистрируется изображение одной точки объекта, а полноценное изображение по итогам наблюдения строится путем сканирования. Поскольку использование диафрагмы обеспечивает значительное снижение фоновой подсветки от точек образца вне анализируемой области, то дополнительное повышение контраста обеспечивается благодаря подсветке, фокусирующей свет в анализируемую точку.

В докладе представлены особенности процесса адсорбции на ядрах до нанесения полиэлектролитной оболочки и темпы роста кристаллического карбоната кальция внутри капсул в результате реакции, катализируемой уреазой. Для органико-неорганических нанокомпозитных оболочек капсул в качестве дистанционного воздействия можно рассматривать перемещение капсул под действием магнитного поля (магнитные наночастицы) и увеличение проницаемости вплоть до разрушения капсулы под действием лазерного излучения (металлические наночастицы с плазмонным резонансом). Среди способов создания капсул с наночастицами в составе оболочки отмечался синтез наночастиц на оболочке капсулы и адсорбция наночастиц из золя. Например, синтез наночастиц серебра на оболочках капсул включает фотовосстановление серебра и реакцию серебряного зеркала. При контролируемом высвобождении содержимого полиэтиленовой капсулы полиэлектролитные капсулымикроконтейнеры обеспечивают длительное удержание в водной среде заключенного в них низкомолекулярного вещества (флуоресцентного красителя) с высвобождением под действием лазерного излучения. Многофункциональность нано- и микрокапсул обосновывается их микрореакторными способностями, визуализацией и адресной доставкой, дистанционной активацией и транспортировкой, а также контролируемым высвобождением с защитой и макромолекулярным капсулированием.

Вопросы метрологического обеспечения и станлартизации в микро- и нанотехнологиях были затронуты в выступлении директора Государственного научного метрологического центра "Научноисследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума" ("НИЦПВ"), профессора НИУ "МИФИ", д-ра техн. наук П. А. Тодуа [2]. Среди теоретических и практических аспектов, связанных с нанотехнологическими измерениями, отмечалась необходимость метрологического сопровождения технологических процессов, методов и средств калибровки параметров средств измерений и эталонов единиц физических величин, стандартных образцов состава и свойств для нанотехнологий. Стандартизация в нанотехнологиях особенно затрагивает экологию, безопасность и здоровье граждан, терминологическое единство и непротиворечивость в определениях, и стандартизацию методов калибровки и измерений, технологических процессов, параметров материалов и объектов нанотехнологии.

Сфера деятельности ИСО/ТК 229 — стандартизация в нанотехнологической сфере, объединяющей уровень осознания и управления процессами и свойствами материалов в нанометровом диапазоне для размеров, как правило, до 100 нм по одной и более осей координат, где учет наноразмерных явлений обусловливает появление новых сфер применения. Также необходимо учитывать использование свойств материалов нанометрового диапазона, отличающихся от свойств отдельных атомов и молекул и свойств объемных материалов, для создания более совершенных приборов, материалов и систем.

Подписание Международной метрической конвенции в мае 1875 г. и проведение Первой Генеральной конференции по мерам и весам в сентябре 1889 г. сформировали условия для интенсивного развития системы отраслевых стандартов. Одним из первых стал прототип одного метра — платиноиридиевый жезл (погрешность измерений — 0,1 мкм), но в октябре 1960 г. на XI Генеральной конференции по мерам и весам метр был определен как "длина, равная 1650763,73 длин волн в вакууме излучения, соответствующего переходу между уровнями 2p10-5d5 атома криптона-86" (Резолюция 6 XI Генеральной конференции по мерам и весам) — в этом случае погрешность сократилась на порядок — до 0,01 мкм. Но уже на XVII Генеральной конференции по мерам и весам в октябре 1983 г. в рекомендации 1 метр определялся как "длина пути, проходимого светом в вакууме за интервал времени, равный 1/299792458 секунды". Уточнение определения метра состоялось на IX Сессии Консультативного комитета по длине как рекомендованного значения частоты и длины волны излучения в вакууме Не-Ne/I₂-лазера с частотой 4 736 122 145 705 кГц и длиной волны 632,99139822 нм, что повысило точность до 10⁻¹¹ м.

Базис "reference metrology" и стандартизации в нанотехнологиях включает определение средств как "проблемно-ориентированных особенностей взаимодействия измерительных нанозондов, пучков заряженных частиц, рентгеновского и оптического излучений с наноструктурированными объектами" и целей как "средств и методов метрологического обеспечения измерений в нанотехнологиях, стандартизированных методиках измерений и калибровки, стандартных образцах состава и свойств, размера и структуры". Поскольку первоочередной метрологической задачей в нанотехнологиях является идентификация геометрических параметров объекта и метрология линейных измерений, то измерение магнитных, механических и электрических свойств объекта требуют прецизионного пространственного позиционирования зонда в требуемое место с эталонной покоординатной точностью, что в свою очередь, и обусловливает важность введения единицы длины в нанотехнологиях.

В докладе был представлен специализированный эталон единицы длины в диапазоне 1 нм...100 мкм на базе растровой, просвечивающей электронной и зондовой микроскопии и лазерной интерферометрии. Лазерный измеритель наноперемещений предназначен для калибровки систем сканирования и позиционирования и измерения линейных перемещений. Максимальное значение измеряемой скорости перемещений — 3 мм/с, диапазон измерения перемещений — 1 нм...10 мм, абсолютная погрешность измерения — 0,5...3 нм, дискрет-

ность отсчета — 0,1 нм. Эталон сравнения имеет 3D-шаговую линейную меру для калибровки и поверки измерительных систем по трем координатным осям в диапазоне линейных размеров от 1 нм до 100 мкм и выше. При калибровке АСМ ключевыми параметрами являются не только цены делений по координатам X, Y, Z, но и радиус острия кантилевера, ортогональность и линейность сканирования по всем координатным осям. Калибровка РЭМ подразумевает увеличение диаметра зонда и линейности сканирования в плоскости (X, Y). Таким образом, очевилна прослеживаемость перелачи размера единицы физической величины: реализация метода иерархической передачи размера единицы основана на применении эталонов сравнения средств измерений, что формирует точную привязку результатов измерения к национальному эталону физической величины. Применение эталонов сравнения (мер малой длины) способствует привязке линейных измерений в нанометровом диапазоне к национальному эталону метра. Это позволило создать основы метрологического обеспечения нанотехнологий, которые базируются на базисном эталоне единицы длины в нанометровом диапазоне, средствах и методах передачи размера единиц в нанометровый диапазон, измерительных и калибровочных стандартах. В заключении доклада автор выразил глубокую признательность за совместную работу профессорам М. Н. Филиппову, В. П. Гавриленко, А. В. Ракову и Ю. А. Новикову, а также коллегам из НИЦ "Курчатовский институт", Института кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН, Физико-технологического института РАН, ЗАО "НТ-МДТ", ГНЦ "ГИ-РЕДМЕТ", "НИЦПВ", МГУ им. М. В. Ломоносова и технического университета "МФТИ".

Выводы

1. Ежегодные летние высшие курсы стран СНГ для молодых ученых, аспирантов и студентов старших курсов по современным методам исследования наносистем и материалов "Синхротронные и нейтронные исследования наносистем" ("СИН-нано") имеют высокую степень эффективности при подготовке специалистов для отечественных и зарубежных научных лабораторий и производственных предприятий.

2. Несмотря на сокращение финансирования по ряду образовательных проектов, необходимо развитие системы подготовки специалистов приоритетных направлений, включая синхротронное и нейтронное исследование наносистем. Целесообразна поддержка программы стажировки лучших студентов и выпускников в ведущих профильных научных центрах.

Список литературы

1. Академик К. А. Валиев и его научная школа: Избранные труды / Физико-технологический институт РАН. М.: Наука, 2011.

2. Нанотехнологии, метрология, стандартизация и сертификация в терминах и определениях / Под ред. М. В. Ковальчука, П. А. Тодуа. М.: Техносфера, 2009.

Фланотехнологии и зондовая микроскопия Папотесноооду AND Scanning Prove Microscopy

УДК 539.23-022.53

П. А. Александров, д-р. физ.-мат. наук, директор Института информационных технологий, г. Москва,

В. В. Бударагин, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр.,

В. И. Жук, канд. физ.-мат. наук, вед. науч. сотр.,

В. Л. Литвинов, д-р. физ.-мат. наук, вед. науч. сотр., e-mail: aleksandrov.peter@kiae.ru НИЦ "Курчатовский институт"

ОБ ОТКАЗОУСТОЙЧИВОСТИ НАНОЭЛЕКТРОННЫХ ИНТЕГРАЛЬНЫХ СХЕМ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ

Поступила в редакцию 15.07.2013

Рассматривается вопрос о радиационной устойчивости наноразмерных компонентов цифровых схем. Показано, что межсоединения также подвержены действию радиации, как и активные компоненты. Делается вывод о низком уровне отказоустойчивости схем с наноразмерными компонентами даже при учете только фонового излучения. Предлагается новый метод покомпонентного дублирования, кардинально повышающий отказоустойчивость схем.

Ключевые слова: наноэлектроника, радиационные повреждения, электронные материалы, отказоустойчивость, резервирование в электронных системах

P. A. Aleksandrov, V. V. Budaragin, V. I. Guk, V. L. Litvinov

ON FAULT TOLERANCE OF NANOELECTRONIC INTEGRATED CIRCUITS AT IRRADIATION

The problem of the radiation resistance of nanoscale components of digital circuits is considered. It is shown that interconnects are also exposed to radiation, together with active components. It is concluded on low levels of fault tolerance of circuits with nanoscale components, even under only background radiation. A new method for component-duplication, which dramatically increases fault tolerance of circuits, is proposed.

Keywords: nanoelectronics, radiation damage, electronic materials, fault-tolerance, redundancy in electronic systems

Введение

В настоящее время имеет место переход от лабораторной практики создания наноэлектронных приборов (НЭП) и интегральных схем (ИС) к их промышленному производству. На этом этапе изучение их работы в реальных условиях, в частности в условиях действия разного вида излучений, становится актуальным.

Наноэлектронные ИС отличаются от микроэлектронных ИС как механизмом работы отдельных приборов, так и недостижимой ранее степенью интеграции ~ $10^{11}...10^{12}$ см⁻². Работа систем с таким большим числом наноразмерных элементов в условиях облучения требует рассмотрения следующих вопросов.

Во-первых, повреждение каждого из наноразмерных элементов отличается от их аналогов микроэлек-

тронного размера. Ранее мы рассматривали физические особенности радиационных повреждений наноэлектронных материалов и приборов по сравнению с их микроэлектронными аналогами [1]. Закономерности изменения их основных характеристик и количественные данные для приборов различных типов существенно отличаются друг от друга. Общими являются статический характер повреждений, анизотропия по отношению к направлению потока облучающих частиц и влияние примыкающего объема/архитектуры прибора.

Во-вторых, линейные размеры проводников, соединяющих отдельные НЭП в схему, масштабируются соответственно с размерами активных элементов [2]. При указанной плотности упаковки на любой элемент схемы в среднем приходится линейный размер меньше или порядка нескольких единиц—десятков нанометров. При таких малых размерах меняется механизм работы не только активных приборов, но и соединяющих их проводников — межсоединений. По существу, само межсоединение становится НЭП, изменение параметров которого при облучении необходимо рассматривать наряду с поведением активного прибора. Это особенно важно, поскольку общая длина межсоединений в схеме может достигать нескольких единиц—десятков километров. Стойкость самого соединения может быть невелика, и изменение его параметров существенно для работы схемы.

В-третьих, наличие чрезвычайно большого числа элементов на чипе требует рассмотрения надежности подобных сложных систем как в условиях действия облучения, так и после него.

Если первый из этих вопросов активно исследуют в настоящее время, то остальные почти не были рассмотрены в известной нам литературе. В данной публикации предпринята попытка качественно проанализировать некоторые относящиеся к этим вопросам моменты, важные для практического использования. Во второй части статьи рассмотрены новый подход к повышению отказоустойчивости и основанные на нем способы покомпонентного дублирования.

Действие излучения на межсоединения

Хотя для изготовления межсоединений в наноэлектронике рассматривается возможность использования углеродных нанотрубок, но в настоящее время для этого применяют медные проводники. Они имеют форму прямоугольных полосок или проволок длиной порядка нескольких (10-100) нм, с поперечными размерами в несколько раз меньше. При указанных размерах их свойства существенно отличаются от свойств объемной меди. Вклады отдельных механизмов переноса (рассеяния) носителей зависят от отношения геометрических размеров к длине свободного пробега или длине волны де Бройля. С ростом размеров имеет место переход от баллистического (бесстолкновительного) переноса к рассеянию на шероховатостях поверхности и границах зерен, далее к рассеянию на фононах и примесях. В пределе, при размерах >15,0-20,0 нм, последние механизмы преобладают, как и в объемном материале.

В условиях облучения, когда вводятся те или иные радиационные дефекты, рассеяние будет увеличиваться с ростом дозы/флюенса. Характер этой зависимости, важный для практического применения, зависит от типа дефектов: точечные или кластерные. Точечные дефекты будут уходить к поверхности, увеличивая ее шероховатость и изменяя потенциал на границах зерен. Это ведет к плавному (монотонному) увеличению рассеяния. Кластерные дефекты имеют размеры, сравнимые с разме-



Рис. 1. Схема развития каскада смещений в наноразмерном объекте

рами межсоединений, поэтому для оценки их влияния важна "тонкая структура" дефектов, сформированная в объеме межсоединения. Тонкую структуру каскадов смещений рассчитывали для объемных материалов во многих работах в рамках различных приближений (см., например [3—5]). Удобно использовать представление о каскаде смещений как о фрактальном дереве смещений (рис. 1).

Основанием дерева является место образования первично выбитого атома (ПВА). Ветви создаются движением атомов от последующих смещений, а точки ветвления соответствуют взаимодействиям движущихся атомов с атомами мишени. Параметры этого дерева подчиняются стохастическим закономерностям и определяются потенциалом взаимодействия выбитых атомов и атомов мишени, т. е., в первую очередь, зависят от энергии выбитых атомов. Важно отметить, что по мере их замедления длины пробега между столкновениями уменьшаются, а точки ветвления группируются в скопления. Если размер этих скоплений превышает длину свободного пробега, то каскад столкновений образует одиночный кластер первичных дефектов. В противном случае, начиная с некоторой пороговой энергии, каскад распадается на подкаскады (подкластеры). Значение этой энергии для меди (по данным разных работ) составляет ~5...10 кэВ, размер подкластеров (подкаскадов) — порядка единиц нанометров, а число подкаскадов зависит от энергии ПВА.

Создание каскадных дефектов в пределах наноразмерных объектов зависит от дополнительных причин.

Во-первых, начало каскада может находиться либо в самом объекте, либо в примыкающем объеме. Соответственно, ПВА может служить либо атом матрицы, либо иной атом из примыкающего объема.

Во-вторых, в нанообъект может попасть лишь часть точек ветвления каскада, в которых создаются первичные смещения. Это зависит от энергии ПВА, ориентации направления его движения относительно объекта и геометрии последнего. В результате может быть создано ограниченное число точечных дефектов, или кластеры полного или усеченного размеров, либо и те и другие одновременно. С практической точки зрения важным фактором является возможная анизотропия первичных повреждений и ее сильная энергетическая зависимость.

После своего образования первичные кластеры точечных дефектов подвергаются дальнейшей трансформации. Часть междоузельных атомов аннигилирует с вакансиями (как с генетическими, так и с соседними). Остальные, как значительно более подвижные уходят на стоки (поверхность, границы зерен и т. п.) или распыляются за пределы образца. Скопления вакансий, остающихся относительно неподвижными, представляют собой поры различного размера. Крупные поры вблизи поверхности нанообъекта изменяют ее протяженность, а находящиеся внутри — создают значительные внутренние поверхности. Нетрудно оценить, что указанные "критические" дефекты, хотя и образуются с малой вероятностью, но могут вызывать значительные изменения геометрии облучаемого объекта под действием одиночных частиц. Подобный эффект качественно отличается от облучения объемных образцов.

В литературе имеется лишь небольшое число работ, посвященных действию излучения на наноразмерные металлические межсоединения. В связи с этим, в качестве первого этапа исследований, были проведены численные расчеты по проверке изложенных модельных представлений. Методами молекулярной динамики моделировалось облучение ионами Ar⁺ медных проводников [1]. Условия и результаты расчетов, размеры и форма проводников, первичные повреждения и некоторые их характеристики приведены в таблице и на рис. 2 (см. третью сторону обложки).

Основные выводы сводятся к следующим.

Ионы Ar^+ в подавляющем большинстве случаев "прошивали" нанопроводник и уносили основную часть энергии в окружающее пространство, либо часть ее теряли в подложке (где потери энергии составляли ~1 кэВ).

Имеется два типа повреждений: первые — крупные критические повреждения, представляющие собой разрывы и/или отверстия большого диаметра; вторые — точечные дефекты в объеме образца, распыленные атомы меди и поверхностные повреждения (изменения шероховатости, горбы и кратеры).

Доля крупных дефектов зависит от наличия прилегающего объема (подложки). В данном случае доля крупных дефектов была невелика, а влияние кремниевой подложки особенно велико в слу-

Доля критических дефектов медного нанопровода, %. Кремниевая подложка 15,6 × 13,4 × 6,7 нм (71 150 атомов), медь 5,2 × 12,8 × 1,6 нм (10 710 атомов); метод молекулярной динамики, 4000 случаев

	Расположение нанопроводов							
Дефекты, %	В вакууме	На подложке	Под подложкой					
Разрывы Отверстия Всего дефектов	0,2 7,6 7,8	0,1 6,4 6,5	0,3 5,9 6,2					

чае разрывов. Отметим, что наличие разрывов и отверстий определялось "визуально" по картинкам расположения атомов и сопротивление проводни-ков реально не вычисляется, но надо полагать, оно резко меняется.

Полученные результаты хорошо согласуются с изложенными выше модельными представлениями. Отмеченные изменения геометрии межсоединений могут приводить к "резким" изменениям их свойств при попадании отдельных частиц. Это, прежде всего, увеличение сопротивления и уменьшение теплоотдачи. Рост сопротивления обусловлен увеличением поверхностного рассеяния, искажением распределения поля вокруг критических дефектов и уменьшением локального геометрического сечения проводника, вплоть до обрыва¹. Поскольку теплопроводность в металлических проводниках определяется переносом электронов, то указанные эффекты будут увеличивать и их тепловое сопротивление. Нетрудно видеть, что даже в рамках классических представлений, электрическое и тепловое сопротивления при типичных параметрах для меди могут увеличиваться в разы, даже при отсутствии обрыва. Кроме того, локальное увеличение температуры может приводить к увеличению электромиграции в меди и к последующим "вторичным" отказам (вплоть до отрыва) в ходе работы после облучения [6].

Постоянное покомпонентное дублирование в дискретных наноэлектронных системах, находящихся под действием излучения

При создании дискретных электронных систем, которые подвергаются воздействию радиации и, в первую очередь, воздействию потока высокоэнергетических частиц различного типа (от нейтронов до тяжелых заряженных частиц), и особенно при разработке дискретных электронных наносистем, остро стоит задача обеспечения их отказоустойчивости.

Как известно, под отказоустойчивостью дискретной электронной системы понимается ее свойство сохранять свою работоспособность после отказа одного или нескольких ее компонентов. Под отказом схемы понимается событие, состоящее в нарушении ее работоспособности, т. е. в невыполнении ее функций. Отказы могут быть постоянными и временными ("самоустраняющимися"). Временные отказы называются сбоями. Постоянные отказы подразделяют на постепенные и внезапные. Постепенные отказы вызываются посте-

¹ Один из авторов данной работы ранее сталкивался с наличием отрыва субмикронных металлических выводов при изучении радиационных повреждений в переключателях на халькогенидных стеклообразных полупроводниках. При измерении их вольт-амперных характеристик наблюдался отрыв контактов уже после флюенса ~10¹⁴ нейтронов/см². При этом саму характеристику с помощью зондов удавалось снимать вплоть до флюенсов ~10¹⁷ нейтронов/см² [1].

пенными изменениями параметров схемы, а внезапные отказы — скачкообразными изменениями параметров схемы, приводящими, в частности, к таким видам неисправностей (дефектов) как обрыв и короткое замыкание.

При взаимодействии падающих частиц с дискретной электронной системой, с одной стороны, может происходить постепенная деградация параметров всех участков ее схемы, приводящая к постепенным отказам, с другой стороны, при малом размере компонентов схемы возможен внезапный отказ схемы вследствие попадания в нее одной частицы. Вопрос устойчивости по отношению к постепенным отказам решается различными технологическими приемами. А повышение устойчивости по отношению к внезапным отказам достигается за счет ведения аппаратной избыточности.

Однако известные аппаратные методы повышения надежности не позволяют решить задачу обеспечения отказоустойчивости при попадании одной частицы излучения в компонент схемы, особенно при очень малом размере компонентов, сопоставимом с размером области повреждения схемы.

Аппаратно-логические методы повышения надежности хранения, передачи и обработки информации — контроль по модулю, контроль и исправление ошибок с помощью корректирующих кодов, например кодов Хэмминга (1950), не обеспечивают надежной работы, так как одиночные неисправности могут приводить к многократным ошибкам [7]. Эти методы требуют больших затрат аппаратуры и имеют ограниченное применение. Популярные коды Хэмминга используют для контроля информации, передаваемой и хранимой в памяти, но не для контроля адресной части памяти, а также не для контроля управляющей и логикоарифметической части процессора. Они способны исправлять только одиночные ошибки в передаваемой информации, но при ошибках кратности 3 и более могут давать неверные исправления [8].

Для существенного повышения надежности микроэлектронных комплексов и повышения их отказоустойчивости используют постоянное резервирование на уровне систем и их крупных узлов, начиная от дублирования и кончая *n*-кратным (n > 2) их резервированием [7]. Часто используют троирование (n = 3) систем или их крупных узлов. Однако применение резервирования только на уровне систем и их крупных узлов представляется неприемлемым, так как при воздействии радиации могут быть повреждены одновременно все (при n = 2) резервируемые системы и их крупные узлы или большинство из них (при n > 2), а также узлы сравнения и узлы мажоритарного выбора, поскольку при уменьшении размеров логических элементов и особенно при использовании наноразмерных элементов увеличивается вероятность отказов от воздействий частиц, которые могут вывести из строя разные резервируемые системы и узлы. Выход из строя этих систем и узлов обусловлен тем, что в наноэлектронных узлах размеры элементов, из которых они состоят, близки к размерам области повреждений от действия одной частицы. Поэтому в работах по созданию отказоустойчивых электронных систем и их крупных узлов используют поэлементное резервирование, т. е. резервирование на уровне логических элементов, из которых построены крупные узлы, и иногда внутриэлементное резервирование, т. е. резервирование, т. е. резервирование на уровне деталей (например, транзисторов, диодов, сопротивлений), входящих в состав логических элементов.

Известны различные способы резервирования при n > 2 на уровне логических узлов, использующие обход ошибок с помощью мажоритарной логики [7], которая выбирает "верный" результат путем голосования. При трехкратном резервировании небольших логических узлов затраты аппаратуры возрастают более, чем в 3 раза, и под действием радиации может отказать мажоритарный клапан, а также два из трех резервируемых узлов. К способам поэлементного резервирования относятся также различные способы построения надежных схем из ненадежных элементов. Впервые это направление было предложено в 1952 г. Дж. фон Нейманом [9] и в последнее время получило развитие в связи с поиском подходов к разработке цифровых устройств на основе нанотехнологии (см., например [10, 11]). Однако в этих способах используют *n*-кратное резервирование (при $n \ge 3$) на уровне небольших групп логических элементов, что ведет к увеличению аппаратных затрат более, чем в *n* раз. При использовании этих способов применяемые в них восстановительные каскады и мажоритарные клапаны, а также большинство из резервируемых логических узлов и элементов могут отказать при воздействии радиации. Кроме того, при последовательном соединении резервированных узлов с восстановительным каскадом или мажоритарным клапаном на их выходе снижается быстродействие системы именно потому, что в цепи распространения сигналов оказываются эти каскады или клапаны, которые были бы не нужны при гарантированном отсутствии отказов или сбоев.

Общий недостаток указанных известных методов поэлементного резервирования и особенно поэлементного дублирования состоит в том, что при их использовании оба соседних дублируемых элемента ввиду своих малых размеров могут быть повреждены одновременно воздействием одной частицы. Это означает, что даже при трехкратном резервировании могут быть повреждены два из трех элементов, на выходах которых установлен мажоритарный клапан, который в этом случае даст неверный результат.

Другой общий недостаток известных способов резервирования состоит в том, что они не защищают от отказов, произошедших вследствие обрыва соединений под воздействием частиц, что может иметь место вследствие малых размеров сечения соединений в системах наноэлектроники. Поэтому необходимость решения задачи обеспечения отказоустойчивости дискретных электронных систем, находящихся под воздействием излучения частиц, потребовала поиска новых подходов. Одним из них явился предложенный авторами подход [12], основанный на новом виде покомпонентного (поэлементного и внутриэлементного) дублирования и характеризующийся тем, что он не требует узлов сравнения и представляет пару дублирующих друг друга компонентов как один дублированный компонент. Здесь важно, что дублирующие друг друга компоненты располагаются один относительно другого на расстоянии, большем, чем область повреждения от одной частицы. Это означает, что при попадании одной частицы может выйти из строя только один компонент. Предложенный подход обеспечивает феномен сохранения работоспособности дублированного элемента при отказе одного из входящих в него дублирующих друг друга элементов под действием радиации. Поэтому такой подход может быть использован для повышения отказоустойчивости микроэлектронных и наноэлектронных систем высокой степени интеграции.

Рассмотрим этот подход [12]. Оценим вероятность отказа микросхемы², состоящей из N компонентов, при условии, что отказ одного из этих компонентов приводит к отказу всей микросхемы. Это условие справедливо при отсутствии резервирования компонентов микросхемы. Для упрощения задачи примем, что площадь S микросхемы полностью покрыта составляющими ее компонентами, каждый из которых может выйти из строя при попадании в него одной частицы. Примем также, что все эти компоненты занимают одинаковую площадь и имеют одинаковую вероятность отказа при попадании в них частицы. При этом сложность и функции этих компонентов могут быть различными. В качестве компонентов могут выступать логические элементы и межсоединения, либо детали логических элементов, например, транзисторы, диоды, сопротивления.

Тогда вероятность отказа микросхемы, в которой ее компоненты не дублированы, вследствие отказа любого ее компонента будет

$$P_1 = \Phi \cdot S \cdot W_1, \tag{1}$$

где Φ — математическое ожидание флюенса, или иначе говоря, числа частиц, попавших в 1 см² микросхемы за все время облучения; *S* — площадь микросхемы, см²; W_1 — вероятность отказа одного компонента при попадании в него частицы.

Флюенс представляется в виде

$$\Phi = I \cdot t, \tag{2}$$

где I — интенсивность облучения, представляющая число частиц, приходящееся на 1 см² в единицу времени (за 1 с); t — время облучения.

Вероятность W_1 отказа одного элемента при попадании в него частицы может быть представлена в виде:

$$W_1 = \sigma \cdot n \cdot d \cdot f, \tag{3}$$

где σ — сечение взаимодействия облучающей частицы с атомами вещества микросхемы; n — число атомов вещества микросхемы в 1 см³; d — средняя толщина детали логического элемента; f — константа, учитывающая влияние множества факторов, к которым относятся, в частности, вид и энергия частиц, угол их падения на плоскость, где расположена микросхема, ее геометрия и тип материалов, из которых она изготовлена, электрические условия ее работы и другие факторы.

Сделаем некоторые замечания в связи с константой f. Если f = 1, то каждая частица, испытавшая взаимодействие, т. е. попавшая в компонент микросхемы, вызывает его отказ. В действительности же f < 1, т. е. не каждая частица вызывает отказ компонента микросхемы.

При выборе значения константы f важно учесть, что при попадании одной частицы в микросхему к внезапному отказу приводят не только неисправности типа обрыва или короткого замыкания, но и сильные изменения параметров компонентов микросхемы.

Расчет константы f сопряжен с большими неопределенностями, поэтому в конкретных случаях целесообразно определять ее значение экспериментально. Ниже для оценки примем f = 1, хотя выбор другого значения этой константы принципиально ничего не меняет в рассматриваемом подходе.

Приведем пример вычисления вероятности W_1 по формуле (3). Например, если частицы — это нейтроны, то характерное значение сечения взаимодействия составляет $\sigma = 10^{-24}$ см². Примем, что $n = 5 \cdot 10^{22}$ атомов/см³, $d = 3 \cdot 10^{-6}$ см (т. е. примерно 100 атомных слоев), f = 1. С учетом этого для случая нейтронного облучения вычислим $W_1 = 1,5 \cdot 10^{-7}$. Тогда при S = 1 см² получим

$$P_1 = \Phi \cdot 1,5 \cdot 10^{-7}.$$
 (4)

² Здесь термин "микросхема" выбран в качестве краткого общего названия интегральной схемы, относящейся как к нано-, так и микроэлектронике; необходимость в таком общем названии обусловлена тем, что предлагаемый подход и основанные на нем способы резервирования предназначены для использования и в нано- и в микроэлектронике.

Если требуемая вероятность безотказной работы микросхемы составляет

$$1 - P_1 \approx 0,9999,$$
 (5)

то из выражения (4) получим, что допустимый флюенс Φ будет равен

$$\Phi = 10^3 / 1.5. \tag{6}$$

Для других частиц, например, протонов, тяжелых ядер, значение σ увеличивается на 2—4 порядка и допустимый флюенс Φ уменьшается во столько же раз.

Полученные значения флюенса являются очень малыми и весьма далекими от требований, предъявляемых к условиям работы в применениях электроники, связанных с облучением, например в атомной или космической области. Более того, естественный фон космического и земного происхождения оказывается сравнимым с этими значениями флюенса. Отсюда следует вывод о том, что надежность наноэлектронных систем сильно ограничена и явно недостаточна, если не принять специальные меры. Примером является действие тяжелых заряженных частиц (ТЗЧ) на микроэлектронику. Даже редкие их попадания в элементы твердотельной электроники (в космосе) выводят их из строя. В случае наноэлектроники такую же роль будут играть нейтроны, альфа-частицы и даже гамма-кванты.

Согласно рассматриваемому подходу дублирующие друг друга компоненты являются соседними, расстояние между ними превышает размер области повреждения системы от одной частицы излучения, попадающей в нее, что предотвращает поражения обоих дублирующих компонентов действием одной частицы. Отказ любого одного компонента микросхемы при попадании в него частицы не приводит к отказу микросхемы, если продолжает оставаться исправным дублирующий его компонент. Вероятность P_1 этого отказа определяется приведенной выше формулой (1), где S — площадь микросхемы, в которой все компоненты дублированы, S вдвое больше площади микросхемы без дублирования компонентов.

Отказом микросхемы с дублированием компонентов является отказ обоих дублирующих компонентов. Вероятность отказа микросхемы с дублированием компонентов, или, иначе говоря, вероятность отказа второго дублирующего компонента при условии, что дублирующий его первый компонент отказал, будет

$$P_2 = P_1^2 / N, (7)$$

где P_1 — вероятность отказа любого первого дублирующего компонента; N — число пар дублирующих друг друга компонентов в микросхеме. Для микросхемы с дублированием при $S = 2 \text{ см}^2$ получим

$$P_1 = \Phi \cdot 3 \cdot 10^{-7}. \tag{8}$$

Подставив (8) в (7) для случая нейтронов получим

$$P_2 = 9 \cdot 10^{-14} \Phi^2 / N. \tag{9}$$

Откуда для наноэлектронных микросхем при $N = 10^{12}$ получим

$$P_2 = 9 \cdot \Phi^2 \cdot 10^{-26}. \tag{10}$$

Теперь для микросхемы с дублированием примем то же значение вероятности безотказной работы, которая была принята для микросхемы без дублирования в (5):

$$1 - P_2 \approx 0,9999.$$
 (11)

Тогда с учетом (11) получим из (10), что допустимый флюенс Φ для микросхемы с дублированием составит

$$\Phi = 10^{11}/3. \tag{12}$$

Из сравнения выражений (12) и (6) следует, что допустимый флюенс Φ для микросхемы с дублированием возрос в ~5 · 10⁷ раз по сравнению с допустимым флюенсом для микросхемы без дублирования. Это означает, что при той же интенсивности *I* облучения допустимое время *t* облучения возросло в 5 · 10⁷ раз.

На основе этого подхода нами предложены два варианта способа постоянного покомпонентного дублирования, не требующие использования узлов сравнения [12]. В обоих вариантах в дублированном компоненте допускается, как минимум, одиночная неисправность, но только в одном из дублирующих друг друга компонентов.

Первый вариант предлагаемого способа постоянного покомпонентного дублирования является



гис. 5. дуолированный элемент или-п



Рис. 4. Пример схемы дублируемого элемента ИЛИ-НЕ

способом поэлементного дублирования. Он основан на дублировании логических элементов, не имеющих памяти, и заключается в следующем (рис. 3). Для каждого элемента 1 устанавливают идентичный ему дублирующий элемент 2, объединяют одноименные входы дублирующих друг друга элементов 1 и 2, объединяют одноименные выходы дублирующих друг друга логических элементов и располагают дублирующие друг друга логические элементы 1 и 2 на расстоянии друг от друга, превышающем размер области повреждения электронной системы от одной частицы излучения, попадающей в нее. Каждая пара дублирующих друг друга логических элементов 1 и 2 образует дублированный логический элемент 3, выполняющий ту же логическую функцию, например, ИЛИ-НЕ (как показано на рис. 4) или И-НЕ, что и составляющие его логические элементы 1 и 2. Правильная работа этого дублированного логического элемента 3 должна быть обеспечена в случае одиночной неисправности только в одном из дублирующих друг друга логических элементов. Число и тип допускаемых неисправностей (обрыв или короткое замыкание) в одном дублирующем элементе могут зависеть от типа используемых логических элементов, типов их деталей и схемных решений.

Для того чтобы можно было объединять выходы дублирующих друг друга логических элементов в их электрические схемы, выполненные, например, на биполярных или полевых транзисторах, добавляется небольшое число компонентов (транзисторов, диодов, сопротивлений). При этом необходимо учесть нагрузочные характеристики дублированного логического элемента. Полученная возможность непосредственно объединять выходы логических элементов позволяет обойтись без использования узлов сравнения и мажоритарных клапанов.

Пример схемы дублируемого элемента ИЛИ-НЕ на полевых транзисторах показан на рис. 4. При малых размерах логических элементов можно принять, что в них встречаются неисправности только типа обрыва, поэтому в приведенном примере этой схемы допускается одиночная неисправность только типа обрыва. В схеме на рис. 4 транзисторы T_1 , T_2 и T_3 образуют обычную базовую двухвходовую логическую схему ИЛИ-НЕ, транзистор T_4 выполняет функцию диода, а транзистор T_5 — функцию сопротивления нагрузки. Транзистор T_4 позволяет объединять выходы дублирующих друг друга логических элементов, так как сигнал на выходе дублированного элемента будет соответствовать выходному сигналу исправного дублируемого элемента.

Попадание частицы в соединение между элементами может вызвать обрыв этого соединения в наноэлектронных системах. Поэтому в первом варианте предлагаемого способа *дублируют* соединения между элементами и *располагают* дублирующие друг друга соединения между собой на расстоянии, превышающем размер области повреждения микросхемы от одной частицы излучения, попадающей в нее.

Предлагаемый способ не накладывает ограничений на взаимное расположение соседних пар дублирующих друга элементов и соединений. Соседние пары дублирующих друг друга элементов и соединений можно располагать на любом необходимом из конструктивных соображений расстоянии между ними, в том числе на расстоянии, которое меньше размера области повреждения микросхемы от одной частицы. Кроме того, соседние пары дублирующих друг друга элементов и соединений можно располагать в пространстве так, чтобы они в каком-то направлении "перекрывали" друг друга. Если одна частица излучения попадет сразу в две соседние пары дублирующих элементов или соединений и оборвет по одному соединению в этих парах, то обе эти пары останутся работоспособными. Таким образом, средняя площадь, занимаемая дублированным элементом, оказывается слабо связанной с размером области повреждения, и возможна высокая степень интеграции.

Однако в тех случаях, когда дублирование соединений между элементами невозможно или нецелесообразно, например ввиду большой токовой нагрузки на соединение, то в первом варианте предлагаемого способа *устанавливают* ширину соединений между элементами такой, чтобы она превышала размер области повреждения микросхемы от одной частицы излучения, попадающей в указанное соединение, на значение, при котором это соединение после повреждения его одной частицей обеспечивает работоспособность этой электронной системы.

Второй вариант предлагаемого способа является способом внутриэлементного дублирования и основан на дублировании основных деталей (например, транзисторов, диодов, сопротивлений) логических элементов и заключается в следующем. Для каждой детали устанавливают идентичную ему деталь. Основной, а во многих случаях единственной деталью логических элементов является тран-

зистор. В этом случае объединяют одноименные электроды дублирующих друг друга транзисторов и располагают эти транзисторы на расстоянии между ними, превышающем размер области повреждения микросхемы от одной частицы излучения, попадающей в нее. При дублировании полевых транзисторов соединяют между собой одноименные электроды — сток, исток, затвор и подложку. Второй вариант предлагаемого способа можно применять в тех случаях, когда его первый вариант потребует больше затрат на свою реализацию, например, в связи с необходимостью дублирования некоторых деталей внутри логического элемента. При использовании второго варианта аналогично первому варианту дублируют соединения между логическими элементами и их деталями и располагают дублирующие друг друга соединения между собой на расстоянии, превышающем размер области повреждения микросхемы от одной частицы излучения, попадающей в нее. Требования к взаимному расположению дублируемых деталей и к дублированию соединений во втором варианте способа аналогичны требованиям, которые были описаны для первого варианта.

Для второго варианта способа можно принять, что при малых размерах деталей в них встречаются неисправности только типа обрыва. Для случаев неисправностей обоих типов (обрывов и короткого замыкания) могут быть использованы другие способы реализации предложенного подхода. Так, вместо дублирования деталей, которое предусматривается во втором варианте предлагаемого способа, может быть использовано их квадрирование, или иначе говоря, четырехкратное резервирование деталей.

Предлагаемый способ может быть применен не только для построения электронных систем, в которых крупные узлы не резервируются, но и для построения крупных резервируемых узлов и мажоритарных клапанов, а также уменьшения влияния неизбежных технологических дефектов, возникающих как при изготовлении системы, так и при ее эксплуатации.

Заключение

Основные результаты работы сводятся к следующему.

1. Рассмотрено действие излучения на металлические межсоединения и показано, что их изменения необходимо учитывать при построении отказоустойчивых наноэлектронных интегральных схем наряду с учетом изменений в электронных компонентах системы.

2. Показано, что при построении отказоустойчивых наноэлектронных интегральных схем необходимо учитывать изменения геометрии их компонентов наряду с изменениями их физических параметров.

3. Предложен новый подход к построению отказоустойчивых нано- и микроэлектронных интегральных схем и способы его реализации, основанные на поэлементном и внутриэлементном дублировании без использования узлов сравнения результатов.

Список литературы

1. Александров П. А., Баранова Е. К., Баранова И. В., Бударагин В. В., Литвинов В. Л., Свечников А. Б. // Нанои микроэлектронная техника 2012. № 4. 2—11.

2. Silicon Nanoelectronics / Editors S. Oda, D. Ferri. Taylor and Francis. 2006. 313 p.

3. Томсон М. Дефекты и радиационные повреждения в металлах. М.: Мир. 1971. 367 с.

4. Kun F., Bardos G. Fractal dimension of collision cadcades // Phys. Rev. E 1997. V. 55, N 2. P. 1508–1513.

5. **Simeone D., Luneville L., Serruys D.** Cascade fragmentation under ion beam irradiation: A fractal approach // Phys. Rev. E 2010, 82, 011122.

6. Махвиладзе Т. М., Сарычев М. Е. // Труды Физикотехнологического института. Т. 20: Квантовые компьютеры, микро- и наноэлектроника: физика, технология, диагностика и моделирование. 2009. С. 85—110.

7. Жук В. И. О возможности применения аппаратных методов повышения надежности работы оперативных и полупостоянных запоминающих устройств, используемых в условиях повышенной радиации. Препринт ИАЭ-6577/16. М.: Российский научный центр "Курчатовский институт", 2009. 19 с.

8. Путинцев Н. Д. Аппаратный контроль управляющих цифровых вычислительных машин. М.: Советское радио, 1996. 326 с.

9. Дж. фон Нейман. Вероятностная логика и синтез надежных организмов из ненадежных компонент // В кн. "Автоматы". — М.: ИЛ, 1956. С. 68—139.

10. **Han J., Jonker P. A** Fault-Tolerant Technique for Nanocomputers: NAND Multiplexing // Proc. of ASCI 2002, The Eighth Annual Conference of the Advanced School for Computing and Imaging, 2002. P. 59–66.

11. **Bhaduri D., Shukla S., Graham P., Gokhate M.** Comparing Reliability-Redudancy Trade-offs for Two Von Neuman Multeplexing Architectures // IEEE Trans. on Nanotechnology. 2007. V. 6, N 3. P. 265–279.

12. Александров П. А., Жук В. И., Литвинов В. Л. Способ постоянного поэлементного дублирования в дискретных электронных системах (варианты). Патент РФ на изобретение № 2475820 от 10.08.2011, классы МПК G06F 11/16, H03K 19/007.

УДК 621.315.61

А. И. Воробьева, канд. техн. наук., вед. науч. сотр., С. Л. Прищепа, д-р физ.-мат. наук, проф., Е. А. Уткина, канд. техн. наук. доц., вед. науч. сотр., О. М. Комар, аспирант, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, г. Минск, Республика Беларусь, e-mail: vorobjova@bsuir.by

ФОРМИРОВАНИЕ И СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ НАНОСТОЛБИКОВ В ПОРИСТОМ ОКСИДЕ АЛЮМИНИЯ

Поступила в редакцию 06.08.2013

Рассматривается электрохимический метод формирования вертикально ориентированных никелевых наностолбиков с использованием шаблона из тонкого пористого анодного оксида алюминия (ПАОА). Исследуются электрофизические свойства никелевых наностолбиков, встроенных в ПАОА, в сравнении с обычными (не окруженными оксидом) наночастицами нанокристаллического и аморфного никеля.

Ключевые слова: никелевые наностолбики, пористый оксид алюминия, удельная намагниченность, электрохимические процессы

A. I. Vorobjova, S. L. Prischepa, E. A. Utkina, O. M. Komar

FORMATION AND PROPERTIES OF NICKEL NANOPILLARS IN POROUS ALUMINUM OXIDE

The electrochemical method of formation of vertically oriented nickel nanopillars with the use of template from a porous anodic aluminum oxide (PAOA) is considered. The electrophysical properties of nickel nanopillars embedded in PAOA in comparison with usual (not surrounded with oxide) nanoparticles of nanocrystalline and amorphous nickel are investigated.

Keywords: nickel nanopillars, porous aluminum oxide, specific magnetization, electrochemical processes

Введение

Магнитные наностолбики (нанонити) представляют собой важное семейство магнитных наноструктур благодаря потенциальным возможностям их применения для создания магнитной памяти с высокой плотностью записи [1—3], одноэлектронных приборов [4], наноэмиттеров в жидкокристаллических индикаторных устройствах (ЖКИ) [5]. Кроме того, магнитные нанокомпозитные структуры интересны как материал для фундаментальных исследований магнитных и транспортных свойств в размерно-ограниченных магнитных системах [6], так как они имеют уникальные физические свойства по сравнению с микрокристаллическими и объемными аналогами [7—11].

При изготовлении наноразмерных объектов различного назначения широко используют упорядоченные матрицы из пористого анодного оксида алюминия (ПАОА) благодаря их следующим уникальным свойствам: контролируемые значения размеров пор и расстояний между ними, малый разброс значений этих величин, идеальная цилиндрическая форма пор [12, 13]. Изготовление наноструктур с использованием ПАОА в качестве маски или матричного шаблона (*template*) дешевле, чем изготовление таких же структур методом электронно-лучевой литографии [14], а также позволяет формировать наноструктуры на поверхности большой площади.

Для формирования магнитных наноразмерных материалов с использованием ПАОА широко используют химические методы, такие как электрохимическое осаждение на переменном токе [15], электрохимическое осаждение на постоянном токе [16, 17], золь-гель методы [18] и др. Обычный процесс осаждения на постоянном токе с использованием пористой мембраны из оксида алюминия состоит из следующих этапов: травление мембраны для получения сквозных пор, осаждение на одну из сторон мембраны проводящего материала для формирования рабочего электрода, и собственно электроосаждение длинных нанонитей [19—23].

Данный метод применим только для свободных пленок пористого оксида алюминия (мембран), которые имеют толщину более 20 мкм (как правило, 50—80 мкм), достаточную для проведения технологических операций. В то же время для большинства наноструктурных применений, отмеченных выше, требуется толщина пористого Al_2O_3 от нескольких сотен нанометров до нескольких микрометров. Такой оксид изготовляют из тонких пленок алюминия, сформированных на подложке методами вакуумного осаждения.

В представленной работе рассматривается процесс формирования матрицы никелевых нанораз-

мерных столбиков в тонком (толщиной до 1,0 мкм) ПАОА на различных функциональных подложках методом электрохимического осаждения. Исследуются электрофизические свойства никелевых наностолбиков, встроенных в ПАОА, в сравнении с обычными (не окруженными оксидом) наночастицами нанокристаллического и аморфного никеля.

1. Методика эксперимента

Экспериментальные образцы представляли собой двухслойные тонкопленочные композиции алюминия (Al) и тантала (Ta), осажденные на стандартные (6,0 \times 4,8 см) ситалловые или Si/SiO₂ (диаметр кремниевой подложки 76 мм) подложки. Поликристаллические пленки A1 толщиной 2500...3000 нм и Та толщиной 300...600 нм (адгезионный подслой) получали методом электронно-лучевого распыления в едином вакуумном цикле на установке 01НЭ-7-004 (Оратория-9). Остаточное давление в вакуумной камере при распылении Та составляло $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па, температура подложки 523 К, скорость осаждения (1,0 ± 0,2) нм/с. После охлаждения подложек до 423 К и при остаточном давлении $1,4 \cdot 10^{-4}$ Па на слой Та осаждали слой Аl из мишени марки А-995 (0,005 % примесей) со скоростью (5,0 \pm 0,5) нм/с. Толщину и скорость осаждения пленок контролировали кварцевым измерителем толщины.

Далее на каждой подложке формировали окошки (6 окон — на ситалловой и 12 окон — на кремниевой подложке) с площадью рабочей поверхности 1,0 см² методом фотолитографии и плотного анодирования в 1 %-ном водном растворе лимонной кислоты. Маскирование перед плотным анодированием проводили с использованием позитивного фоторезиста $\Phi\Pi$ -383.

Тонкие пленки пористого оксида алюминия Al_2O_3 с упорядоченной структурой изготовляли путем двухстадийного процесса анодирования как описано в работе [24], используя два типа электролита: 3,4 %-ный водный раствор щавелевой кислоты (электролит № 1) и 4 %-ный водный раствор ортофосфорной кислоты (электролит № 2). Параметры процесса анодирования и пористого оксида алюминия представлены в табл. 1.

Перед первым пористым анодированием проводили плотное анодирование пленки алюминия в 1 %-ном водном растворе лимонной кислоты при напряжении в 1,7 раза меньшем, чем напряжение формирования ПАОА. Эта операция улучшает планарность поверхности крупнозернистой пленки А1 и процесс пористого анодирования начинается по всей поверхности образца почти одновременно. После второго анодирования образуется относительно упорядоченная пористая пленка оксида алюминия толщиной порядка 500 нм. Таким образом, пленка алюминия анодируется не насквозь (до пленки Та), а на определенную глубину,

Основные параметры процесса анодирования и пористого оксида алюминия

Параметр	Электролит					
параметр	Nº 1	№ 2				
Напряжение анодирования	40	80				
(стадия 1 и стадия 2), V_a^1 , V_a^2 , В						
Время анодирования (стадия 1), t_a^1 , мин	20	40				
Время анодирования (стадия 2) t_a^2 , мин	15	30				
Температура электролита, T_a , °C	14	14				
Толщина оксида, <i>H</i> _o , нм	500	450				
Толщина барьерного слоя, <i>h</i> _б , нм	40	80				
Средний диаметр пор [*] , <i>d_n</i> , нм	40	90				
*До процесса утонения						

так что оставшаяся пленка A1 толщиной 1300...1500 нм является хорошим токопроводящим слоем при осаждении металла в поры. Очень важно, что полученная пленочная композиция остается на подложке.

Перед осаждением металла проводили "утонение" барьерного слоя на дне пор оксида, как описано в работе [25]. Использовали комбинированный процесс утонения. Сначала проводили локальное электрохимическое растворение барьерного слоя только на дне пор сразу после анодирования при постепенном снижении потенциала анодирования с постоянной скоростью 0,5 мВ/с до 15 В, затем с постоянной скоростью 0,2 мВ/с до 5 В. Когда потенциал достигает минимального значения, толщина барьерного оксида на дне пор становится близкой к 5...7 нм. Дальнейшее уменьшение потенциала анодирования может вызвать отслаивание окисной структуры от пленки алюминия во время осаждения металла. Затем проводили химическое травление остатков барьерного слоя в 4 %-ном водном растворе ортофосфорной кислоты при комнатной температуре (20 °C) в течение 30 мин. Полученная матрица из ПАОА со сквозными каналами на тонкой пленке оставшегося алюминия является рабочим электродом при электрохимическом осаждении никеля.

Для осаждения никеля в пористый оксид алюминия использовали электролит следующего состава (в г/л): NiSO₄ · 7H₂O (140); NiCl₂ · 6H₂O (30); H₃BO₃ (25); Na₂SO₄ (60), pH = 5,2. Осаждение проводили либо в трехэлектродной ячейке при постоянном потенциале в диапазоне -1, 6...-2, 0 В (относительно Ag/AgCl_{нас} электрода сравнения) в течение 3...10 мин (DC-осаждение), либо в импульсном режиме: -12...+4 В. Число импульсов — от 44 до 120. В качестве вспомогательного электрода использовали графитовую пластину.

Морфологию поверхности и поперечных сколов образцов полученного материала исследовали с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ — Philips XL 30 S FEG) и атомно-силовой микроскопии (ACM) на приборах Nanotop NT-206 ("Микротестмашины", Беларусь) и Solver P47H (NT-MDT Co., Россия). Измерения осуществляли в контактном режиме в атмосферных условиях с использованием кремниевых кантилеверов CSC12/15. Компьютерная обработка экспериментальных данных проводилась с помощью пакета прикладных программ "SX (Surface Xplorer)".

Исследования фазового состава экспериментальных образцов проводили методом рентгеноструктурного анализа (X-ray diffraction, XRD) с использованием дифрактометра ДРОН-2 (СиК α -излучение с длиной волны $\lambda = 0,154056$ нм) и дифрактометра PANalyticalX'pertProMPD). Электромагнитные измерения проводили на установке "Поле 086-ТЕСЛА".

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены данные рентгенофазового анализа экспериментальных образцов (металлсодержащих нанокомпозитов Al_2O_3 — Ni), полученных в режиме импульсного осаждения (*a*) и при постоянном потенциале (*б*) в первом электролите. Форма приведенных спектров с узкими пиками позволяет однозначно утверждать, что композит имеет кристаллическую структуру.

Кроме рефлексов никеля (44,52°) на рентгенограммах присутствуют пики, соответствующие алюминие-вой пленке (38,52°). Матрица Al_2O_3 является рентгеноаморфной и не вносит существенного вклада в ди-

фракционные спектры. Лишь при малом содержании никеля (рис. 1, *в*) на рентгенограмме наблюдается гало, соответствующее рассеянию рентгеновского излучения на пористой матрице (23,25°).

Сигналы от кристаллического никеля четко выражены и по интенсивности почти не отличаются для образцов с двух циклов осаждения в разных режимах. Индицирование рентгенограмм и уточнение параметров элементарной ячейки проводили с использованием справочно-расчетных таблиц [26]. Никель кристаллизуется в кубической сингонии с параметром гранецентрированной элементарной ячейки a = 3,5224 Å [27].

По формуле Дебая—Шерера были рассчитаны размеры когерентных областей (кристаллитов никеля), которым соответствуют полученные пики:



Рис. 1. Рентгеновская дифрактограмма нанокомпозита Al_2O_3 (электролит № 1) — Ni для двух типов образцов:

a — никель получали в режиме импульсного осаждения (88 импульсов); δ — при постоянном потенциале (-1,8 B, 5 мин); e — для Al₂O₃ с малым содержанием никеля (-1,8 B, 30 с)

$$L=\frac{0.9\lambda}{B\cos\theta},$$

где L — размер кристаллитов; λ — длина волны рентгеновского излучения; B — полная ширина пика на уровне средней линии (в половине максимума) и θ — половина угла дифракции пика кристаллической ориентации. Табл. 2 содержит полученные структурные данные для двух типов образцов.

Из полученных результатов можно сделать вывод, что формирующиеся кристаллиты Ni имеют гранецентрированную кубическую структуру (fcc) с основным кристаллографическим направлением [111]. Сравнение данных для пяти образцов двух типов показывает, что средний размер кристаллитов лежит в диапазоне 17...24 нм. Таблица 2

Данные рентгеноструктурного анализа

Кристаллическая ориентация	20	В	<i>L</i> , нм	Интенсив- ность, %				
Ni (111) ¹ Ni (111) Al (111)	44,52 (44,51) ² 44,58 (44,51) 38,52	0,38 0,49 0,43	23 17,5 —	30 30 100				
¹ Импульсный режим. ² В скобках приведены значения из работы [26].								

Для определения топографических параметров микроструктуры образцов (микрорельефа поверхности) были проведены АСМ-исследования на микроскопах отечественного производства Nanotop NT-206 ("Микротестмашины", Беларусь) и Solver Р47Н (NT-MDT Co., Россия), рис. 2 и 3.

Исследовали нанокомпозиты Al₂O₃ - Ni (столбики никеля, встроенные в пористый оксид алюминия) и столбики никеля без оксида после селективного травления последнего в растворе следующего состава: 1,8 масс. % H₂CrO₄ и 7,4 масс. % H₃PO₄ при температуре 85 °С. По АСМ-изображениям (Solver Р47Н (NT-MDT Co., Россия) оценивали протяженность наностолбиков вдоль оси пор, и однородность их распределения на площади 4 × 4 мкм для различных условий осаждения. Топография поверхности свободных столбиков никеля без оксида алюминия для образцов, полученных в режиме импульсного осаждения, показана на рис. 2.

На рис. 3 приведены 2D-АСМ-изображение по-

верхности образца после травления оксида алюминия (а) и профили поверхности этого образца на различных участках поверхности (б, в), полученные с использованием прибора Nanotop NT-206, для образца с никелем, осажденным при постоянном потенциале.

На АСМ-изображениях видна совокупность регулярных, примыкающих друг к другу куполообразных столбиков никеля. Изображения поверхности, снятые на различных участках образцов каждого типа, имели идентичный характер, что свидетельствовало о достаточно хорошей воспроизводимости и повторяемости результатов. Вблизи фронта барьерного слоя поры заполнены практически на 100 %.

Значения характеристических параметров микрорельефа, полученные в результате статистического анализа АСМ-профилей на площади 4×4 мкм, и основные геометрические параметры экспериментальных образцов

Основные топографические параметры экспериментальных образцов

Параметри	Тип подложки					
Парамстры	Кремний	Ситалл				
Диаметр столбиков d^1 , нм Расстояние между столбиками D , нм Высота столбиков h , нм Разброс высот рельефа Z_{mean} , нм	6080 (67,0) ² 100120 (107,8) 4060 15,505	6085 100125 4065 22,617				
10						

Определяется на уровне средней линии.

² В скобках представлены значения, полученные по про-филям, приведенным на рис. 3.

приведены в табл. 3. Расчетное значение расстояния между столбиками (расстояние между ячейками в пористом оксиде алюминия, равное диаметру ячейки) определяется по формуле $D_{\rm g} = 2k_{\rm a} \cdot V_{\rm a}^{\rm T} + d_p^{\rm T} = 2 \cdot 0,9 \cdot 40 + 40 = 112$ нм, где $D_{\rm g}$ — диаметр ячейки; *k*_a — постоянная анодирования, равная для данного электролита 0,9 нм/В. Полученное значение хорошо согласуется со значением D профиля на рис. 3, б (107,8 нм).

На рис. 4 показаны РЭМ-фотографии поверхности нанокомпозита Al₂O₃ — Ni для двух типов образцов: никель осаждали при постоянном потенциале (рис. 4, *a*); в импульсном режиме (рис. 4, *б*). Из фотографий видно, что степень заполнения пор никелем выше для образцов, полученных в импульсном режиме.

АСМ-исследования показали, что вблизи фронта барьерного слоя ПАОА поры заполнены практиче-



Рис. 2. 2D- и 3D-АСМ-изображения поверхности свободных столбиков Ni:

а, б — оксид сформирован в электролите № 2; в, е — оксид сформирован в электролите № 1; на вставках профили, соответствующие маркировочным линиям на 2D-изображениях





ски на 100 %. РЭМ-фотографии поверхности образцов показывают, что не все поры заполнены и/или не в одинаковой степени. Скорость заполнения пор металлом различается ввиду образования пузырьков водорода на поверхности оксида во время осаждения, флуктуаций толщины барьерного слоя, и степени упорядоченности пористого оксида алюминия. Никель предпочтительно осаждается в тех порах, которые не заблокированы пузырьками водорода, и длина столбиков различается. Поэтому такой параметр профилей как высота столбиков, определяемый и свойствами матрицы, и условиями проведения синтеза, имеет разброс 30 %. Более порядка узкое (с разбросом не более 10 %) распределение столбиков по размерам при использовании тонких пленок, осажденных на подложки, пока еще трудно достижимая задача без использования технологии импринтинга.

Были проведены также исследования температурных зависимостей удельной намагниченности полученного композитного материала. Температурные зависимости удельной намагниченности $\sigma = f(T)$ изучены в диапазоне температур 77...700 К в режимах нагревания и охлаждения образцов (рис. 5).

Температуру Кюри (T_C) для полученного электролитического никеля определяли согласно закону Кюри — Вейсса: $\sigma(T) \approx (1/T/T_C)^{1/2}$. На вставке к рис. 5 показана зависимость $\sigma^2(T)$, что позволяет определить значение T_C электролитического никеля как 627 К. Это значение согласуется с температурой Кюри массивного никеля.

Значение удельной намагниченности (40 $A \cdot m^2 \cdot \kappa r^{-1}$ при охлаждении и 45 $A \cdot m^2 \cdot \kappa r^{-1}$ при нагревании) соответствует размерам нанокристаллитов и условиям съемки [28]. Для массивного никеля удельная намагниченность равна 58,9 $A \cdot m^2 \cdot \kappa r^{-1}$ [29]. Из полученных данных определили магнитный момент атома никеля, равный 0,46µ_B, (µ_B — магнетон Бора), что меньше, чем магнитный момент атома Ni (0,62µ_B), известный из литературы [30]. Меньшие значения удельной намагниченности и магнитного момента скорее всего вызваны размерными эффектами.



Рис. 4. РЭМ-фотографии поверхности нанокомпозита Al₂O₃ (электролит № 2) — Ni для двух типов образцов:

a — никель получен при постоянном потенциале (—1,8 В, 10 мин); δ — никель получен в режиме импульсного осаждения (120 импульсов)





Заключение

Детально изучен метод осаждения никеля в упорядоченные наноканалы тонкого пористого оксида алюминия, находящегося на подложке. Представленный метод формирования матрицы упорядоченных, металлических наностолбиков — дешевый и гибкий в отношении размеров столбиков и толщины пористой структуры. Толщина барьерного слоя и диаметр пор могут варьироваться в широких пределах независимо друг от друга.

Экспериментальные исследования показали, что на начальном этапе осаждения около 100 % пор заполняются никелем, а наблюдаемые флуктуации в скорости роста наностолбиков зависят от флуктуаций толщины барьерного слоя, степени совершенства матрицы из оксида и режима осаждения. С увеличением потенциала и времени при DC-осаждении выделение водорода становится доминирующим процессом, подавляя однородное осаждение и уменьшая коэффициент заполнения пор.

Исследования структурных свойств никелевых нанонитей, встроенных в ПАОА, в сравнении с обычными (не окруженными оксидом) наночастицами нанокристаллического никеля, показали, что полученный материал имеет параметры, свойственные наночастицам нанокристаллического никеля размером около 18 нм.

Предлагаемый метод электрохимического осаждения может быть использован для осаждения таких материалов, как Fe, Co, и NiFe-сплавов, которые находят применение в качестве ферромагнитных материалов для запоминающих устройств с высокой плотностью записи и хранения информации, а также устройств спинтроники. Вертикально ориентированные, однонаправленные столбики из чередующихся металлических нанослоев представляют значительный интерес для создания регулярной структурированной вертикально ориентированной среды, содержащей большое количество магнитных однодоменных наноразмерных частиц [31, 32]. В этом случае осаждение многослойных тонкопленочных композиций магнитных и немагнитных материалов, например Ni-Cu-Fe, в пористый оксид возможно только при определенных фиксированных потенциалах, при этом оксид алюминия должен оставаться на подложке в контакте с токоподводящим слоем.

Работа выполнена в рамках Государственной научнотехнической программы "Нанотехнологии и наноматериалы" Министерства образования Республики Беларусь.

Авторы выражают благодарность канд. физ.-мат. наук Янушкевичу Казимиру Иосифовичу (ИФТТП НАНБ) за помощь при проведении исследований магнитных свойств экспериментальных образцов.

Список литературы

1. AlMawlawi D., Coombs N., Moskovits M. Magnetic Properties of Fe Deposited into Anodic Aluminum Oxide Pores as a Function of Particle Size // J. Appl. Phys. 1991. V. 70. P. 4421-4426.

2. Li F., Metzger R. M., Doyle W. D. Influence of particle size on the magnetic viscosity and activation volume of Fe nanowires in alumina films // IEEE Trans. Magn. 1997. V. 33. N 5. P. 3715–3717.

3. Nielsch K., Wehrspohn R. B., Barthel. J. et al. Hexagonally ordered 100 nm period nickel nanowire arrays // J. Appl. Phys. Lett. 2001. V. 79. \mathbb{N} 9. P. 1360—1364.

4. **Tager A. A., Xu J. M., Moskovits M.** Spontaneous charge polarization in single-electron tunneling through coupled nanowires // Phys. Rev. B. 1997. V. 55. P. 4530–4538.

5. Kruis F. E., Nielsch K., Fissan H. et al. Preparation of sizeclassified PbS nanoparticles in the gas phase // Appl. Phys. Lett. 1998. V. 73. P. 547–556.

6. Fert A., Piraux L. Magnetic nanowires // J. Magn. Magn. Mater. 1999. V. 200. P. $338{-}358.$

7. Karch J., Birringer R. and Gleiter H. Ceramics ductile at low temperature // Nature. 1989. V. 330. P. 556.

8. **Gleiter H.** Nanocrystalline materials // Prog. Mater. Sci. 1989. V. 33, № 4. P. 223–315.

9. Hahn H. and Averback R. S. Low-Temperature Creep fo Nanocrystalline. Titanium Oxide // J. Am. Ceram. Soc. 1991. V. 74 (11). P. 2918–2921.

10. **Beck D. D., Siegel R. W.** The Dissociative Adsorption of Hydrogen Sulfide Over Nanophase Titanium Dioxide // J. Mater. Res. 1992. V. 7. P. 2840–2845.

11. McMichael R. D., Shull R. D., Swartzendruber L. J., Bennett L. H. Magnetocaloric effect in superparamagnets // J. Magn. Magn. Mater. 1992. V. 11. P. 29–33.

12. Wang X. F., Zhang L. D., Shi H. Z. et al. Ordered singlecrystalline Bi nanowire arrays embedded in nanochannels of anodic alumina membranes // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. V. 34 (3). P. 418–421.

13. Li L. Influence of phosphorous acid on electrodeposition of cobalt in pores of porous anodic films of aluminum // J. Mater. Sci. Lett. 2001. V. 20. P. 1459–1461.

14. **Routkevitch D., Tager A.A., Haruyama J.** et al. Nonlithographic nano-wire arrays: fabrication, physics, and device applications // IEEE Trans. Electron Dev. 1996. V. 147. P. 1646—1658.

15. **Xu J., Xu Y.** Fabrication and Magnetic Property of Binary Co–Ni Nanowire Array by Alternating Current Electrodeposition // Appl. Surf. Sci. 2007. V. 253 (17). P. 7203–7206.

16. Lin S. W., Chang S. C., Hu S. F. et al. Fabrication and magnetic properties of nickel nanowires // J. Magn. Magn. Mater. 2004. V. 282. P. 28.

17. Cho J. U., Wu J. H., Min J. H. et al. Control of magnetic anisotropy of Co nanowires // J. Magn. Magn. Mater. 2006. V. 303. P. 281.

18. **Wu G. S., Xie T., Yuan X. Y.** et al. Controlled synthesis of ZnO nanowires or nanotubes via sol-gel template process // Solid State Commun. 2005. V. 134. P. 485–489.

19. Forrer P., Schlottig F., Siegenthaler H. Electrochemical preparation and surface properties of gold nano wire arrays formed by the template technique // J. Appl. Electrochem. 2000. V. 30. P. 535.

20. **Tian M., Wang J., Kurtz J.** et al. Electrochemical Growth of Single-Crystal Metal Nanowires via a Two-Dimensional Nucleation and Growth Mechanism // Nano. Lett. 2003. V. 3. P. 919–923.

21. Yin A. J., Li J., Jian W. et al. Fabrication of highly ordered metallic nanowire arrays by electrodeposition // Appl. Phys. Lett. 2001. V. 79. P. 1039–1042.

22. **Sellmyer D. J., Zheng M., Skomski R.** Magnetism of Fe, Co and Ni nanowires in self-assembled arrays // J. Phys.: Condens. Matter. 2001. V. 13. P. R433.

23. **Pan H., Liu B. H., Yi J. B.** et al. Growth of Single-Crystalline Ni and Co Nanowires via Electrochemical Deposition and Their Magnetic Properties // J. Phys. Chem. B. 2005. V. 109. P. 3094–3098.

24. Воробьева А. И., Уткина Е. А. Получение тонких пористых оксидов алюминия с регулярной упорядоченной структурой // Микроэлектроника. 2005. Т. 34. № 2. С. 125—134.

25. Воробьева А. И., Уткина Е. А., Комар О. М. Однородное осаждение никеля в поры упорядоченного тонкого оксида алюминия // Микроэлектроника. 2013. Т. 42, № 1. С. 1–11.

26. Горелик С. С., Расторгуев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электронографический анализ металлов (справочно-расчетные таблицы). М.: Металлургиздат, 1963. 92 с.

27. Xiaohui Lin, Guangbin Ji, Tingting Gao et al. Ultrafine Fe— Co nanowires: Fabrication and heat treatment influence on the structure and magnetic properties // Solid State Communications. 2011. V. 151. P. 1708–1711.

28. You-wei Du, Ming-xiang Xu, Jian Wu et al. Magnetic properties of ultrafine nickel particles // J. Appl. Phys. 1991. V. 70 (10), №15. P. 5903-5907.

29. **Pauthenrt R.** High Field Magnetism / Ed. M. Date. Amsterdam: North-Holland Publ. Com., 1983. 77 p.

30. Dormann J. L., Fiorani D., Tronc E. Magnetic relaxation in fine-particle systems // Adv. Chem. Phys. 1997. V. 98. P. 283-294.

31. Foong T. R. B., Sellinger A., Xu X. Origin of the bottlenecks in preparing anodized aluminium oxide (AAO) templates on ITO glass // ACS Nano. 2008. V. 2 (11). P. 2250–2256.

32. Sun L., Hao Y., Chien C.-L., Searson P. C. Tuning the properties of magnetic nanowires // IBM Journal Res. & Dev. 2005. V. 49, No 1. P. 79–102.

Моделирование и конструирование MHCT Modelling and designing of MNST

УДК 621.3.011

В. Г. Сапогин¹, канд. физ.-мат. наук., проф., e-mail: sapogin@mail.ru,

Н. Н. Прокопенко², д-р техн. наук, проф., зав. каф., **В. И. Марчук**², д-р техн. наук, проф., зав. каф.,

В. Г. Манжула³, канд. техн. наук, доц., проректор, А. С. Будяков⁴, канд. техн. наук, нач. лаб.,

1 Таганрогский технологический институт Южного федерального университета

² Шахтинский филиал Донского государственного технического университета (ДГТУ)

³ Институт коммуникативных технологий (НОУ ИКТ), Москва

⁴ Федеральное государственное унитарное предприятие "НПП "Пульсар"

ИНДУКТИВНЫЕ СВОЙСТВА МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ПРОВОДЯЩЕГО КОЛЬЦА С ПЛОТНОСТЬЮ ВИХРЕВОГО ТОКА АЗИМУТАЛЬНОГО НАПРАВЛЕНИЯ

Поступила в редакцию 28.06.2013

Предложен аналитический метод расчета индукционных и индуктивных свойств микроскопического проводящего кольца с азимутальной плотностью вихревого тока. Метод не ограничен по частоте и позволяет: рассчитать радиальные распределения азимутальной компоненты вектора напряженности вихревого электрического поля, плотности токов Фуко; определить зависимости среднего значения ЭДС в кольце, индукционного тока и интегрального омического сопротивления от приведенного радиуса полости кольца; вычислить с точки зрения энергетики индуктивность, вносимую проводящим кольцом, для исследуемых электромагнитных полей, в которых между током и потоком существует конечный фазовый сдвиг.

Оценки, проведенные для существующих проводников и полупроводников, указывают на то, что больших значений индуктивности микроскопических колец можно добиться на низких частотах для материалов с малым удельным сопротивлением и малых значений индуктивности — на СВЧ и КВЧ для материалов с большим удельным сопротивлением.

Ключевые слова: вносимая индуктивность, индукция, микроскопическое кольцо, вихревое электрическое поле, переменный ток, поток магнитного поля

V. G. Sapogin, N. N. Prokopenko, V. I. Marchuk, V. G. Manzhula, A. S. Budyakov

INDUCTIVE PROPERTIES OF MICROSCOPIC CONDUCTING RING WITH DENSITY OF ROTATIONAL CURRENT OF AZIMUTH DIRECTION

The analytical method for calculation of induction and inductive properties of microscopic conducting ring with azimuth density of rotational current has been proposed. The method has not been limited on frequency and permits: to calculate radial distributions of azimuth component for strength vector of rotational electric field, densities of whirling currents, to determine the dependence of average electro moving force (EMF) in the ring, inductive current and integral ohmic resistor from equivalent cavity's radius of the ring; on the base of energy considerations to calculate for investigated electromagnetic fields, where is the finite phase shift between the current and the flux, the inductance, being introduced by conducting ring.

Estimations, executed for real conductors and semiconductors point out to that the great values of inductance of microscopic rings can be achieved at the low frequencies for materials with a small specific resistance. The small values of inductance can be achieved at the very high frequency (VHF) and extremely high frequency (EHF) for materials with a large specific resistance.

Keywords: introduced inductance, induction, microscopic ring, rotational electric field, alternating current, magnetic field flux

Введение

Уменьшение геометрических размеров элементов интегральных микросхем породило в микросхемотехнике фундаментальную проблему создания планарной индуктивности, которая в малых размерах имела бы приемлемые значения при работе в гигагерцовом диапазоне частот.

Оценки индуктивности кольца, выполненные по известным методам расчета [1], в микрометро-

вом диапазоне геометрических размеров могут приводить к отрицательным значениям.

Обнаруженный недостаток расчетов настоятельно требует создания принципиально новых физико-математических моделей, ориентированных на потребности планарной технологии.

В работах [2—4] был найден подход к решению задач кольцевой геометрии, в основе которого лежит закон Био—Савара—Лапласа, либо уравнения магнитостатики. Полученные там результаты дают неплохое совпадение с экспериментальными данными и могут быть применимы для частот переменного тока, при которых отсутствует фазовый сдвиг между током и потоком.

Ниже излагается оригинальный подход к решению задач кольцевой геометрии, в которых между током и потоком может существовать конечный фазовый сдвиг. Подход объединяет в себе возможности двух- и трехмерных задач и не ограничивает возможный диапазон изменения частоты переменного тока.

Математическая модель расчета

Математическая модель расчета основана на решении первого уравнения Максвелла для цилиндрической симметрии исследуемых электромагнитных полей. В простейшей постановке задачи переменное однородное аксиальное магнитное поле, имеющее одну компоненту $\mathbf{B} = (0, 0, B_z)$, формирует поток через кольцо, при котором возникающее вихревое электрическое поле имеет одну азимутальную компоненту $\mathbf{E} = (0, E_{\phi}, 0)$. Тогда зависимость от времени внешнего магнитного поля задаем в виде

$$B_z = B_0 \cos\omega t, \tag{1}$$

где B_0 = const не зависит от координат системы и в расчетах ограничено в радиальном направлении внешним радиусом цилиндра *R*.



На рис. 1 представлена ориентация проводящего кольца по отношению к направлению вектора **B**. Радиус отверстия кольца обозначен через r_1 , а произвольная аксиальная толщина кольца обозначена через h.

Распределение вихревого электрического поля в пространстве кольца описывается первым уравнением Максвелла

$$\operatorname{rot}\mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}.$$
 (2)

Переписанное в проекциях для полей B_{χ} и E_{φ} , оно имеет вид

$$(\operatorname{rot}\mathbf{E})_{z} = -\frac{\partial B_{z}}{\partial t}.$$
(3)

Предполагая, что фаза вихревого электрического поля совпадает с фазой скорости изменения магнитного поля

$$E_{\omega} = E_0(r) \sin \omega t, \qquad (4)$$

из уравнения (3) получим уравнение, связывающее $E_0(r)$ и B_0 :

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}(rE_0) = \omega B_0. \tag{5}$$

Его решение для $E_0(r)$ имеет вид

$$E_0(r) = \omega B_0 r/2 + C_1/r.$$
 (6)

В решении (6) избавимся от особенности при $r \rightarrow 0$, полагая $C_1 = 0$. Из выражения (6) видно, что азимутальная компонента вектора напряженности вихревого электрического поля — линейная функция радиуса с масштабом

$$E_* = \omega B_0 R/2 = \pi v B_0 R. \tag{7}$$

Распределение вихревого поля в однородном проводящем цилиндре создает вихревые токи Фуко, вектор плотности тока которых имеет такое же направление в пространстве и рассчитывается из локального закона Ома:

$$j_{\varphi} = E_{\varphi}/\rho, \qquad (8)$$

где ρ — удельное сопротивление цилиндра. Из (8) видно, что плотность тока Фуко в однородной проводящей среде при ρ = const также является линейной функцией радиуса и зависит от времени, как и E_{ω} :

$$j_{0} = j_{0}(r)\sin\omega t, \qquad (9)$$

где $j_0(r)$ связано с масштабом плотности тока, равным

$$j_* = \pi v B_0 R / \rho, \tag{10}$$

соотношением

$$j_0(r) = j_* r/R.$$
 (11)

Из соотношения (10) для масштаба плотности тока видно, что при прочих равных условиях он

– НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 1, 2014 —

может достигать больших значений на высоких частотах для проводящего кольца с малым значением удельного сопротивления р. Это может приводить к существенному нагреву внешней боковой поверхности кольца на высоких частотах.

Поскольку напряженность вихревого поля E_{ϕ} зависит линейно от радиуса, то элементарная электродвижущая сила (ЭДС) индукции также будет зависеть от радиуса и момента времени:

$$d\varepsilon = \mathbf{Edl} = E_{\varphi} r d\varphi = \frac{E_* r^2 d\varphi}{R} \sin \omega t.$$
(12)

В этом выражении учтено, что вектор dl сонаправлен вектору E.

На одной замкнутой силовой линии вихревого поля электродвижущая сила индукции зависит от ее радиуса:

$$\varepsilon(r, t) = \varepsilon_* \frac{r^2}{R^2} \sin \omega t, \qquad (13)$$

где

$$\varepsilon_* = 2\pi R E_* \tag{14}$$

— масштаб электродвижущей силы индукции.

Усредненное по радиусу значение ЭДС сохраняет ту же зависимость от времени

$$\langle \varepsilon \rangle_r = \frac{1}{R - r_1} \int_{r_1}^R \varepsilon_* \frac{r^2}{R^2} \sin \omega t dr = \frac{\varepsilon_*}{3} \left(1 + \frac{r_1}{R} + \frac{r_1^2}{R^2} \right) \sin \omega t.$$
(15)

Полный ток, индуцированный в кольце и пересекающий площадь поперечного сечения ds = dhdr, может быть получен путем интегрирования для фиксированного момента времени

$$i = \int_{s} \mathbf{j} d\mathbf{s} = i_* \left(1 - \frac{r_1^2}{R^2} \right) \sin \omega t, \qquad (16)$$

где

$$\bar{x}_* = j_* h R/2 = \pi v B_0 h R^2 / (2\rho)$$
 (17)

масштаб индукционного тока.

Соотношения (15) и (16) позволяют определить не зависящее от времени усредненное значение интегрального омического сопротивления кольца индукционному току

$$\langle R \rangle = \frac{\langle \varepsilon \rangle_r}{i} = R_* \frac{\left(1 + r_1/R + r_1^2/R^2\right)}{\left(1 - r_1^2/R^2\right)},$$
 (18)

где

24

$$R_* = \varepsilon_* / (3i_*) \tag{19}$$



Рис 2. Зависимость приведенного омического сопротивления от приведенного радиуса полости кольца

масштаб омического сопротивления кольца.

На рис. 2 представлен график зависимости приведенного омического сопротивления $\langle R \rangle / R_*$ от приведенного радиуса полости r_1/R . Из него видно, что приведенное усредненное значение омического сопротивления при $r_1 \rightarrow 0$ совпадает с единицей, а для радиально тонких колец при $r_1/R \rightarrow 1$ стремится к $+\infty$.

Это свойство усредненного интегрального омического сопротивления позволяет при реализации тонких колец искусственно уменьшать выделение теплоты на высоких частотах изменением приведенного радиуса полости.

Вносимая индуктивность кольца

Рассчитаем значение вносимой индуктивности из энергетических соображений. Силовые линии магнитного поля B_z пронизывают весь объем кольца и вносят в него магнитную энергию W, значение которой зависит от времени:

$$W(\mathbf{r}, t) = \int_{V} \frac{B_z^2}{2\mu_0} dV.$$
 (20)

При усреднении за период изменения поля эта энергия имеет конечное значение, равное

$$\langle W \rangle_T = \frac{1}{T} \int_0^T W(\mathbf{r}, t) dt =$$

= $\frac{1}{T} \int_0^T \cos^2 \omega t dt \int_V \frac{B_0^2 dV}{2\mu_0} = \frac{B_0^2 \pi R^2 h}{4\mu_0}.$ (21)

Поскольку эта же энергия магнитного поля создает вихревое электрическое поле, которое формирует индукционный ток, будем считать, что усредненное значение магнитной энергии (21) совпадает с усредненным за период значением энергии, запасенной индуктивностью:

$$\langle W \rangle_T = \frac{L}{2} \langle i^2 \rangle_T, \tag{22}$$

где под $\langle i^2 \rangle_T$ понимается усреднение, выполненное за такой же период изменения тока:

$$\langle i^2 \rangle_T = \frac{1}{T} \int_0^T i_*^2 \left(1 - r_1^2 / R^2 \right)^2 \sin^2 \omega t dt = \frac{i_*^2}{2} \left(1 - \frac{r_1^2}{R^2} \right)^2.$$
 (23)

Подставляя в (22) соотношения (21) и (23), получим для вносимой индуктивности выражение

$$L = L_* \left(1 - r_1^2 / R^2 \right)^{-2}, \qquad (24)$$

где

$$L_* = 4\rho^2 / (\mu_0 v^2 V), \qquad (25)$$

- масштаб индуктивности, а

$$V = \pi R^2 h \tag{26}$$

— объем кольца с полостью.

На рис. 3 представлена зависимость приведенной индуктивности L/L_* от приведенного радиуса полости кольца r_1/R . Как видно из рис. 3, ее значение совпадает со значением 1 при $r_1 \rightarrow 0$. При выполнении условия $r_1/R \rightarrow 1$ индуктивность увеличивается по сравнению с масштабом в десятки раз.

Это свойство вносимой индуктивности позволяет ее увеличивать за счет изменения радиальной толщины при реализации тонких колец или тонкостенных удлиненных цилиндров. В этом случае



от приведенного радиуса полости

выделяемая в кольце тепловая энергия оказывается маленькой.

Так, для радиально тонкого кольца вносимая индуктивность (24) становится большой по сравнению с масштабом индуктивности вследствие особенности в знаменателе:

$$L = L_* R^2 / (4\delta^2), \tag{27}$$

где

$$\delta = R - r_1 \tag{28}$$

 радиальная толщина кольца и выполнено условие $\delta/R \ll 1$.

Оценки вносимой индуктивности микроскопического кольца с малой радиальной толщиной

Поскольку современные материалы от проводников до собственных полупроводников имеют удельное сопротивление, изменяющееся в диапазоне 15,5 нОм \cdot м < ρ < 2,5 кОм \cdot м, то формула для расчета вносимой индуктивности радиально тонкого кольца (27) дает широкие возможности для ее изменения.

В табл. 1 рассчитаны значения частоты v в герцах, которые для объема кольца, с радиусом R = 50 мкм, высотой h = 1 мкм и радиальной толщиной $\delta = 0.5$ мкм, дают значения индуктивности в интервале от 100 мГн до 1 нГн для различных проводящих материалов (в таблицах материал КЭФ — кремний электронный, легированный фосфором, с удельным сопротивлением $\rho = 0,1$ Ом · см; германий с удельным сопротивлением $\rho = 47 \text{ Ом} \cdot \text{см};$ кремудельным сопротивлением ний — c o = $= 230 \text{ kOm} \cdot \text{cm}$).

Из табл. 1 видно, что большие значения индуктивности достигаются на малых частотах, для металлов эти частоты заключены в диапазоне от десятков килогерц (медь) до мегагерц (нихром), для полупроводников такие значения индуктивности достижимы на частотах больше 1 ГГц. Малые значения индуктивности достигаются на высоких частотах, для металлов это гигагерцы, а для полупроводников — от десятков терагерц до десятков миллионов терагерц.

В табл. 2 рассчитаны значения частоты v в герцах, которые для объема кольца с радиусом R = 500 мкм, высотой h = 10 мкм и радиальной толщиной $\delta = 5$ мкм дают значения индуктивности в интервале от 100 мГн до 1 нГн для различных проводящих материалов.

Из табл. 2 также видно, что большие значения индуктивности достигаются на малых частотах. Для металлов эти частоты заключены в диапазоне от килогерца (медь) до сотен килогерц (нихром). Для полупроводников такие значения индуктивности достижимы на частотах больше 100 МГц. Ма-

Таблица 1

Индуктив-		Значения частоты, Гц										
ность	Медь	Вольфрам	Никель	Нихром	КЭФ	Германий	Кремний					
100 мГн 10 мГн 1 мГн 100 мкГн 10 мкГн 1 мкГн 100 нГн 10 нГн 1 нГн	$\begin{array}{c} 4,96\cdot 10^4\\ 1,57\cdot 10^5\\ 4,96\cdot 10^5\\ 1,57\cdot 10^6\\ 4,96\cdot 10^6\\ 1,57\cdot 10^7\\ 4,96\cdot 10^7\\ 1,57\cdot 10^8\\ 4,96\cdot 10^8\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 1,56\cdot10^5\\ 4,95\cdot10^5\\ 1,56\cdot10^6\\ 4,95\cdot10^6\\ 1,56\cdot10^7\\ 4,95\cdot10^7\\ 1,56\cdot10^8\\ 4,95\cdot10^8\\ 1,56\cdot10^8\\ 1,56\cdot10^9\end{array}$	$1,96 \cdot 10^{5} \\ 6,21 \cdot 10^{5} \\ 1,96 \cdot 10^{6} \\ 6,21 \cdot 10^{6} \\ 1,96 \cdot 10^{7} \\ 6,21 \cdot 10^{7} \\ 1,96 \cdot 10^{8} \\ 6,21 \cdot 10^{8} \\ 1,96 \cdot 10^{9} \\ 1,96 \cdot 10^{9$	$\begin{array}{c} 3,20\cdot 10^6\\ 1,01\cdot 10^7\\ 3,20\cdot 10^7\\ 1,01\cdot 10^8\\ 3,20\cdot 10^8\\ 1,01\cdot 10^9\\ 3,20\cdot 10^9\\ 1,01\cdot 10^{10}\\ 3,20\cdot 10^{10} \end{array}$	$\begin{array}{c} 3,20\cdot10^9\\ 1,01\cdot10^{10}\\ 3,20\cdot10^{10}\\ 1,01\cdot10^{11}\\ 3,20\cdot10^{11}\\ 1,01\cdot10^{12}\\ 3,20\cdot10^{12}\\ 1,01\cdot10^{13}\\ 3,20\cdot10^{13} \end{array}$	$\begin{array}{c} 1,5\cdot10^{12}\\ 4,75\cdot10^{12}\\ 1,5\cdot10^{13}\\ 4,75\cdot10^{13}\\ 1,5\cdot10^{14}\\ 4,75\cdot10^{14}\\ 1,5\cdot10^{15}\\ 4,75\cdot10^{15}\\ 1,5\cdot10^{16}\\ \end{array}$	$7,36 \cdot 10^{15} \\ 2,33 \cdot 10^{16} \\ 7,36 \cdot 10^{16} \\ 2,33 \cdot 10^{17} \\ 7,36 \cdot 10^{17} \\ 2,33 \cdot 10^{18} \\ 7,36 \cdot 10^{18} \\ 2,33 \cdot 10^{19} \\ 7,36 \cdot 10^{19} \\ 7,36 \cdot 10^{19} \\ \end{array}$					

Таблица 2

Индуктив-	Значения частоты, Гц										
ность	Медь	Вольфрам	Никель	Нихром	КЭФ	Германий	Кремний				
100 мГн 10 мГн 1 мГн 100 мкГн 10 мкГн 1 мкГн 100 нГн 10 нГн 1 нГн	$\begin{array}{c} 1,57\cdot 10^{3}\\ 4,96\cdot 10^{3}\\ 1,57\cdot 10^{4}\\ 4,96\cdot 10^{4}\\ 1,57\cdot 10^{5}\\ 4,96\cdot 10^{5}\\ 1,57\cdot 10^{6}\\ 4,96\cdot 10^{6}\\ 1,57\cdot 10^{7}\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 4,95\cdot10^{3}\\ 1,56\cdot10^{4}\\ 4,95\cdot10^{4}\\ 1,56\cdot10^{5}\\ 4,95\cdot10^{5}\\ 1,56\cdot10^{6}\\ 4,95\cdot10^{6}\\ 1,56\cdot10^{7}\\ 4,95\cdot10^{7}\\ 4,95\cdot10^{7}\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 6,21\cdot 10^{3} \\ 1,96\cdot 10^{4} \\ 6,21\cdot 10^{4} \\ 1,96\cdot 10^{5} \\ 6,21\cdot 10^{5} \\ 1,96\cdot 10^{6} \\ 6,21\cdot 10^{6} \\ 1,96\cdot 10^{7} \\ 6,21\cdot 10^{7} \end{array}$	$\begin{array}{c} 1,01\cdot10^5\\ 3,20\cdot10^5\\ 1,01\cdot10^6\\ 3,20\cdot10^6\\ 1,01\cdot10^7\\ 3,20\cdot10^7\\ 1,01\cdot10^8\\ 3,20\cdot10^8\\ 1,01\cdot10^9\end{array}$	$\begin{array}{c} 1,01\cdot 10^8\\ 3,20\cdot 10^8\\ 1,01\cdot 10^9\\ 3,20\cdot 10^9\\ 1,01\cdot 10^{10}\\ 3,20\cdot 10^{10}\\ 1,01\cdot 10^{11}\\ 3,20\cdot 10^{11}\\ 1,01\cdot 10^{12} \end{array}$	$\begin{array}{c} 4,75\cdot10^{10}\\ 1,5\cdot10^{11}\\ 4,75\cdot10^{11}\\ 1,5\cdot10^{12}\\ 4,75\cdot10^{12}\\ 1,5\cdot10^{13}\\ 4,75\cdot10^{13}\\ 1,5\cdot10^{14}\\ 4,75\cdot10^{14} \end{array}$	$\begin{array}{c} 2,33\cdot 10^{14}\\ 7,36\cdot 10^{14}\\ 2,33\cdot 10^{15}\\ 7,36\cdot 10^{15}\\ 2,33\cdot 10^{16}\\ 7,36\cdot 10^{16}\\ 2,33\cdot 10^{17}\\ 7,36\cdot 10^{17}\\ 2,33\cdot 10^{18} \end{array}$				

лые значения индуктивности достигаются на высоких частотах. Для металлов это десятки и тысячи мегагерц, а для полупроводников — единицы и миллионы терагерц.

Один из возможных вариантов экспериментальных исследований эффекта вносимой индуктивности в планарных кольцевых технологиях использование системы "кольцо в кольце" [4].

Заключение

Предложен аналитический метод расчета индукционных и индуктивных свойств кольца произвольной высоты с азимутальной плотностью вихревого тока.

Метод основан на решении первого уравнения Максвелла для цилиндрической симметрии исследуемых электромагнитных полей, в которых между током и потоком может существовать конечный фазовый сдвиг.

Получены радиальные распределения азимутальной компоненты напряженности вихревого электрического поля, плотности токов Фуко. Определены зависимости среднего значения ЭДС в кольце, индукционного тока и интегрального омического сопротивления от приведенного радиуса полости кольца.

Получена формула для вычисления вносимой индуктивности проводящего кольца. Зависимость вносимой индуктивности от приведенного радиуса

полости кольца, квадрата удельного сопротивления, квадрата частоты переменного тока и объема позволяет ее изменять в широком диапазоне значений.

Оценки, проведенные для существующих проводников и полупроводников, указывают на то, что больших значений индуктивности можно добиться на низких частотах для материалов с малым удельным сопротивлением, а малых значений индуктивности — на СВЧ и КВЧ для материалов с большим удельным сопротивлением.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 12-08-00654/12 (2012—2013 гг.).

Список литературы

1. Калантаров П. Л., Цейтлин Л. А. Расчет индуктивностей: справочная книга. Л.: Энергоатомиздат, 1986. 488 с.

2. Сапогин В. Г., Крутчинский С. Г., Прокопенко Н. Н. и др. Интегральные индуктивности и трансформаторы аналоговых микросхем СВЧ-диапазона. Шахты: ГОУ ВПО "ЮР-ГУЭС", 2010. С. 273.

3. Сапогин В. Г., Прокопенко Н. Н., Марчук В. И., Манжула В. Г. Погонная индуктивность цилиндрических проводников с аксиальной плотностью тока // Инженерный вестник Дона. 2012. № 4 (часть 1). URL: www.ivdon.ru/magazine/archive/n4t1y2012/1264

4. Сапогин В. Г., Марчук В. И., Манжула В. Г. Теоретические основы проектирования интегральных индуктивностей для сложных функциональных блоков и ІР-модулей систем связи и телекоммуникаций нового поколения. Промежуточный отчет по гранту РФФИ. Шахты: ГОУ ВПО "ЮРГУЭС", Проект № 12-08-00654а. 2012. С. 79.

Материаловедческие и технологические основы MHCT Science of materials and technological basics of MNST

УДК 669.017

К. С. Дибирова¹, зав. лаб., **Г. В. Козлов**², ст. науч. сотр., **Г. М. Магомедов**¹, д-р физ.-мат. наук, проф., зав. кафедрой, e-mail: i_dolbin@mail.ru

¹ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Дагестанский государственный педагогический университет", г. Махачкала

² Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х. М. Бербекова", г. Нальчик

ВЛИЯНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ МОРФОЛОГИИ НА ФОРМИРОВАНИЕ ФРАКТАЛЬНОГО ПРОСТРАНСТВА ДЛЯ НАНОКОМПОЗИТОВ ПОЛИМЕР/ОРГАНОГЛИНА

Поступила в редакцию 16.07.2013

Показано, что морфология кристаллической фазы в нанокомпозитах полимер/органоглина определяет размерность фрактального пространства, в котором формируется структура указанных нанокомпозитов. В свою очередь, эта размерность оказывает сильное влияние как на деформационное поведение, так и на механические характеристики нанокомпозитов.

Ключевые слова: аморфно-кристаллический полимер, нанокомпозит, органоглина, морфология, фрактальное пространство, модуль упругости

K. S. Dibirova, G. V. Kozlov, G. M. Magomedov

THE INFLUENCE OF CRYSTALLINE MORPHOLOGY ON FRACTAL SPACE FORMATION FOR NANOCOMPOSITES POLYMER/ORGANOCLAY

It has been shown that crystalline phase morphology in nanocomposites polymer/organoclay with semicrystalline matrix defines the dimension of fractal space, in which the indicated nanocomposites structure is formed. In its turn, this dimension influences strongly on both deformational behavior and mechanical characteristics of nanocomposites.

Keywords: semicrystalline polymer, nanocomposite, organoclay, morphology, fractal space, elasticity modulus

Введение

В работах [1, 2] было показано, что частицы (агрегаты частиц) наполнителя (нанонаполнителя) формируют в полимерной матрице каркас, обладающий фрактальными (в общем случае — мультифрактальными) свойствами и характеризуемый фрактальной (хаусдорфовой) размерностью $D_{\rm K}$. Следовательно, формирование структуры полимерной матрицы в нанокомпозитах может быть описано не в евклидовом, а во фрактальном пространстве. Это обстоятельство самым существенным образом сказывается как на структуре, так и на свойствах нанокомпозитов. Как показано в работе [2], изменение свойств полимерных нанокомпозитов определяется изменением структуры полимерной матрицы, обусловленного введением нанонаполнителя. Так, авторы работы [3] продемонстрировали, что введение органоглины в полиэтилен высокой плотности (ПЭВП) приводит к изменению кристаллической морфологии матричного полимера, а именно, увеличению размеров сферолитов примерно в два раза. Поэтому целью настоящей работы является исследование влияния кристаллической морфологии полимерной матрицы на структуру и свойства нанокомпозитов полиэтилен высокой плотности/Na⁺монтмориллонит (ПЭВП/ММТ). Это исследование выполнено в рамках фрактального анализа, рассмотренного в работе [4].

Эксперимент

В качестве матричного полимера использован ПЭВП с показателем текучести расплава ~1,0 г/10 мин и степенью кристалличности 0,72, определенной по плотности образцов производства фирмы Huntsman LLC. В качестве нанонаполнителя использована органоглина Na⁺-монтмориллонит промышленного производства марки Cloisite 15A была поставлена фирмой Southern Clay (США). Малеиновый ангидрид (МА) применялся как связующий агент. Условные обозначения и состав нанокомпозитов ПЭВП/ММТ приведены в таблице [3].

Композиции ПЭВП/МА/ММТ были получены смешиванием компонентов на двухшнековом экструдере марки Нааке ТW100 при температуре 390...410 К. Образцы толщиной 1 мм получены на одношнековом экструдере Killion [3].

Испытания на одноосное растяжение выполнены на приборе Rheometric Scientific Instrument (RSA III) согласно ASTM D882-02 при температуре 293 К и скорости деформации $2 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Морфология нанокомпозитов ПЭВП/ММТ исследована с помощью поляризационного оптического микроскопа Zeiss при увеличении $40 \times$. Полученные указанным образом средние диаметры сферолитов D_{cb} также приведены в таблице.

Состав и средний диаметр сферолитов для нанокомпозитов ПЭВП/ММТ

Условное обозначение образца	Содержание МА, масс. %	Содержание ММТ, масс. %	Средний диаметр сферолитов $D_{c\phi}$, мкм
A B C D E F G H I	$ \begin{array}{c} - \\ 1,0 \\ - \\ - \\ 1,0 \\ 2,5 \\ 5,0 \\ 5,0 \\ 5,0 \\ \end{array} $		5,70 5,80 11,62 10,68 10,75 11,68 11,12 11,0 11,30

Результаты и обсуждение

Как известно [5], фрактальная размерность объекта является функцией размерности пространства, в котором он формируется. В компьютерном модельном эксперименте эта ситуация рассматривается как поведение фракталов на фрактальных (а не евклидовых) решетках [6]. Определить размерность пространства (или фрактальной решетки) $D_{\rm K}$ можно с помощью следующего уравнения [1]:

$$v_F = \frac{2.5}{2+D_K},$$
 (1)

где v_F — показатель Флори, связанный с размерностью макромолекулярного клубка D_f следующим соотношением [1]:

$$v_F = \frac{1}{D_f}.$$
 (2)

В свою очередь, значение размерности D_f для линейных полимеров дает следующее простое уравнение [7]:

$$D_f = \frac{d_f}{1,5},\tag{3}$$

где d_f — фрактальная размерность структуры полимерного материала, определяемая следующим образом [8]:

$$d_f = (d - 1)(1 + v), \tag{4}$$

где d — размерность евклидова пространства, в котором рассматривается фрактал (очевидно, в нашем случае d = 3); v — коэффициент Пуассона, оцениваемый по результатам механических испытаний с помощью соотношения [9]

$$\frac{\sigma_{\rm T}}{E} = \frac{1 - 2\nu}{6(1 + \nu)},\tag{5}$$

где $\sigma_{\rm T}$ — предел текучести; *E* — модуль упругости.

На рис. 1 приведена зависимость размерности фрактального пространства (фрактальной решетки) $D_{\rm k}$, в котором формируется структура исследуемых нанокомпозитов, от среднего диаметра сферолитов $D_{\rm c c b}$. Как можно видеть, зависимость $D_{\rm k}(D_{\rm c c b})$ линейна и аналитически описывается следующим эмпирическим уравнением:

$$D_{\rm K} = 2.1 \cdot 10^{-2} D_{\rm cb} + 2.5, \tag{6}$$

где величина $D_{c\phi}$ дается в микрометрах.

Из уравнения (6) следует, что минимальная величина $D_{\rm k}$ достигается при $D_{\rm c\phi} = 0$ и равна 2,5, что согласно уравнениям (1)—(3) соответствует фрактальной размерности структуры $d_f \approx 2,17$. Поскольку максимальное значение любой фрактальной размерности для реальных объектов, в том числе и $D_{\rm k}$, не может превышать 2,95 [8], то из уравнения (6) можно оценить предельную величину $D_{\rm c\phi}$ для указанного матричного полимера, которая равна ~21,5 мкм. Отметим также, что большой разброс данных на



Рис. 1. Зависимость размерности пространства $D_{\rm k}$, в котором формируется структура нанокомпозита, от среднего диаметра сферолитов $D_{\rm c\phi}$ для нанокомпозитов ПЭВП/ММТ

рис. 1 обусловлен трудностью точного определения величины $D_{c\phi}$. Как известно [7], в процессе деформирования

Как известно [7], в процессе деформирования аморфно-кристаллических полимеров может быть реализовано частичное плавление — рекристаллизация (механическое разупорядочение) кристаллической фазы, которое количественно описывается в рамках фрактальной теории пластичности [10]. Согласно указанной теории, значение коэффициента Пуассона v_т в точке текучести можно оценить следующим образом:

$$v_{\rm T} = v\chi + 0,5(1-\chi),\tag{7}$$

где χ — относительная доля упругодеформируемого полимера; ν — коэффициент Пуассона в области упругих деформаций, определяемый согласно уравнению (5), а величина $\nu_{\rm T}$ принята равной 0,45 [7].

Расчет относительной доли кристаллической фазы χ_{kp} , подвергающейся механическому разупорядочению, можно выполнить согласно уравнению [7]

$$\chi_{\rm Kp} = \chi - \alpha_{\rm aM} - \varphi_{\rm KN}. \tag{8}$$

Здесь α_{aM} — относительная доля аморфной фазы, равная (1 – *K*); *K* — степень кристалличности; φ_{KR} относительная доля областей локального порядка (нанокластеров), которую можно определить с помощью фрактального соотношения [7]

$$d_f = 3 - 6 \cdot 10^{-10} \left(\frac{\varphi_{KI}}{SC_{\infty}} \right)^{1/2},$$
 (9)

где S — площадь поперечного сечения макромолекулы, равная 0,144 нм² для ПЭВП [7]; C_{∞} — характеристическое отношение, которое является показателем статистической гибкости полимерной цепи [11] и связано с размерностью d_f следующим соотношением [7]:

$$C_{\infty} = \frac{2d_f}{d(d-1)(d-d_f)} + \frac{4}{3}.$$
 (10)

Как известно [7], параметр $\chi_{\rm Kp}$ оказывает существенное влияние на деформационное поведение и механические свойства аморфно-кристаллических полимеров. На рис. 2 приведена зависимость $\chi_{\rm Kp}(D_{\rm K})$ для исследуемых нанокомпозитов, которая оказалась линейной, что позволяет описать ее аналитически следующим образом:

$$\chi_{\rm Kp} = 1,88(D_{\rm K} - 2,55). \tag{11}$$

Из уравнения (8) следует, что максимальная величина $\chi_{\rm kp}$ ($\chi_{\rm kp}^{\rm max}$) достигается при следующих условиях: $\chi = 1,0$ и $\varphi_{\rm Kл} = 0$. В этом случае реализуется условие $\chi_{\rm kp}^{\rm max} = K$, что следовало ожидать из самых общих соображений. Для исследуемых нанокомпозитов величина $\chi_{\rm kp}^{\rm max} = K = 0,72$ согласно уравнению (11) достигается при $D_{\rm K} \approx 2,933$, что близко к указанному выше предельному значению $D_{\rm K} = 2,95$ [8]. Минимальное значение $\chi_{\rm kp} = 0$ со-



Рис. 2. Зависимость относительной доли кристаллической фазы $\chi_{\rm kp}$, подвергающейся механическому разупорядочению, от размерности пространства $D_{\rm k}$ для нанокомпозитов ПЭВП/ММТ

гласно уравнению (11) достигается при $D_{\rm K} = 2,55$ или, согласно формулам (1)—(3), при $d_f = 2,73$. Как известно [7], величину d_f альтернативно можно определить следующим образом:

$$d_f \approx 2 + K. \tag{12}$$

Из уравнений (11) и (12) следует, что общая вариация $\chi_{\rm kp} = 0...0,72$ реализуется при постоянном значении K = 0,72, т. е. этот параметр не зависит от степени кристалличности, а определяется только изменением кристаллической морфологии полимерной матрицы.

Как известно [4], параметр $\chi_{\rm Kp}$ оказывает существенное влияние на свойства нанокомпозитов полимер/органоглина. Одна из наиболее важных механических характеристик полимерных материалов, а именно, модуль упругости *E* зависит от величины $\chi_{\rm Kp}$ согласно следующему уравнению:

$$E = (40 + 54,9\chi_{\rm KD})\sigma_{\rm T}.$$
 (13)

На рис. 3 приведено сравнение экспериментальных *E* и рассчитанных согласно уравнению (13) $E_{\rm T}$ значений модуля упругости для рассматриваемых нанокомпозитов. Величина $\chi_{\rm kp}$ в этом случае была определена согласно соотношению (11). Как следует



Рис. 3. Соотношение между экспериментальными E и рассчитанными согласно уравнениям (11) и (13) $E_{\rm T}$ значениями модуля упругости для нанокомпозитов ПЭВП/ММТ

из данных рис. 3, получено хорошее соответствие теории и эксперимента (среднее расхождение между $E_{\rm T}$ и *E* составляет ~14 %), достаточное для выполнения предварительных оценок.

Выводы

Таким образом, результаты настоящей работы показали, что фрактальная размерность пространства, в котором формируется структура нанокомпозитов, определяется морфологией их кристаллической полимерной фазы и не зависит от степени кристалличности. Указанная размерность однозначно определяет процесс частичного плавления — рекристаллизации при деформировании нанокомпозитов — и оказывает сильное влияние на их механические характеристики.

Список литературы

1. Козлов Г. В., Яновский Ю. Г., Карнет Ю. Н. Структура и свойства дисперсно-наполненных полимерных композитов: фрактальный анализ. М.: Альянстрансатом, 2008. 363 с.

2. Микитаев А. К., Козлов Г. В., Заиков Г. Е. Полимерные нанокомпозиты: многообразие структурных форм и приложений. М.: Наука, 2009. 278 с.

3. Ranade A., Nayak K., Fairbrother D., D'Souza N. A. Maleated and non-maleated polyethylene-montmorillonite layered silicate blown films: creep, dispersion and crystallinity // Polymer. 2005. V. 46, N 23. P. 7323–7333.

4. **Kozlov G. V., Mikitaev A. K.** Structure and Properties of Nanocomposites Polymer / Organoclay. Saarbrücken. LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH, 2013. 318 p.

5. Aharony A., Harris A. B. Flory approximant for selfavoiding walks on fractals // J. Stat. Phys. 1989. V. 54, N 3/4. P. 1091–1097.

6. Vannimenus J. Phase transitions for polymers on fractal lattices // Physica D. 1989. V. 38, N 2. P. 351–355.

7. Козлов Г. В., Овчаренко Е. Н., Микитаев А. К. Структура аморфного состояния полимеров. М.: Изд-во РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2009. 392 с.

8. Баланкин А. С. Синергетика деформируемого тела. М.: Изд-во Министерства Обороны СССР, 1991. 404 с.

9. Козлов Г. В., Сандитов Д. С. Ангармонические эффекты и физико-механические свойства полимеров. Новосибирск: Наука, 1994. 261 с.

10. Баланкин А. С., Бугримов А. Л. Фрактальная теория пластичности полимеров // Высокомолекулярные соединения. А. 1992. Т. 34, № 3. С. 129—132.

11. **Будтов В. П.** Физическая химия растворов полимеров. СПб.: Химия, 1992. 384 с.

УДК 531.78.084.2

И. В. Волохов, канд. техн. наук, гл. технолог, ОАО "Научно-исследовательский институт физических измерений", г. Пенза, e-mail: volohov@niifi.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЙ ПОЛУЧЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР С ПРИМЕНЕНИЕМ РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДОВ ОСАЖДЕНИЯ В ВАКУУМЕ ИЗОЛИРУЮЩИХ ПОКРЫТИЙ НА КОРПУСНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДАТЧИКО-ПРЕОБРАЗУЮЩЕЙ АППАРАТУРЫ ДЛЯ АВИАЦИОННО-КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ

Поступила в редакцию 23.07.2013

Представлены основные результаты экспериментальной отработки технологических режимов получения многослойных тест-структур с применением различных методов осаждения в вакууме изолирующих покрытий из тугоплавких оксидов и нитридов для корпусных элементов датчико-преобразующей аппаратуры, применяемой в авиационно-космической технике.

Ключевые слова: технология приборостроения, датчик, тугоплавкие оксиды, многослойная гетероструктура, металлическая подложка, осаждение в вакууме

I. V. Volokhov

STUDY OF TECHNOLOGIES FOR PRODUCING MULTILAYER HETEROSTRUCTURES USING DIFFERENT METHODS VACUUM DEPOSITION OF INSULATING COATINGS ON THE HULL OF THE SENSOR ELEMENTS, TRANSFORMING EQUIPMENT FOR AEROSPACE ENGINEERING

The paper presents the main results of the experimental development of processing methods of multilayer test structures using different methods vacuum deposition of insulating coatings of refractory oxides and nitrides for the hull of the sensor elements, transforming equipment used in aerospace engineering.

Keywords: technology instrumentation, sensor, refractory oxides, multi heterostructures, metal substrate, the deposition in a vacuum

Введение

Одним из важных условий получения надежного в работе изолирующего покрытия на корпусных элементах датчико-преобразующей аппаратуры (ДПА) для авиационно-космической техники является правильность выбора материала покрытия и технологии получения этой гетероструктуры. Основными критериями для выбора материалов изолирующего покрытия являются [1]:

- возможность надежно передавать деформацию металлической подложки (мембраны или балки) на тензорезисторы или емкостные обкладки;
- высокая адгезия к металлу;
- минимальная разница по температурному коэффициенту линейного расширения (ТКЛР) с металлом мембраны;
- высокий модуль упругости, не изменяющийся под воздействием температуры в течение длительного времени;
- стабильная во времени электрическая изоляция;
- для емкостных датчиков минимальный тангенс угла диэлектрических потерь и диэлектрической проницаемости;
- химическая неактивность по отношению к металлу подложки и к тонкопленочным структурам, лежащим на поверхности наноструктурного покрытия.

Наиболее важным критерием выбора материала изолирующего покрытия является его способность при минимальной толщине обеспечивать заданное сопротивление изоляции между металлом мембраны и измерительной схемой чувствительного элемента (ЧЭ) датчика в самых жестких условиях эксплуатации (перепады температуры от криогенных до высоких, вибрации, удары, воздействие химически агрессивных веществ).

Разработка технологии изготовления высокотемпературных корпусных элементов ДПА

При разработке технологии изготовления высокотемпературных корпусных элементов ДПА возникла проблема получения такого покрытия, которое не только обеспечивает электрическую изоляцию обкладок от металлической мембраны, но и не создает большой паразитной емкости между обкладкой и металлом корпуса. Для предотвращения большой паразитной емкости необходимо иметь минимально возможное значение диэлектрической проницаемости ε .

Таким свойством обладают, например, покрытия из двуокиси кремния (SiO₂). Однако двуокись кремния имеет большую разницу в ТКЛР с подложками из специальных сплавов с заданными упругими свойствами на железо-хромо-никель-кобальтовой основе, таких как 36НХТЮ, ВУС-22, 44НХТЮ и др. ТКЛР двуокиси кремния составляет $0.5 \cdot 10^{-6}$ 1/ °C, а среднее значение ТКЛР для специальных сплавов с заданными упругими свойствами на железо-хромо-никель-кобальтовой основе — $(8...14) \cdot 10^{-6}$ 1/ °С. Для обеспечения стыковки покрытия по значению ТКЛР с подложкой применяются промежуточные слои из других тугоплавких оксидов, например, из оксида алюминия (Al₂O₃). ТКЛР оксида алюминия составляет $(9...10) \cdot 10^{-6} 1/$ °C.

Проблема получения покрытий из тугоплавких сложнокомпонентных материалов, к которым относится SiO₂ и Al₂O₃, заключается в сохранении стехиометрии состава исходного материала в покрытии после его нанесения в вакууме. Обычные методы вакуумного напыления с разогревом навески на поверхности раскаленного испарителя из тугоплавких металлов или с помощью электронно-лучевой пушки в данном случае не подходят, так как в процессе разогрева навески происходит фракционирование состава диэлектрика по тугоплавкости компонентов, и на подложке образуется слоистая структура со свойствами, отличающимися от свойств исходного материала. Чтобы избежать этого явления применяют методы ионного распыления мишени из исходного материала в среде ВЧ плазмы инертного газа.

Метод получения покрытий ионным распылением материалов обладает целым рядом достоинств [2, 3], к которым относятся:

- возможность получения покрытий из сложно-компонентных материалов;
- высокая адгезия покрытий к подложке;
- высокий коэффициент использования распыляемого материала;
- однородность покрытий по толщине.

Сравнительные данные различных систем ионного распыления диэлектрических материалов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Характеристика	Диодная	Триодная	Магнетронная
систем	с ВЧ генератором	с ВЧ генератором	с ВЧ генератором
Давление рабочего газа в вакуумной камере, Па Напряжение на мишени, кВ Удельная мощность, Вт/см ² Плотность ионного тока, мА/см ² Скорость осаждения пленки, нм/с Степень использования материала мишени, %	0,5 13 5 5 0,3 6080	$0,07 \\ 510 \\ 510 \\ 5 \\ 0,5 \\ 30$	$\begin{array}{c} 0,10,5\\ 0,71,0\\ 100\\ 200\\ 1,0\\ 7590\end{array}$

Как видно из табл. 1, наибольшей эффективностью обладает метод ВЧ магнетронного распыления. Этот метод позволяет при таком же, как у двух других методов давлении рабочего газа, увеличить скорость осаждения покрытия на порядок, что уменьшает длительность технологического цикла и снижает вероятность загрязнения покрытия посторонними включениями. Применение магнитной системы с изменяемой геометрией магнитного поля в современных ВЧ магнетронных установках дает возможность повысить степень использования материала мишени до 75...90 %.

Были проведены исследовательские работы и отработаны технологические режимы получения тест-структур изолирующего покрытия из последовательного чередования слоев SiO_2 и Al_2O_3 на металлической подложке методом ВЧ магнетронного распыления на современной автоматизированной установке AMOD. Работы проводились в направлении выбора оптимального технологического режима получения покрытия с заданной толщиной и заданными электрофизическими параметрами.

В процессе исследования технологических режимов было выяснено большое влияние правильного согласования ВЧ генератора установки с нагрузкой. Нагрузкой в данном случае является два ВЧ магнетрона с мишенью из чистого кварцевого стекла и мишенью, прессованной из химически чистого порошка оксида алюминия.

Исследование и отработку технологических режимов напыления проводили по критерию получения заданной толщины покрытия при наименьшем времени напыления, а также получения максимальной адгезии покрытия к металлической подложке при воздействии на нее механическим способом (царапанием стальной иглой).

В результате проведенной работы получены тест-структуры многослойных покрытий из SiO_2 и Al_2O_3 с электрофизическими характеристиками, полностью удовлетворяющими требованиям к многослойным тонкопленочным гетероструктурам для наноструктурных покрытий на корпусных элементах ДПА для авиационно-космической техники.

Большое значение уделялось подготовке поверхности металлической подложки к нанесению покрытия.

Любые загрязнения подложки, вне зависимости от того, какой характер они носят, меняют условия конденсации наносимого в вакууме материала, в частности, изменяется степень подвижности атомов на поверхности подложки и, как следствие этого, изменяются структура покрытия и воспроизводимость его свойств от процесса к процессу.

Основные виды загрязнений поверхности (жиры, пыль, оксиды, соли, остатки абразива) удается снять с поверхности подложки с помощью жидких растворителей. Для интенсификации процессов растворения применяют гидродинамическую мойку (применение щеток и струйной отмывки) и гидроакустическую отмывку (отмывка с помощью акустических волн, распространяющихся в растворителе). Активация поверхности перед нанесением покрытия может осуществляться как химическим методом (с применением специальных активирующих растворов солей натрия), так и плазмохимическим методом (с применением низкотемпературной плазмы смеси газов аргона, азота и кислорода) либо в отдельной камере, либо непосредственно в рабочей камере установки магнетронного распыления перед началом процесса осаждения покрытия [4].

Обработка поверхности подложки пучком ионов не только очищает ее от загрязнений, но и активирует ее или растущую пленку покрытия, если процесс обработки пучком ионов проводится одновременно с нанесением покрытия. При этом на поверхности образуются свободные связи, которые при нанесении покрытия становятся искусственными центрами зародышеобразования. При активации поверхности полированного металла, например, во время нанесения пленок двуокиси кремния и оксида алюминия, сплошные пленки покрытия образуются даже при толщине 5,5...8 нм. На необлученной ионами поверхности сплошная пленка не образуется. Активация поверхности после ионной обработки снижается на 30...40 % при выдержке подложек в вакууме в течение 0,5...1 ч. Следовательно, процесс активации эффективен, если применять его непосредственно перед нанесением или в процессе нанесения покрытия.

Принцип действия ионной очистки и магнетронного распыления основан на взаимодействии атомных частиц (нейтральных атомов, положительных и отрицательных ионов) с поверхностью твердого тела. При этом взаимодействии протекает целый ряд сложных физико-химических процессов. Они зависят не только от энергии и природы первичных частиц, но и от свойств и природы самой поверхности распыляемого вещества. Схема процессов, происходящих при взаимодействии атомных частиц с поверхностью твердого тела, показана на рис. 1.

На рис. 1 цифрами обозначены: 1 — поток атомных частиц; 2 — атомная частица, взаимодействующая с поверхностью; 3 — упругое рассеяние положительного, отрицательного ионов и нейтрального атома; 4 — испускание электромагнитного излучения в момент соударения; 5 — электроны, выбиваемые из бомбардирующих частиц в момент соударения с поверхностью; 6 — частица, внедренная внутрь мишени; 7 — внедренная частица, диффундирующая к поверхности; 8 — адсорбированные частицы, диффундирующие вдоль поверхности; 9 — частицы, покинувшие поверхность



Рис. 1. Схема процессов, происходящих при взаимодействии атомных частиц с поверхностью твердого тела

за счет теплового испарения; *10* — частицы, выбиваемые из мишени к поверхности; *11* — частицы, выбитые из мишени и покрытия и покинувшие поверхность.

Источником частиц, бомбардирующих подложку или мишень, служит плазма. Плазмой называют ионизированный газ, который состоит из трех видов частиц: ионов, электронов и нейтральных атомов (молекул). Электрические силы, связывая разноименно заряженные частицы, обеспечивают квазинейтральность плазмы. Обычно плазму получают с помощью внешних источников электрического питания за счет создания различных форм разряда в газах [5].

Так как распыляемый в установке магнетронного распыления материал — диэлектрик, то положительные ионы не нейтрализуются и за короткий промежуток времени после подачи отрицательного потенциала покрывают слоем мишень, создавая на ее поверхности положительный заряд. Поле этого заряда компенсирует первоначальное поле мишени, находящейся под отрицательным потенциалом, и дальнейшее распыление становится невозможным, так как ионы из плазмы не притягиваются к мишени.

Для нейтрализации положительного заряда на поверхности диэлектрической мишени применяют



Рис. 2. Схема высокочастотного распыления при отрицательном (*a*) и положительном (*б*) полупериодах напряжения:

I-экран; 2
— катод; 3— ионы; 4— плазма; 5— электроны; 6— молекулы

питание магнетрона высокочастотным напряжением от ВЧ генератора большой мощности от 1,0 кВт и более. На рис. 2 представлена схема высокочастотного распыления.

В плазме положительного столба содержится равное число ионов и электронов, при переменной поляризации мишени во время отрицательного полупериода (рис. 2, *a*) она притягивает ионы. Ускоренные ионы бомбардируют и распыляют мишень, одновременно передавая ей свой заряд. При этом мишень накапливает положительный заряд и интенсивность ее распыления начинает снижаться. Во время положительного полупериода (рис. 2, *б*) мишень притягивает электроны, которые нейтрализуют заряд ионов, превращая их в молекулы. Далее процесс повторяется с частотой ВЧ генератора — 13,56 МГц.

На рис. 3 (см. третью сторону обложки) представлены фотографии внешнего вида установки AMOD и ее внутрикамерного устройства. Внутрикамерное устройство содержит два магнетрона, ионный источник для очистки подложек перед напылением и нагреватель подложек. Кроме того, в камере установлены два датчика для контроля скорости осаждения и толщины наносимого покрытия. Установка полностью управляется с помощью специального программного обеспечения ОТ встроенной ПЭВМ. Откачка вакуумной камеры осуществляется с применением двухступенчатой системы. Первая ступень — спиральный насос низкого вакуума, вторая ступень — криогенный высоковакуумный насос. Таким образом в камере создается вакуум 10^{-6} мм рт. ст. без присутствия паров масла, что особенно важно для получения бездефектных покрытий с высокими диэлектрическими и адгезионными характеристиками.

При проведении экспериментальных работ использовалось следующее вакуумное напылительное оборудование:

ВЧ ИПР — высокочастотное ионно-плазменное распыление на установке УРМ 3.279.014;

ТИ — термическое испарение в вакууме на установке УВН 71П-3;

ВЧ МАГ — высокочастотное магнетронное распыление на установке AMOD;

ЭЛИ — электронно-лучевое испарение в вакууме на установке ВУ-1А;

Р МАГ — реактивное магнетронное распыление на установке AMOD.

В результате проведения экспериментальных работ было выявлено следующее:

- по вышеперечисленным критериям для наноструктурного покрытия на корпусных элементах ДПА наиболее подходящим материалом является многослойное наноструктурированное покрытие из двуоксида кремния (SiO₂) и оксида алюминия (Al₂O₃);
- состав и свойства многослойных покрытий из SiO₂ и Al₂O₃, полученных осаждением в вакууме,

- 33

существенно зависят от условий осаждения (температуры испарителя, скорости осаждения покрытия на подложку, давления остаточных газов в вакуумной камере);

 особенностью многослойных покрытий из SiO₂ и Al₂O₃ является наличие внутреннего растягивающего напряжения, которое не связано с различием ТКЛР покрытия и подложки.

Результаты отработки технологии

Экспериментальные работы подтвердили, что внутреннее растягивающее напряжение в многослойных покрытиях из SiO_2 и Al_2O_3 связано с составом покрытия и зависит, в случае применения электронно-лучевого испарения в вакууме, от мощности электронного луча, подаваемой в тигель испарителя [6].

Термические напряжения в многослойных покрытиях из SiO₂ и Al₂O₃ возникают из-за наличия температурных градиентов по толщине системы покрытие-подложка. Отличие ТКЛР материалов покрытия и подложки в полной мере проявляются после окончания процесса осаждения покрытия и охлаждения его до комнатной температуры. Напряжения достигают максимальных значений на границе раздела покрытие-подложка и снижаются по мере приближения к внешней поверхности пленки, где имеют минимальные значения. Например, на однослойных покрытиях SiO₂ экспериментальным путем было установлено, что термические напряжения возрастают прямо пропорционально толщине покрытия (до толщины 0,6 мкм напряжения в покрытии постоянные). Знак термического напряжения (сжимающего или растягивающего) определяется соотношением значений ТКЛР подложки и покрытия.

При увеличении скорости испарения SiO₂ плотность покрытия возрастает из-за увеличения содержания в составе покрытия свободного кремния (Si).

При малой скорости осаждения (не более 0,5 нм/с) получаются пористые рыхлые покрытия соломенно-рыжеватого цвета, который изменяется в результате быстрого окисления на воздухе с образованием тетраокиси кремния (Si₂O₄).

При средних скоростях осаждения (до 1,5 нм/с) осаждаются покрытия янтарного цвета с плотностью, близкой к плотности объемной моноокиси кремния.

При скоростях осаждения 2,5...3,0 нм/с плотность покрытия превосходит плотность объемной моноокиси кремния, что объясняется образованием твердого раствора чистого кремния в SiO₂.

Чистые покрытия, близкие по стехиометрическому составу объемной SiO₂ получаются в условиях осаждения при определенном соотношении парциального давления ки-



Рис. 4. Зависимость плотности покрытия от температуры испарителя

слорода в остаточных газах вакуумной камеры и скорости осаждения.

Покрытия SiO₂, полученные при температуре испарителя ($T_{\rm исп}$) ниже 1523 К (малые скорости осаждения), имеют значительные внутренние растягивающие напряжения, что в результате приводит к их отслаиванию от подложки. Это явление объясняется тем, что рыхлые покрытия SiO₂ на воздухе быстро окисляются до Si₂O₄, в результате увеличивается их плотность с $\gamma_{\rm SiO_2} = 2,15$ г/см³ до $\gamma_{\rm SiO_2} = 2,20$ г/см³ и при этом растягивающие напряжения переходят в сжимающие.

Покрытия SiO₂, полученные при $T_{\rm исп} = 1250...1400$ °C (средние скорости осаждения), оказываются более плотными и окисляются только по поверхности. Образовавшаяся при этом плотная пленка SiO₂ препятствует проникновению кислорода в глубь покрытия, и поэтому в покрытии сохраняются растягивающие напряжения.

Покрытия SiO₂, полученные при $T_{\rm исп} = 1400$ °C (большие скорости осаждения), имеют большие внутренние напряжения, которые приводят к по-явлению множества микротрещин.

Для получения покрытий SiO₂ с параметрами, удовлетворяющими требованиям к покрытиям на корпусных элементах ДПА, осаждение следует проводить при $T_{\rm исп} = 1277$ °C и температуре подложки $T_{\rm подл} = 300$ °C, что соответствует скорости осаждения от 0,8 до 1,0 нм/с.



Рис. 5. Зависимость диэлектрической проницаемости покрытия от скорости осаждения



Рис. 6. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь покрытия от скорости осаждения

Зависимость основных параметров покрытия SiO_2 (плотность γ , диэлектрическая проницаемость ε , тангенс угла диэлектрических потерь tg δ) от температуры испарителя и от скорости осаждения представлены на рис. 4—6 соответственно.

Данные по свойствам покрытия из SiO₂ в зависимости от технологических режимов их получения подтверждены при проведении экспериментальных работ и учтены при создании технологии изготовления тест-структур корпусных элементов ДПА для авиационно-космической техники.

Формулы для расчета диэлектрических характеристик многослойного изолирующего покрытия

Сечение гетероструктуры двухслойного изолирующего покрытия на корпусном элементе датчико-преобразующей аппаратуры для авиационнокосмической техники представлено на рис. 7.



Рис. 7. Сечение гетероструктуры двухслойного изолирующего покрытия на корпусном элементе датчико-преобразующей аппаратуры для авиационно-космической техники:

I — чувствительный элемент (ЧЭ); 2 — резистивный слой и контактная группа; 3 — диэлектрический слой толщиной d_2 ; 4 — буферный подслой толщиной d_1 ; d_{Σ} — суммарная толщина диэлектрического слоя и буферного подслоя; D — диаметр ЧЭ

Одной из важнейших характеристик покрытий из диэлектрических материалов является диэлектрическая проницаемость є. Этот параметр наиболее критичен для изолирующих покрытий на ЧЭ емкостных датчиков давления, так как для этих датчиков необходима наименьшая величина є, чтобы не создавать минимальную паразитную емкость между рабочей обкладкой и металлом корпуса датчика.

Для определения величины є двухслойного изолирующего покрытия используют формулу:

$$\varepsilon_{\Sigma}^{x} = \Theta_{1}\varepsilon_{1}^{x} + \Theta_{2}\varepsilon_{2}^{x}, \qquad (1)$$

где ε_{Σ} — диэлектрическая проницаемость двухслойного изолирующего покрытия; ε_1 — диэлектрическая проницаемость первого слоя изолирующего покрытия; ε_2 — диэлектрическая проницаемость второго слоя изолирующего покрытия; Θ_1 и Θ_2 — коэффициенты, определяющие объемное содержание различных по свойствам диэлектриков в двухслойном изолирующем покрытии, их сумма равна 1; *х* — параметр, характеризующий распределение составляющих слоев двухслойного покрытия. В данном случае, при последовательном расположении изолирующих слоев покрытия, значение параметра *x* = -1.

Если

$$\Theta_1 = \frac{V_1}{V_{\Sigma}}, \ \Theta_2 = \frac{V_2}{V_{\Sigma}}, \tag{2}$$

то при условии, когда общий объем двухслойной изолирующего покрытия (V_{Σ}), объем первого слоя (буферного) изолирующего покрытия (V_1) и объем второго слоя изолирующего покрытия (V_2) определяются по формулам

$$V_{\Sigma} = \frac{\pi D^2}{4} d_{\Sigma}, \ V_1 = \frac{\pi D^2}{4} d_1, \ V_2 = \frac{\pi D^2}{4} d_2,$$

значения коэффициентов Θ_1 и Θ_2 прямо пропорционально зависят от толщины слоев изолирующего покрытия d_1 и d_2 :

$$\Theta_1 = \frac{d_1}{d_{\Sigma}}, \ \Theta_2 = \frac{d_2}{d_{\Sigma}}.$$
 (3)

Подставляем значения коэффициентов Θ_1 и Θ_2 из формулы (3) в проверочную формулу:

$$\Theta_1 + \Theta_2 = 1 \tag{4}$$

и получаем тождество. Подставляем значения коэффициентов Θ_1 и Θ_2 из формулы (3) в формулу (1) и при значении x = -1 получим

$$\frac{1}{\varepsilon_{\Sigma}} = \frac{d_1}{d_{\Sigma}\varepsilon_1} + \frac{d_2}{d_{\Sigma}\varepsilon_2}.$$
 (5)

- 35

После преобразования формулы (5) получим формулу для расчета диэлектрической проницаемости двухслойного изолирующего покрытия:

$$\varepsilon_{\Sigma} = \frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2 d_{\Sigma}}{d_1 \varepsilon_2 + d_2 \varepsilon_1}.$$
 (6)

Формулу (6) можно преобразовать для многослойных гетероструктур:

$$\frac{1}{\varepsilon_{\Sigma}} = \frac{d_1}{d_{\Sigma}\varepsilon_1} + \frac{d_2}{d_{\Sigma}\varepsilon_2} + \dots + \frac{d_{n-1}}{d_{\Sigma}\varepsilon_{n-1}} + \frac{d_n}{d_{\Sigma}\varepsilon_n}.$$
 (7)

Другой важнейшей характеристикой диэлектрических материалов является тангенс угла диэлектрических потерь — tgδ. Этот параметр наиболее критичен для изолирующих покрытий на ЧЭ емкостных датчиков давления, так как для этих датчиков необходимо наименьшее значение tgδ, чтобы иметь ми-

нимальную утечку энергии с рабочей обкладки на металл корпуса датчика, т. е. иметь максимальную добротность измерительного конденсатора емкостного датчика.

Для теоретического расчета tg δ многослойных изолирующих покрытий в технической литературе нет конкретных указаний или методик. Поэтому зависимость tg δ от соотношения толщин первого (d_1) и второго (d_2) слоев для двухслойного изолирующего покрытия определялась в процессе проведения экспериментальных работ.

Экспериментальные работы по определению зависимости tgb от соотношения толщин первого (d_1) и второго (d₂) слоя для двухслойного изолирующего покрытия проводились на полированных деталях емкостных датчиков давления. В качестве первого слоя изолирующего покрытия (буферного) использовался оксид алюминия (Al_2O_3) как наиболее близкий по ТКЛР к никелевому сплаву. В качестве второго слоя использовалась двуокись кремния (SiO₂). Толщина покрытия Al₂O₃ варьировалась в пределах 0,5...2,5 мкм, а SiO₂ — в пределах 1,5...3,5 мкм. Суммарная толщина двухслойного изолирующего покрытия $Al_2O_3 + SiO_2$ варьировалась в пределах 3,0...4,0 мкм. В качестве обкладки использовалась пленка никеля с адгезионным подслоем хрома. Всего было изготовлено 119 экспериментальных образцов. После статистической обработки результатов изготовления экспериментальных работ были получены графические зависимости изменения tg δ от соотношения толщин первого (d_1) и второго (d_2) слоя для двухслойного изолирующего покрытия $Al_2O_3 + SiO_2$ общей толщиной 3,0 мкм (рис. 8) и общей толщиной 4,0 мкм (рис. 9).

Замер фактического значения tgб проводился на специально разработанном стенде с применением цифрового измерителя емкостных параметров E8-4 на частоте 1 кГц. Толщина покрытия измерялась с применением методов оптической интерферометрии на микроинтерферометре Линники МИИ-4 (точность измерения толщины 0,27 \pm 0,135 мкм) и с применением автоматического лазерного эллипсометра Metricon-2010PC (точность измерения толщины \pm 0,3 % в диапазоне толщин от 10 нм до 10 мкм) [7].

Анализ экспериментально полученной зависимости $tg\delta = F(d_1, d_2)$ показывает ее нелинейный характер. Такие зависимости аппроксимируются



Рис. 8. Графические зависимости изменения tg δ от соотношения толщин первого (d_1) и второго (d_2) слоя для двухслойного изолирующего покрытия $Al_2O_3 + SiO_2$ общей толщиной 3,0 мкм



Рис. 9. Графические зависимости изменения $tg\delta$ от соотношения толщин первого (d_1) и второго (d_2) слоя для двухслойного изолирующего покрытия $Al_2O_3 + SiO_2$ общей толщиной 4,0 мкм

по методу подобия [8]. Метод подобия предполагает математическое моделирование нелинейных зависимостей в виде степенных рядов вида

$$P_n(x) = A_0 + A_1 x + A_2 x^2 + A_3 x^3 + \dots + A_{n-1} x^{n-1} + A_n x^n,$$
(8)

где $P_n(x)$ — степенная функция P аргумента x; A_0 , $A_1, A_2, A_3, ..., A_{n-1}, A_n$ — свободные члены степенного ряда.

Использование безразмерного параметра, каковым является параметр tg δ , обеспечивает наилучшее понимание изучаемой зависимости в целом, и, следовательно, в данном случае это путь к полному пониманию зависимости tg $\delta = F(d_1, d_2)$. Если представить величину tg δ_{Σ} в виде аргумента степенного ряда (8), то можно получить степенной ряд следующего вида:

$$tg\delta_{\Sigma} = A_0 + A_1 tg\delta_1 + A_2 \frac{tg\delta_1^2}{tg\delta_2} + A_3 \frac{tg\delta_1^3}{tg\delta_2^2} + \dots + A_{n-1} \frac{tg\delta_1^{n-1}}{tg\delta_2^{n-2}} + A_n \frac{tg\delta_1^n}{tg\delta_2^{n-1}},$$
(9)

где $tg\delta_1$, $tg\delta_2$ — тангенсы угла диэлектрических потерь первого и второго слоев диэлектрика соответственно.

Исследование степенного ряда (9) с применением реальных значений параметра $tg\delta = (10^{-3}...10^{-4})$ показало, что при стремлении индекса ряда $n \to \infty$ члены степенного ряда по абсолютной величине стремятся к нулю. Поэтому точное вычисление величины $tg\delta_{\Sigma}$ с помощью этого ряда практически невозможно. На практике степенной ряд для реального расчета берется не полностью, а ограничивается несколькими членами ряда. Отброшенные члены степенного ряда определяют погрешность математической модели [9]:

$$\Delta x = \frac{|t_{\max}|}{M}, \qquad (10)$$

где Δx — приращение аргумента x (погрешность); $|t_{\max}|$ — абсолютная разность между истинной функцией $P_n(x)$ и ее разложением в степенной ряд (9); M — линейное пространство аппроксимации функции $P_n(x)$.

При продолжении исследования степенного ряда (9) в случае предположения, что $tg\delta_{\Sigma} \rightarrow 0$, первый коэффициент степенного ряда (9) $A_0 \rightarrow 0$.

При этом условии степенной ряд приобретает следующий вид:

$$\mathrm{tg}\delta_{\Sigma} = A_0 + A_1 \mathrm{tg}\delta_1 + A_2 \frac{\mathrm{tg}\delta_1^2}{\mathrm{tg}\delta_2}.$$
 (11)

Физическая модель зависимости $tg\delta = F(d_1, d_2)$ определяется взаимосвязью коэффициентов A_1 и A_2 с соотношением величин d_1 и d_2 :

$$A_1 = A_2 = K \frac{d_1}{d_2}.$$
 (12)

Подставляя значения коэффициентов A_1 и A_2 в формулу (11), получим формулу зависимости суммарного $tg\delta_{\Sigma}$ от индивидуальных параметров каждого слоя изолирующего покрытия

$$\operatorname{tg} \delta_{\Sigma} = K \frac{d_1}{d_2} \operatorname{tg} \delta_1 + K \frac{d_1 \operatorname{tg} \delta_1^2}{d_2 \operatorname{tg} \delta_2}.$$
 (13)

Значение корректирующего множителя *К* была определена по результатам анализа экспериментальных данных.

Установлено, что для соотношения $\frac{d_1}{d_2} < 1,0$ значение $K \ge 3,0,$

а для соотношения $\frac{d_1}{d_2} \ge 1,0$ значение $K \le 3,0.$

Упрощение вида формулы (13) с помощью простейших преобразований дает ее новый вид:

$$tg\delta_{\Sigma} = K \frac{d_1 tg\delta_1}{d_2 tg\delta_2} (tg\delta_1 + tg\delta_2).$$
(14)

Формула (14) справедлива при следующих граничных условиях:

 $d_1 > 0$ и $d_2 > 0$.

Графические зависимости параметра $tg\delta_{\Sigma}$, построенные по формуле (14) для различных соотношений величин d_1 и d_2 , показаны на рис. 8 и 9. Анализ адекватности практических и теоретических данных по графическим зависимостям (рис. 9 и 10) показывает, что наиболее близкие к экспериментальным данным получаются графические зависимости при значении корректирующего множителя K = 2,0.

После статистической обработки результатов изготовления экспериментальных образцов двухслойной пленки $Al_2O_3 + SiO_2$ был проведен их сравнительный анализ по параметрам ε и tg δ и их взаимосвязи с соотношением толщин изолирующих тонких пленок Al_2O_3 и SiO₂.

В табл. 2 приведены сравнительные данные результатов анализа статистических данных по определению диэлектрической проницаемости є.

Результаты изготовления и испытания (с замером электрофизических параметров tgδ и ε) тест-

Таблица 2

Сравнительные данные результатов анализа статистических данных по определению диэлектрической проницаемости ϵ

Стриктира	Толщин м	іа слоев, км	Диэлектрическая проницаемость ε			
покрытия	d_1	<i>d</i> ₂	Расчетное значение	Экспери- ментальные данные		
$Al_{2}O_{2} + SiO_{2}$	2,0	2,0	5,87,5	5,26,7		
11203 + 5102	2,5	1,5	6,28,0	7,58,0		



Рис. 10. 1 истограмма распределения результатов замеров tgo тест-структур двухслоиного изолирующего покрытия $SiO_2 + SiO$ в сравнении с результатами замеров величины tg\delta на тест-структурах с двухслойным покрытием $Al_2O_3 + SiO_2$

структур с различными сочетаниями диэлектрических материалов в двухслойных и трехслойных гетероструктурах изолирующих покрытий в сравнении с расчетными данными по параметрам $tg\delta$ и ϵ для этих структур приведены в табл. 3.

На рис. 10 показана гистограмма распределения результатов замеров tgo тест-структур двухслойного изолирующего покрытия SiO₂ + SiO в сравнении с результатами замеров tg б на тестструктурах с двухслойным покрытием Al₂O₃ + + SiO₂. На гистограмме ярко выражено различие по группировке результатов замера tgδ на тестструктурах с изолирующим покрытием SiO₂ + SiO в зоне от 0 до $210 \cdot 10^{-4}$ (при изготовлении тестструктур использовались значения d_1 и d_2 , рассчитанные по формуле (14)), в отличие от результатов замера tg ha тест-структурах с изолирующим покрытием Al₂O₃ + SiO₂, при изготовлении которой расчетные значения d_1 и d_2 не использовались, и случайный разброс значения tg b составил от 0 до 360 · 10⁻⁴

Выводы

- Проблема получения покрытий из тугоплавких сложнокомпонентных материалов заключается в сохранении стехиометрии состава исходного материала в покрытии после его нанесения в вакууме.
- Метод получения многослойного изолирующего покрытия ВЧ магнетронным распылением материалов обладает целым рядом достоинств, к которым относятся:
- возможность получения покрытий из сложнокомпонентных материалов;
- высокая адгезия покрытий к подложке;
- высокий коэффициент использования распыляемого материала;
- однородность покрытий по толщине.
- Для улучшения адгезии покрытия к подложке целесообразно применять обработку поверхности подложки пучком ионов, что позволяет не только очищать ее от загрязнений, но и активировать ее и растущую пленку покрытия, если процесс обработки пучком ионов проводится одновременно с нанесением покрытия.
- В результате проведения экспериментальных работ на тест-структурах было выявлено:
- для наноструктурного изолирующего покрытия на корпусных элементах ДПА наиболее подходящим материалом является многослойное наноструктурированное покрытие из двуокиси кремния (SiO₂) и оксида алюминия (Al₂O₃);
- состав и свойства многослойных покрытий из SiO₂ и Al₂O₃, полученных осаждением в вакууме, существенно зависят от условий осаждения (температуры испарителя, скорости осаждения покрытия на подложку, давления остаточных газов в вакуумной камере);
- особенностью многослойных покрытий из SiO₂ и Al₂O₃ является наличие внутреннего растяги-

Таблица 3

_			-		-			_			
Многослойные	Толі	щина сл мкм	10ев,	d _n	tg	$g\delta_{\Sigma} \cdot 10^{-4}$	<i>С</i> _{уд} ,		ϵ_{Σ}	Метол	
изолирующих покрытий	<i>d</i> ₁	$d_1 \qquad d_2 \qquad d_3 $		ч∑, МКМ	Расчет	Эксперимент	$\frac{\Pi\Phi}{MKM\cdot CM^2}$	Расчетное значение	Экспери- ментальное значение	получения пленки	
$SiO_2 + SiO$	3,0	1,0	_	4,0	37	3060	180	3,4	4,2	ВЧ ИПР + ТИ	
$SiO_2^2 + SiO$	3,0	1,0	_	4,0	37	4080	160	3,4	3,8	ВЧ МАГ + ТИ	
$Al_2\tilde{O}_3 + SiO$	1,5	2,5	_	4,0	135	100150	175	3,0	4,5	ЭЛИ + ТИ	
$Al_2O_3 + SiO_2$	1,0	1,0	_	2,0	81	80100	800	3,6	5,1	ЭЛИ + ВЧ ИПР	
$Al_2O_3 + SiO_2$	0,8	1,2	_	2,0	81	90120	860	3,6	4,2	ВЧ МАГ	
$Si_3N_4 + SiO^2$	3,0	1,0	_	4,0	64	5070	320	5,6	6,2	Р МАГ + ТИ	
$Si_3N_4 + SiO_2$	1,5	1,5	—	3,0	66	3050	340	3,5	5,3	Р МАГ + ВЧ ИПР	
$Si_3N_4 + SiO_2 + SiO_2$	1,5	1,5	1,0	4,0	72	4565	160	3,0	3,7	Р МАГ + ВЧ ИПР + ТИ	

Сравнительные данные по экспериментальным образцам тест-структур многослойных гетероструктур изолирующих покрытий

Примечание: ВЧ ИПР — высокочастотное ионно-плазменное распыление; ТИ — термическое испарение в вакууме; ВЧ МАГ — высокочастотное магнетронное распыление; ЭЛИ — электронно-лучевое испарение в вакууме; Р МАГ — реактивное магнетронное распыление.

вающего напряжения, которое не связано с различием ТКЛР покрытия и подложки.

- Выведена формула для определения диэлектрической проницаемости є многослойного изолирующего покрытия.
- Построена физическая модель зависимости $tg\delta = F(d_1, d_2)$ и получена формула зависимости суммарного $tg\delta_{\Sigma}$ от индивидуальных параметров каждого слоя тонкой изолирующего покрытия.
- Проведен анализ адекватности практических и теоретических данных по графическим зависимостям изменения tgδ от соотношения толщин первого (d_1) и второго (d_2) слоя для двухслойного изолирующего покрытия. Анализ показал, что наиболее близкие к экспериментальным данным получаются графические зависимости при корректирующем множителе K = 2,0.
- Проанализированы результаты изготовления и испытания (с замером электрофизических параметров tgδ и ε) тест-структур с различными сочетаниями диэлектрических материалов в двухслойных и трехслойных гетероструктур изолирующих покрытий в сравнении с расчетными данными по параметрам tgδ и ε для этих структур. Подтверждена адекватность физической модели и выведенных формул результатам экспериментальных работ.

Работа выполнена в рамках темы поисковой НИР "Разработка технологии получения керамических наноструктурных покрытий корпусных элементов датчико-преобразующей аппаратуры для авиационно-космической техники" по государственному контракту с Минобрнауки № 14.513.11.0050.

Список литературы

1. Битнер Л. Р., Данилина Т. Ч., Кожинова Н. И., Чернявский А. В. Свойства диэлектрических пленок на металлических подложках при повышенных температурах // Приборы и системы управления. 1992. № 10. С. 33-34.

2. Корж И. А., Перелыгин И. З. Осаждение диэлектрических пленок методом ВЧ распыления // Техника средств связи. Сер. "Технология производства и оборудование". 1988. Вып. 1. С. 49-56.

3. Беркин А. Б., Васильева Г. Н., Быков И. А. Тонкопленочный изолирующий слой тензопреобразователя на металлической мембране // Датчики на основе технологии микроэлектроники. Матер. конф. М., 1989. С. 144-147.

4. Белевский В. П. Интегрированные ионные процессы в тонкопленочных технологиях микроэлектроники // Вопросы атомной науки и техники. Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. Сб. матер. Международной научно-техн. конф. "Вакуумная технология и оборудование" / Под ред. В. М. Ажажа, г. Харьков: Изд. ННЦ ХФТИ. 1998. Вып. 6 (7)-7 (8). С. 67-72.

5. Белянин А. Ф., Найда С. М., Пащенко П. В., Субботин В. А., Суетин Н. В. Установка магнетронного распыления для осаждения пленок металлов и диэлектриков // Тр. 3-го Междунар. симпозиума "Вакуумные технологии и оборудование" (ISVTE-3) / Под ред. В. С. Когана, В. М. Шулаева, г. Харьков: Изд. ННЦ ХФТИ. 1999. Т. 1-2. C. 333-337.

6. Волохов И. В., Песков Е. В. Исследование двухслойных изолирующих тонких пленок из тугоплавких оксидов для чувствительных элементов металлопленочных емкостных датчиков // Датчики и системы. 2000. № 7. С. 44—50.

7. Волохов И. В. Исследование свойств тонких диэлектрических пленок окислов с использованием эллипсометрии // Методы создания, исследования материалов, приборов и экономические аспекты микроэлектроники. Сб. ст. Всероссийской научно-технической конференции. Пенза. 2006. С. 30-32.

8. Клайн С. Дж. Подобие и приближенные методы. М.: Мир, 1968. 302 с.

9. Волков С. А. Численные методы. М.: Наука, 1982. 256 с.

УДК 53.087.92

В. В. Амеличев¹, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., **Е. В. Благов**¹, д-р техн. наук, зам. директора, Д. В. Костюк¹, лаборант-исследователь, e-mail: goodnessgims@mail.ru, Д. В. Васильев¹, лаборант-исследователь, П. А. Беляков¹, лаборант-исследователь, Е. П. Орлов¹, лаборант-исследователь, И. Е. Абанин², зам. директора, В. С. Тахов², мл. науч. сотр., А. И. Руковишников³, ст. науч. сотр.,

Н. М. Россуканый³, ст. науч. сотр.

ИНМЭ РАН, Москва

² НПК "Технологический центр", Зеленоград

³ ИРЭ РАН, Фрязино

МАГНИТОРЕЗИСТИВНАЯ МИКРОСИСТЕМА КОНТРОЛЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА В ПРОВОЛНИКЕ

Поступила в редакцию 11.10.2013

Магниторезистивная микросистема контроля силы тока и его флуктуаций позволяет бесконтактным способом определять силу тока и частоту флуктуаций в проводнике с возможностью визуализации полученных результатов. В качестве чувствительного элемента микросистемы выступают магниторезисторы, соединенные в мостовую схему Уитстона. Проводник с током, являющийся источником внешнего магнитного поля, располагается на фиксированном расстоянии от чувствительного элемента магниторезистивного преобразователя (МП). В зависимости от подаваемой в проводник силы тока изменяется выходное напряжение в МП. С использованием закона Био—Савара—Лапласа определяется расчетное значение силы тока в проводнике. Отличительной особенностью микросистемы является возможность прецизионной регистрации импульсных и переменных изменений силы тока как с малой (2 мА), так и с высокой (50 А) амплитудой.

Ключевые слова: магниторезистивная микросистема, контроль силы тока, магниторезистивный эффект

MAGNETORESISTIVE CONTROL MICROSYSTEM OF CURRENT AND CURRENT FLUCTUATIONS

Magnetoresistive control microsystem of current and current fluctuations allows to determine the current value flowing in the conductor without direct connection. Magnetoresistors connected in a Wheatstone's bridge circuit are sensor of the microsystem. A current conductor being external source of magnetic field is disposed at a fixed distance from sensor of the magnetoresistive transducer. The output voltage can be varied by changing current value in the conductor. The current value calculates by using the Biot — Savart — Laplace law. The ability to precision registration of impulse and variable current value with low (2 mA) and high (50 A) amplitude is the main advantage of the magnetoresistive microsystem.

Keywords: magnetoresistive microsystem, current control, magnetoresistive effect

Введение

В промышленных приборах контроля электрического тока наибольшее распространение получили три основных метода измерения: резистивный, индуктивный (на основе трансформатора) и магнитометрический (на основе эффекта Холла). Датчики и преобразователи электрического тока, реализованные на основе указанных методов, имеют свои достоинства и недостатки, определяющие области их применения. Индуктивный метод может быть применен только для контроля переменного тока, резистивный — в ограниченном диапазоне токов (до 20 А), а магнитометрический на элементах Холла является более универсальным, т. е. работает как при постоянных, так и при переменных полях. Вследствие низкой чувствительности элемента Холла такие датчики находят применение в основном для больших значений токов. Кроме того, для повышения крутизны преобразования элементы Холла в конструкции датчика электрического тока (ДЭТ) комбинируют с ферритовыми кольцами и полупроводниковыми интегральными схемами усиления и нормирования сигнала, что в итоге отражается на массогабаритных параметрах прибора. Однако невысокая чувствительность полупроводниковых элементов Холла позволяет регистрировать слабые магнитные поля на уровне 10⁻⁴ Тл, что ограничивает применение их для контроля малых значений электрического тока.

Магниторезистивные преобразователи магнитного поля обладают более высокой чувствительностью в области значений до 1 мТл. Порог обнаружения магнитного поля для анизотропных магниторезистивных преобразователей может достигать 10⁻⁹ Тл. Кроме того, чувствительная область тонкопленочной магниторезистивной наноструктуры более чем в 10 000 раз меньше, чем у элементов Холла, что позволяет более точно контролировать магнитное поле в приповерхностной области проводника. Бесконтактный способ контроля малых значений токов с помощью тонкопленочных магниторезистивных преобразователей возможен в более широком частотном диапазоне, поскольку граничные частоты магниторезистивных наноструктур достигают 10⁹ Гц. Создание быстродействующих микросистем с использованием магниторезистивных преобразователей позволит бесконтактным способом проводить контроль электрического тока и отслеживать малейшие его флуктуации.

Технологии микросистемной техники позволяют объединить в одной конструкции ДЭТ полупроводниковые микросхемы и тонкопленочные магниторезистивные элементы. Современные тенденции развития микросистемной техники регулярно наращивают интеллектуальную составляющую новых приборов, благодаря которой можно быстрее анализировать процессы, происходящие в объектах контроля.

Разработанная магниторезистивная микросистема контроля электрического тока позволяет бесконтактно определять силу электрического тока и частоту его флуктуаций в проводнике. Кроме того, данная микросистема с помощью световых индикаторов (светодиодов) может сигнализировать о диапазоне частот переменного тока в проводнике, а при подключении к персональному компьютеру с соответствующим программным обеспечением — графически визуализировать изменения токов.

Конструкция и принцип работы магниторезистивной микросистемы контроля электрического тока

Ключевым элементом макета магниторезистивной микросистемы контроля силы тока и его флуктуаций является кремниевый кристалл магниторезистивного преобразователя (МП), содержащий чувствительный элемент в виде магниторезисторов, соединенных в мостовую схему Уитстона. Кремниевый кристалл МП представляет собой преобразователь магнитного поля в напряжение с чувствительностью 0,5...0,6 мВ/В/Э.

Проводник с током, являющийся источником внешнего магнитного поля, располагается на фиксированном расстоянии от чувствительного элемента магниторезистивного преобразователя. В зависимости от подаваемой в проводник силы тока изменяется выходное напряжение в МП. По полученной выходной вольт-эрстедной характеристике МП вычисляется напряженность магнитного поля, создаваемого проводником. Исходя из закона Био—Савара—Лапласа и принимая во внимание постоянное значение расстояния от чувствительного элемента МП до источника магнитного поля (проводника с током), рассчитывается сила тока.

Кристалл магниторезистивного преобразователя, эскиз физической структуры которого представлен на рис. 1 (см. вторую сторону обложки), изготавливали с использованием технологических процессов КМОПтехнологии с многоуровневой разводкой межэлементных соединений и проектными нормами не менее 1,5 мкм. При изготовлении кристалла МП использовали специализированные технологические процессы магнетронного напыления, жидкостного химического травления и изоляции многослойных тонкопленочных магниторезистивных наноструктур.

Схематичное изображение макета микросистемы показано на рис. 2 (см. вторую сторону обложки), чувствительный элемент — кристалл МП — для удобства проведения испытаний смонтирован в переходную плату 3.

Индикатор переменного магнитного поля состоит из кристалла МП с усилителем на малошумящей микросхеме и трех каналов с разделением по частоте. На выходе каждого канала используется светодиод, интенсивность свечения которого пропорциональна сигналу в соответствующем диапазоне частот.

Блок анализатора спектра макета магниторезистивной микросистемы контроля силы тока и его флуктуаций состоит из схемы интерфейса и компьютера. С помощью 8-разрядного флэш-микроконтроллера с полноскоростным USB-портом, входящего в состав анализатора спектра макета микросистемы, осуществляется связь устройства с персональным компьютером.

Блоки индикатора и анализатора спектра соединяются между собой с помощью объемного соединителя. Внешний вид изготовленного макета магниторезистивной микросистемы контроля силы тока и его флуктуаций представлен на рис. 3 (см. вторую сторону обложки).

Макет магниторезистивной микросистемы контроля силы тока и его флуктуаций детектирует магнитное поле, создаваемое проводником с током, в различных частотных диапазонах и сигнализирует с помощью светодиодов, в какой частотный диапазон входит исследуемый сигнал. Порог обнаружения магнитного поля светодиодами определяется следующими значениями:

- красный (30...500 Гц) 2 мЭ;
- зеленый (0,5...20 кГц) 1 мЭ;
- синий (20...300 кГц) 5 мЭ.

Кроме сигнализации исследуемого магнитного поля с помощью светодиодов предусмотрена возможность подключения макета к персональному компьютеру.

Экспериментальное измерение силы электрического тока в проводнике с помощью микросистемы и персонального компьютера

С помощью микроконтроллера в блоке анализатора спектра макета микросистемы и программы визуализации измеряемые параметры выводятся на персональный компьютер в виде трех графиков. Интерфейс программы визуализации представлен на рис. 4 (см. вторую сторону обложки). На первый график выводится осциллограмма переменной части магнитного поля. Таким образом, в режиме реального времени возможно зафиксировать изменение амплитуды переменной составляющей магнитного поля. На втором графике представлено Фурье-преобразование осциллограммы в диапазоне частот 10 Гц...2,5 кГц и Фурьепреобразование высокочастотной части в диапазоне 2,5 кГц...40 кГц, полученной путем опроса с частотой 80 кГц, с записью в память контроллера и последующей передачей в компьютер. На третьем графике периодически выводится амплитуда осциллограммы гармоники в зависимости от времени.

Конструктивно предусмотрена возможность функционирования макета микросистемы без блока анализатора спектра, но при этом частота измеряемого сигнала определяется качественно: с помощью индикации можно лишь определить, в какой частотный диапазон попадает сигнал. Измеренные данные на компьютер без блока анализатора не передаются.

Изготовленная микросистема контроля силы тока и его флуктуаций обладает чувствительностью по току 100...120 мВ/А и позволяет измерять переменную составляющую магнитного поля в частотном диапазоне от 0 до 300 кГц и диапазоне силы тока 0,01...50,0 А.

Для определения диапазона силы измеряемого тока макет микросистемы подсоединяли к источнику питания в 8 В, проводник, являющийся источником магнитного поля, подключали к аудиоанализатору фирмы Agilent. В проводник с сопротивлением нагрузки 50 Ом подавали напряжение различной амплитуды. Исходя из этих данных рассчитывали амплитуду силы тока.

Проводник фиксировался на расстоянии 2 мм от чувствительного элемента макета микросистемы. На основе измеренных величин были построены графики зависимости напряженности магнитного поля от силы тока, представленные на рис. 5. Данные кривые иллюстрируют отклонение заданных амплитуд силы тока от расчетных значений, причем отклонение полученных значений от заданных не превышает 5 %.

В проводник подавали сигналы различной частоты и фиксировали измеренные значения частоты. График зависимости относительной погрешности измерений от заданной частоты в проводнике приведен на рис. 6.

Таким образом, магниторезистивная микросистема контроля силы тока и его флуктуаций на основе кристалла МП может быть использована как контрольный элемент в устройствах интеллектуальной силовой электроники для систем управления электродвигателями и генераторами постоянного и переменного тока, которые широко применяют в таких



Рис. 5. Расчетная и экспериментальная кривые зависимости магнитного поля от силы тока в проводнике



Рис. 6. Зависимость относительной погрешности измерений от заданной частоты в проводнике

областях, как транспорт, машиностроение, энергетика и приборостроение, как поисково-анализирующее устройство силы тока в проводнике и информационных сигналов с частотами до 300 кГц.

Заключение

Интеллектуальная микросистема контроля силы тока и его флуктуаций может применяться в перспективных изделиях интеллектуальной силовой электроники различного назначения, включая контрольно-измерительное и технологическое оборудование. С ее помощью возможно бесконтактным способом контролировать переходные процессы в электросетях и сигнализировать о несанкционированных попытках вмешательства в передачу информационных сигналов.

Магниточувствительные микросистемы контроля силы тока в изделиях интеллектуальной силовой электроники различного назначения должны способствовать повышению эффективности работы управляющих устройств, систем электропитания, повышения их надежности и энергосбережения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках ФЦП "Развитие электронной компонентной базы и радиоэлектроники на 2008—2015 годы", государственный контракт № 16.426.11.0047.

Список литературы

1. Касаткин С. И., Васильева Н. П., Муравьев А. М. Многослойные тонкопленочные магниторезистивные элементы. Тула: Гриф. 2003. 186 с.

2. **Чеченин Н. Г.** Магнитные наноструктуры и их применение. М.: Грант Виктория. 2006. 166 с.

3. Патент 2436200 Российская Федерация, МПК Н01L43/08. Магниторезистивный датчик / Касаткин С. И., Муравьев А. М., Амеличев В. В., Решетников И. А., Гаврилов Р. О.; заявитель и патентообладатель Учреждение Российской академии наук Институт проблем управления им. В. А. Трапезникова РАН. № 2010145328/28; заявл. 08.11.10.

УДК 537.533.2

П. А. Ерошкин, мл. науч. сотр., e-mail: eroshkin.pavel@gmail.com,

Е. П. Шешин, д-р физ.-мат. наук, проф., директор Центра "Нанотехнологии в электронике", Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Московский физико-технический институт (государственный университет)"

ЭЛЕКТРОННАЯ ПУШКА С АВТОЭМИССИОННЫМ КАТОДОМ ДЛЯ ВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ

Поступила в редакцию 26.07.2013

Предложена конструкция электронной пушки с автоэмиссионным катодом на основе остеклованного пучка полиакрилонитрильных углеродных волокон для катодолюминесцентных приборов. Проведено моделирование электронной системы и выявлены оптимальные параметры конструкции. Рассмотрены области применения разработанного источника свободных электронов.

Ключевые слова: автоэлектронная эмиссия, наноструктурированные углеродные материалы, углеродные волокна

P. A. Eroshkin, E. P. Sheshin

ELECTRON GUN WITH FIELD EMISSION CATHODE FOR VACUUM TUBES

A design of an electron gun with a field emission cathode based on vitrified beam of polyacrylonitrile carbon fibers for cathodoluminescence devices is proposed. The electronic system is simulated and optimal design parameters are identified. The scope of application of the developed source of free electrons is given.

Keywords: field emission, nanostructured carbon materials, carbon fibers

42 -

Введение

В настоящее время активно ведется поиск эффективных автоэмиссионных катодов на основе различных углеродных материалов: углеродных нанотрубок, волокна, фольги, фуллеренов, алмазоподобных пленок, графена и др. Автокатоды не требуют накала, они не инерционны, устойчивы к температурным колебаниям, для них характерны высокая плотность эмиссионного тока и высокая крутизна вольт-амперной характеристики.

Сейчас полиакрилонитрильное (ПАН) углеродное волокно является материалом для наиболее стабильных автоэмиссионных катодов для работы в техническом вакууме [1]. Оно имеет высокую устойчивость к процессам деградации эмитирующей поверхности, а значит длительный срок службы. Этот макроскопический материал технологичен и удобен в обработке, что расширяет область его применения в качестве автокатода [2], а также делает выгодным производство приборов [3, 4] в коммерческих целях.

1. Полиакрилонитрильные углеродные волокна

Требования, которым должен отвечать автоэмиссионный катод, используемый для производства электровакуумных приборов, были сформированы в работе [5]:

- низкая работа выхода;
- низкая поверхностная подвижность при высоких плотностях тока и больших электрических полях;
- химическая неактивность к атомам и молекулам остаточных газов в вакуумном приборе;
- хорошая электро- и теплопроводность, высокая температура плавления.

Помимо всех этих требований катод должен в течение нескольких тысяч часов давать стабильный автоэмиссионный ток в вакууме порядка 10^{-6} Торр. Иначе коммерческое производство приборов становится невыгодным и область применения подобного катода резко сужается.

В настоящее время одиночное полиакрилонитрильное углеродное волокно способно работать в техническом вакууме (10^{-7} Topp) при токе 10 мкА в течение 2400 ч, как показано в работе [6].

Однако изготовление катодов из одиночных углеродных волокон представляет значительные трудности в связи с малым поперечным размером волокна (≈ 7 мкм). Поэтому обычно используют пучки углеродных волокон, а наиболее перспективным методом их крепления является остекловка (рис. 1). Для стеклования нити из углеродного волокна используется вертикальный станок для протяжки стеклянных капилляров.

При изготовлении катодов таким образом можно получить центрированное и ориентированное вдоль оси электронной пушки углеродное волокно. При этом стеклование пучка волокон позволяет повысить вибрационную стойкость автоэмиссионного катода, а также устранить механическую нагрузку на сами волокна. В работе [1] показано, что наработка катодов на основе пучка ПАН волокон в техническом вакууме составляет $7,5 \cdot 10^3$ ч при токе 50 мкА.

2. Конструкция электронной пушки

Электронная пушка состоит из автоэмиссионного катода и управляющего электрода (модулятора) [7]. Предполагается наличие в вакуумном приборе еще

одного электрода — анода, на который подается ускоряющее напряжение $U_a \approx 10$ кВ. Конструкция электронной пушки представлена на рис. 2. Ее основой является остеклованное углеродное волокно с закрепленными на нем катодным контактом и модулятором, выполненными в виде цилиндров.

Модулятор используется для управления током электронной эмиссии с катода. При этом расстояние между катодом и модулятором значительно меньше, чем расстояние между катодом и анодом, поэтому ток катода управляется меньшими модуляторными напряжениями (<1,5 кВ). Однако в связи с появлением в системе модуляторного электрода, возможно наличие токоперехвата на нем, что снижает эффективность электронно-оптической системы.

Для определения оптимальной конструкции электронной пушки было проведено моделирование электроннооптической системы. Его целью был подбор геометрических параметров





Рис. 2. Конструкция разработанной электронной пушки

конструкции, удовлетворяющих следующим требованиям:

- обеспечение максимального значения управляющего напряжения на уровне менее 1,5 кВ при силе тока катода 100 мкА и анодном напряжении 10 кВ;
- обеспечение отсутствия эмиссионного тока при нулевом потенциале на модуляторе;
- минимизация токоперехвата на модуляторе.

На рис. 3 (см. четвертую сторону обложки) представлены результаты моделирования предложенной конструкции электронной пушки с оптимальным набором параметров. Полученные расчетные данные позволяют полагать, что разработанная конструкция удовлетворяет всем представленным выше требованиям.

3. Эксперимент

При проведении эмиссионных испытаний использовали круглый катодолюминесцентный анод диаметром 3 см, который был расположен на расстоянии 1 см от эмитирующего конца катода перпендикулярно его оси. Все измерения проводили в вакуумной камере, во время эксперимента давление в системе поддерживали на уровне 10^{-6} Topp.

Для определения эмиссионных свойств и отработки технологии изготовления предложенной электронной пушки было произведено более 50 ее образцов. Для них были измерены вольт-амперные характеристики [8, 9] (рис. 4, см. четвертую сторону обложки), изучены долговременные наработки, а также исследованы эмиссионные изображения, получаемые на аноде (рис. 5, см. четвертую сторону обложки). Наличие большого числа образцов разработанной конструкции позволило оценить разброс параметров работы электронной пушки. Они полностью удовлетворяют требованиям к управляющему напряжению. Разброс его значения оказывается мал (рис. 6), что позволяет



Рис. 6. Распределение по управляющим напряжениям

говорить о хорошей воспроизводимости конструкции с помощью имеющейся технологии.

Исходя из полученных экспериментальных результатов можно сделать несколько выводов. Во-первых, вольт-амперные характеристики всех изготовленных электронных пушек лежат в области управляющих напряжений до 1,5 кВ при токе катода 100 мкА. Во-вторых, токоперехват в разработанной конструкции практически отсутствует (менее 1 %). В-третьих, разработана технология изготовления электронных пушек с воспроизводимыми характеристиками.

Заключение

Предложенная конструкция электронной пушки может быть использована при создании осветительных ламп, пикселей больших видеоэкранов коллективного пользования, любых источников света с высокой яркостью и других электровакуумных приборов с мощным безынерционным источником свободных электронов.

Использование модуляторного напряжения на уровне менее 1,5 кВ и незначительный разброс эмиссионных характеристик позволяет построить схему управления с использованием существующих высоковольтных транзисторов.

Благодаря использованию автоэмиссионного катода, разработанная электронная пушка не имеет греющихся частей и способна работать в широком диапазоне окружающих температур (эксперименты проводили при температуре от -200 до +150 °C). Скорость ее включения/выключения составляет менее 0,2 мс, а срок службы — более 10 000 ч. Сочетание всех этих факторов делает возможным ее использование в промышленных приборах.

Список литературы

1. Бондаренко Б. В., Макуха В. И., Шешин Е. П. Стабильность и долговечность некоторых вариантов автокатодов // Радиотехника и электроника. 1983. Т. XXVIII. № 8. С. 1649—1652.

2. Шешин Е. П. Структура поверхности и автоэмиссионные свойства углеродных материалов. М.: Изд. МФТИ, 2001.

3. **Baturin A. S., Eskin I. N., Trufanov A. I.** et al. Electron gun with field emission cathode of carbon fiber bundle // Journal of Vacuum Science and Technology. 2003. V. B21, N 1. P. 354–357.

4. **Baturin A. S., Leshukov M. Yu.** et al. Characterizations of light sources with carbon fiber cathodes // Applied Surface Science. 2003. V. 215. P. 260–264.

5. Baker F. S., Osborn A. R., Williams J. The carbon-fiber field emitter // J. Phys. D: Appl. Phys. 1974. V. 7. P. 2105.

6. Baker F. S., Osborn A. R., Williams J. Field emission from carbon fibers: A New Electron Source // Nature. 1972. V. 239, N 8. P. 96.

7. Leshukov M. Yu., Sheshin E. P. New design of electron gun for field emission light sources with carbon fibers cathode // Proc. of the IX International conference ICHMS'2005. P. 908–909.

8. Елинсон М. И., Васильев Г. Ф. Автоэлектронная эмиссия. М.: Физмат, 1958.

9. Nordheim L. W. The effect of the image force on the emission and reflexion of electrons by metals // Proc. Roy. Soc. 1928. V. A121. P. 626.

Н. И. Мухуров, д-р техн. наук, зав. лаб., e-mail: n.mukhurov@dragon.bas-net.by, **Г. И. Ефремов**, канд. техн. наук, вед. науч. сотр., **С. П. Жвавый**, д-р физ.-мат. наук, гл. науч. сотр., Государственное научное учреждение "Институт физики имени Б. И. Степанова Национальной академии наук Беларуси", г. Минск

ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИЕ МИКРОКОММУТАТОРЫ. ЧАСТЬ 3. ПЕРЕКЛЮЧАЮШИЕ МИКРОКОММУТАТОРЫ*

Поступила в редакцию 29.04.2013

Рассмотрены теоретические основы и проведены расчеты параметров переключающих микрокоммутаторов плоскопараллельной и торсионной конструкций. Предложены механоэлектрические актюаторы, показаны их особенности и преимущества. Получены формулы оперативного вычисления основных параметров. Приведены примеры конструкций.

Ключевые слова: электростатические переключающие микрокоммутаторы, плоскопараллельная и торсионная конструкции, механоэлектрические актюаторы, формулы расчета основных параметров, примеры конструкций

N. I. Mukhurov, G. I. Efremov, S. P. Zhvavyi

ELECTROSTATIC MICRO SWITCHES. PART 3. CLOSING-SHUTDOWN MICRO SWITCHES

Theoretical bases are considered and calculations of parameters of parallel-sided and torsion constructives electrostatic closingshutdown micro switches of are carried out. Mechanoelectrical actuators are offered, their features and advantage are shown. Formulas of effective calculation of critical parameters are received. Formulas of effective calculation of critical parameters are received. Examples of designs are resulted.

Keywords: electrostatic closing-shutdown micro switches, parallel-sided and torsion structures, mechanoelectrical actuators, calculated formulas of critical parameters, examples of designs

Введение

Схема включающих микрокоммутаторов с нормально разомкнутыми контактами характеризуется наличием "подготовительного" участка до $m_0 = 0,33$ в плоскопараллельном включающем микрокоммутаторе (см. часть 1) и $m_0 = 0,52$ в торсионном включающем микрокоммутаторе (см. часть 2), который по сути дела является холостым, так как не несет функциональной нагрузки. Однако кинематически на нем под действием электрических сил осуществляется смещение якоря, деформация упругих элементов, возникновение в последних реактивных механических усилий *P*, создающих на соприкасающихся с основанием поверхностях опорное усилие Q, которое во включающих микрокоммутаторах (ВМК) не используется. Эти силы и результат их взаимодействия, по нашему мнению, представляют собой определен-

ные предпосылки для реализации на подготовительном участке нормально замкнутых контактов и преобразования ВМК в переключающие микрокоммутаторы (ПМК). Обоснованием данного предположения являются теоретические базовые функции (рис. 1, часть 1 и рис. 3, часть 2), которые показывают, что условие равновесия активных и реактивных усилий можно выполнить в любой точке за пределами m_0 при подаче соответствующего электрического напряжения U [1]. Техническую реализацию задачи предлагается решить посредством механического смещения якоря при сборке.

Конструктивная схема ПМК (рис. 1) аналогична ВМК. Она содержит диэлектрические основание 1 и жесткий якорь 2 с упругими элементами 3, а также неподвижный (НЭ) 4 и подвижный (ПЭ) 5электроды, нормально разомкнутые (НР) контакты управляемой цепи. В ПМК дополнительно к этим элементам формируется диэлектрический фиксатор 6 с упорами 7, опирающимися на основание. На упорах и соответственно на якоре выполнены нормально замкнутые контакты (НЗК) 8. При сборке упоры механически смещают якорь в



а — плоскопараллельной конструкции; *б* — торсионной конструкции

^{*} Часть 1 см. в № 10, 2013 г., часть 2 — в № 11, 2013 г.

рабочее положение, одновременно деформируя упругие элементы (УЭ), замыкая НЗК и создавая в них контактное усилие *Q*.

В собранных ПМК сформированы: исходное межэлектродное расстояние t; рабочее межэлектродное расстояние $t_p = t - y_M$, где y_M — смещение якоря при сборке; НЗ и НР контакты. Межэлектродное расстояние t_p смещенного якоря с деформированными УЭ будет оставаться неизменным в течение неограниченного продолжительного времени T, создавая контактное усилие $Q_{\rm H3K}$. При подаче после паузы Т произвольно нарастающего электрического напряжения на электроды электростатические силы вначале при $t_p = \text{const}$ уменьшают $Q_{\rm H3K}$. При равенстве этих и реактивных сил Q станет равным нулю, НЗК разомкнутся. Далее при $m > m_0$ активная сила в связи с резким относительным уменьшением $t_{\rm p}$ при постоянном U начнет стремительно возрастать, опережая реактивную. Падение якоря заканчивается замыканием НРК.

Особенностью динамики ПМК является, таким образом, создание суммарных реактивных усилий УЭ вначале за счет механических усилий, затем — электрического напряжения [2]. Первое обеспечивает контактные силы в НЗК, второе — в НРК, поэтому первый участок назовем замкнутым, второй — разомкнутым. Координата между участками, т. е. точка равенства активных и реактивных сил в ВМК, имеет определенное постоянное значение m_0 . В ПМК она зависит от y_M , т. е. является переменной величиной. Обозначим ее символом m_1 . Учитывая последовательность срабатывания и ее своеобразие, назовем актюатор "механоэлектрическим".

В рабочем процессе переключение управляемых цепей в связи с малой инерционностью подвижных масс может осуществляться с большой скоростью, что делает ПМК особенно эффективным для использования в ВЧ системах регулирования.

Напряженное состояние механически деформированных ПМК характеризуется параметрами УЭ, остающимися пропорциональными прогибу yнезависимо от конструктивных схем. В данных ПМК они предопределяют нужные для переключения значения электрических параметров. Поэтому расчеты параметров начинаются с определения реактивных механических сил P и контактного усилия Q при выбранном значении m_1 .

В представленных ниже расчетах приняты следующие обозначения индексов: р — рабочее, м механическое. В методике используются формулы расчетов ВМК с заменой m_0 на m_1 и учетом различия функциональных зависимостей электрических параметров на замкнутом и разомкнутом участках.

Результаты расчетов плоскопараллельных переключающих микрокоммутаторов (ППК) и торсионных переключающих микрокоммутаторов (ТПК) в численном и графическом виде представлены в системе координат с двойной шкалой у для t и ур для t_р, общей точкой которых является m = 1. После m_1 шкала y переходит на градуировку $y = y_M + y_p = tm_1 + t_p m_p$, где m_p — нормированная величина y_p , в целях повышения точности построения функций.

В расчетах предусмотрена связь обеих шкал и учтена пауза времени *T*.

Методика расчета параметров плоскопараллельных переключающих микрокоммутаторов

С учетом специфики ПМК механоэлектрические параметры ППК при $m_1 = 0,4...0,8 > m_0 = 0,33$ определяются следующими соотношениями:

• на участке $0...m_1$ (от 0 до $t - t_p$)

$$P = Ktm = C_P P^*, \tag{1}$$

где K — жесткость держателей; C_P — постоянная при расчете реактивных механических сил;

$$Q_{\rm H3K} = P; \tag{2}$$

• на участке
$$m_1...0,9m$$
 (от $t = t_p$ до $0,9t$)

$$P = Ktm = C_P P^*,$$

$$U = \sqrt{\frac{2Kt^3}{\varepsilon_0 S} \sqrt{m_1(1-m_1)^2}} = C_U U^* = \text{const}, \quad (3)$$

где $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \, \Phi/\text{м}$ — электрическая постоянная; *S* — площадь электрода; *C*_U — постоянная при расчете рабочего электрического напряжения;

$$F_1 = Kt \frac{m_1(1-m_1)^2}{(1-m)^2} = C_P F_1^*;$$
(4)

$$F_2 = \frac{\varepsilon_0 S}{2t^2 (1-m)^2} = C_{F2} F_2^* = F_1,$$
(5)

где индексы 1 и 2 относятся к замыканию и размыканию контактов соответственно;

$$Q = C_P(F_1^* - P^*) = C_P Q^*.$$
 (6)

В формуле (3) содержится непосредственная связь базовой функции U^* с координатой m_1 , в формуле (6) — базовой функции Q^* с координатами *m* и m_1 . Анализ изменения U^* показывает (табл. 1, рис. 2, *a*), что увеличение m_1 с 0,4 до 0,9 снижает базовое напряжение с 0,379 до 0,095, т. е почти в 4 раза. При $m_1 = 0,4$ и $U^* = 0,379$ обеспечивается базовое усилие $Q^*_{H3K} = 0,4$, в диапазоне m = 0,4...0,9 создается $Q^*_{HPK} = 0...13,5$. Аналогично при $m_1 = 0,7$ и $U^* = 0,251$ достигается $Q^*_{H3K} = 0,7$, Q^*_{HPK} в ин-

Таблица 1

<i>m</i> ₁		0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
<i>U*</i> , B		—	—	_	0,38	0,35	0,31	0,25	0,18	0,10
т		0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
$Q_{m_1=0,4}^* \cdot 10^6, \text{ H}$	НЗК	0,1	0,2	0,3	0,4	—	-	—	—	—
	НРК	-	_	_	0,00	0,08	0,30	0,90	2,80	13,5
0* .10 ⁶ H	НЗК	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	—	—
$Q_{m_1=0,7}$, 10 , H	НРК	—			_	_	—	0,00	0,78	5,4

тервале m = 0,7...0,9 равно 0...5,4 (табл. 1, рис. 2, δ). Значит, механоэлектрический актюатор эффективно снижает электрическое напряжение и создает в ППК дополнительно к нормально разомкнутым контактам и нормально замкнутые контакты.

Величина m_1 , связывающая U^* , Q^*_{H3K} , Q^*_{HPK} , оказывает существенное влияние на значение и корректировку основных параметров ППК. В частности, может создать в конструкции при соответствующем значении электрического напряжения равенство $Q_{H3K} = Q_{HPK}$, что предопределяет одинаковые условия работы контактов.



 $U^{*}(m_{1})(a), Q^{*}_{(m, m_{1})}(b)$

Величина m_1 , имеющая важное значение, согласно (3) определяется формулой

$$m_1^3 - 2m_1^2 + m_1 - \frac{U^2}{C_{II}^2} = 0,$$
 (7)

из которой выбирается m_1 в диапазоне от 0,4 до 0,8 (рис. 2, a).

Параметры разработанного переключающего плоскопараллельного микрокоммутатора

n

Выполним расчет ППК при $t = 10 \cdot 10^{-6}$ м, $t_p = 6 \cdot 10^{-6}$ м (табл. 2, рис. 3) и $t_p = 3 \cdot 10^{-6}$ м (табл. 3, рис. 4) с исходными данными, приведенными в части 1. Диапазон t_p охватывает размеры разомкнутого участка.

Значения конструктивных констант:

$$C_P = 48.6 \cdot 10^{-6} \text{ H}, \ C_U = 19.1 \text{ B},$$

 $C_{F2} = 0.133 \cdot 10^{-6} \text{ }\Phi/\text{M}.$

По расчетам данная конструкция по отношению к плоскопараллельным включающим коммутаторам (ПВК) обеспечивает снижение рабочего электрического напряжения с 7,35 В до 7,25...4,8 В и получение $Q_{\rm H3K} = (0...34) \cdot 10^{-6}$ H, $Q_{\rm HPK} =$ = (1,6...3350) $\cdot 10^{-6}$ H. Повышение $Q_{\rm H3K}$ можно достичь изменением параметров в конструктивных константах *C* и увеличением *m*₁.

Смещение $y_{\rm M}$ также можно осуществить в любой точке участка от 0 до m_0 и создать $Q_{\rm H3K}$ при соответствующем значении электрического напряжения U. При увеличении U контакты разомкнутся, а равенство сил будет продолжаться до m_0 . Значит $U_{\rm p}$ будет оставаться постоянным, соответствующим m_0 , но Q будет иметь незначительную величину, поэтому размещать m_1 в диапазоне $0...m_0$ нецелесообразно (см. рис. 2, a).

Пример конструкции плоскопараллельного переключающего микрокоммутатора

Плоскопараллельный переключающий микрокоммутатор [3] содержит диэлектрические прямоугольные основание 1, якорь 2, фиксатор 3 и металлические цилиндрические спейсеры 4 (рис. 5).

Таблица 2

Таблица 3

Результаты расчета плоскопараллельного микрокоммутатора при $t = 10 \cdot 10^{-6}$ м, $t_{\rm n} = 6 \cdot 10^{-6}$ м, $m_1 = 0,4$

<i>у</i> • 10 ⁶ , м	4	4	4,6	5,2	5,8	6,4	7,0	7,6	8,2	8,8	9,4	10
<i>у</i> _р · 10 ⁶ , м	—	0	0,6	1,2	1,8	2,4	3,0	3,6	4,2	4,8	5,4	6,0
<i>m</i> _p	—	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
<i>P</i> ⋅ 10 ⁶ , H	19,4	19,4	22,3	25,3	28,2	31,1	34,0	36,9	39,9	42,8	45,7	48,6
<i>U</i> , B	—	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25	_
$F_1 \cdot 10^6$, H	—	19,4	23,9	30,3	39,5	53,9	77,8	121	216	486	1940	-
$Q_{\rm H3K} \cdot 10^6$, H	19,4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-
$Q_{\rm HPK} \cdot 10^6$, H	_	0,0	1,6	5,0	11,3	22,8	43,8	84,1	176	443	1890	_

Результаты расчета плоскопараллельного микрокоммутатора при $t = 10 \cdot 10^{-6}$ м, $t_{\rm p} = 3 \cdot 10^{-6}$ м, $m_1 = 0,7$

<i>у</i> •10 ⁶ , м	7	7	7,3	7,6	7,9	8,2	8,5	8,8	9,1	9,4	9,7	10
<i>у</i> _р • 10 ⁶ , м	_	0	0,3	0,6	0,9	1,2	1,5	1,8	2,1	2,4	2,7	3,0
m _p	_	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
<i>P</i> ⋅ 10 ⁶ , H	34,0	34,0	35,5	36,9	38,4	39,9	41,3	42,8	44,2	45,7	47,1	48,6
<i>U</i> , B	_	4,79	4,79	4,79	4,79	4,79	4,79	4,79	4,79	4,79	4,79	_
$F_1 \cdot 10^{-6}$, H	_	34,0	42,0	53,2	69,4	94,5	136	213	378	851	3400	_
$Q_{\rm H3K}$ · 10 ⁶ , H	34,0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	_
$Q_{\rm HPK} \cdot 10^6$, H	_	0,0	6,5	16,3	31,0	54,6	94,7	170	334	805	3350	_

В исходном, до сборочном, положении якорь упругими консольными держателями 5 опирается на буртики 6 высотой t, определяющей исходное межэлектродное расстояние 7. Затем по углам якоря в отверстия 8 устанавливаются спейсеры требуемой высоты T. На спейсерах располагается фиксатор, который своими выступами 9 смещает якорь к основанию, деформируя упругие держатели на величину $y_{\rm M}$, и устанавливает рабочее межэлектродное расстояние $t_{\rm p}$, равное

$$t_{\rm p} = t - y_{\rm M}.$$

Положение деталей в собранном состоянии жестко фиксируется с помощью токопроводящих





штырьков, контактирующих со спейсерами и входящих в управляющие и управляемые цепи.

Высота спейсеров определяется из соотно-шений

$$T = t_{\rm p} + c + d,$$

$$t_{\rm p}^2 (t - t_{\rm p}) = \frac{\varepsilon_0 S U^2}{2K},$$

где *с* — толщина напыленного якоря; *d* — высота выступов крышки.

В центральной части якоря и противолежащей поверхности основания сформированы соответственно тонкопленочные подвижный *10* и неподвижный *11* электроды механоэлектрического актюатора. Токо-









в — сечение АА по осям штырьков

проводящие дорожки и контактные площадки нанесены на внутренних сторонах основания и фиксатора, на обеих сторонах якоря, под и над спейсерами.

В собранном состоянии ППК деформированные держатели создают начальную реактивную силу P, которая обеспечивает контактное усилие в H3K 12. При включении актюатора электростатическая сила F разноименно заряженных электродов начинает дополнительно прогибать держатели, увеличивая y и уменьшая t_p , размыкая H3K. При смещении якоря на tm_1 последний коллапсирует на торцы штырьков 13, замыкая HPK 14.

Таким образом, в ППК сформированы: управляющая цепь актюатора *ЦУ*, две управляемые нормально замкнутые цепи *ЦЗ* и две управляемые нормально разомкнутые цепи *ЦР*. При этом все

управляемые цепи могут подключать аппаратуру с различными входными параметрами. Спейсеры расчетной высоты позволяют создавать ППК с широким диапазоном рабочих параметров без изменения конструкции остальных деталей.

Конструкция плоскопараллельного переключающего микрокоммутатора обеспечивает контактные усилия Q за счет:

- в H3К механического деформирования держателей якоря при сборке;
- в HPK электростатических сил притяжения электродов.

Переключение осуществляется механоэлектрическим актюатором.

Итак, в плоскопараллельном переключающем микрокоммутаторе:

- за счет механического вертикального смещения якоря фиксатором сформированы НЗК на замкнутом и НРК на разомкнутом участках. При подаче электрического напряжения НЗК размыкаются, НРК замыкаются;
- граница между участками задается величиной *m*₁ = 0,4...0,8 > > *m*₀ = 0,33;
- базовое значение электрического напряжения U* снижается более чем в 2 раза;
- создаются базовые контактные усилия $Q^*_{\rm H3K} = 0,4...0,7,$

$$Q_{\rm HPK}^* = 13,5...5,4.$$

Расчет параметров торсионного переключающего микрокоммутатора

В расчете использованы соотношения торсионного переключающего микрокоммутатора с учетом предварительного механического смещения якоря на $y_{\rm M} = m_1 t_0$, где $m_1 = 0, 6...0, 8 > m_0 = 0, 52$.

На участке $m = 0...m_1$

$$M_{\rm M} = C_{\rm M} M_{\rm M}^* = \frac{2 \, G J_{\rm T} t}{l_{\rm T} L} \, m, \tag{8}$$

где $M_{\rm M}$ — момент в результате механического смещения;

$$Q_{\rm H3K} = \frac{C_M}{L} M_{\rm M}^* = C_Q M_{\rm M}^* = \frac{2 G J_{\rm T} t}{l_{\rm T} L^2} m.$$
 (9)

- 49

Таблица 4

Результаты расчета параметров торсионного переключающего микрокоммутатора

<i>у</i> · 10 ⁶ , м	7	7	7,3	7,6	7,9	8,2	8,5	8,8	9,1	9,4	9,7	10
<i>у</i> _р · 10 ⁶ , м	-	0	0,3	0,6	0,9	1,2	1,5	1,8	2,1	2,4	2,7	3,0
<i>m</i> _p	_	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
$M_{\rm M} \cdot 10^6$, H · M	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,09	0,1	0,1	0,10
<i>U</i> , B	-	20,1	20,1	20,1	20,1	20,1	20,1	20,1	20,1	20,1	20,1	-
$M_{\mathfrak{z}} \cdot 10^6$, Н · м	_	0,07	0,08	0,09	0,11	0,13	0,15	0,2	0,27	0,42	0,87	_
$Q_{\rm H3K} \cdot 10^6$, H	48	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-
$Q_{\rm HPK} \cdot 10^6$, H	_	0	4,0	9,3	17	28	44	70	117	215	516	_

На участке $m = m_1 ... 0, 9m$

$$M_{\rm M} = C_M M_{\rm M}^* = \frac{2 G J_{\rm T} t}{l_{\rm T} L} m,$$

$$U = C_U U^* =$$

$$= \sqrt{\frac{4 G J_{\rm T} t^3}{\varepsilon_0 a l_{\rm T} L^3}} \sqrt{\frac{\frac{m_1^3}{2m_1^2}}{\frac{2m_1^2}{1-m_1^2} + \ln\left(1-m_1^2\right)}} = C_U A, \quad (10)$$

где A = const;

$$M_{\Im} = C_M M_{\Im}^* U^{*2} =$$

$$= \frac{2 G J_{\rm T} t}{l_{\rm T} L} \frac{1}{m^2} \left[\frac{2m^2}{1-m^2} + \ln(1-m^2) \right] U^{*2}, \qquad (11)$$

где $M_{\rm 9}$ — момент в результате электростатического взаимодействия,

$$Q_{\rm HPK} = C_Q (M_{\ni}^* U^{*2} - M_{\rm M}^*) =$$
$$= \frac{2 G J_{\rm T} t}{l_{\rm T} L^2} \left\{ \frac{1}{m^2} \left[\frac{2m^2}{1 - m^2} + \ln(1 - m^2) \right] U^{*2} - m \right\}.$$
(12)

Параметры разработанного торсионного переключающего микрокоммутатора

Исходные данные и конструктивные константы по части 1 для расчета момента, электрического напряжения и контактного усилия соответственно:

$$C_M = 0,103 \cdot 10^{-6} \text{ H} \cdot \text{m}, \ C_U = 38,3 \text{ B},$$

 $C_O = 69 \cdot 10^{-6} \text{ H}.$

Расчет конструкции проведен при $m_1 = 0.7 > m_0 = 0.52$, результаты представлены в табл. 4 и на рис. 6.

До $m_1 = 0.7$ момент $M_{\rm M}$ возрастает пропорционально y до $0.072 \cdot 10^{-6}$ H·м, что создает контактное усилие $Q_{\rm H3K} = 48 \cdot 10^{-6}$ H, которое будет оставаться постоянным до подачи электрического напряжения. При включении коммутатора $Q_{\rm H3K}$ начнет снижаться и при U = 20.1 В моменты M_3 и $M_{\rm M}$ будут равны, а $Q_{\rm H3K}$ станет равным 0. Далее разность $M_3 - M_{\rm M}$ нарастает и при m = 0.91 дос-



Рис. 6. Расчетные функциональные параметры торсионного переключающего микрокоммутатора при $t = 10 \cdot 10^{-6}$ м; $t_{\rm p} = 3 \cdot 10^{-6}$ м; $m_1 = 0,7$

тигнет $0,18 \cdot 10^{-6}$ H · м. Электрическое напряжение *U* при этом остается прежним, так как $m_1 > m_0$. Значит, по сравнению с торсионными включающими микрокоммутаторами достигается увеличение контактного усилия при меньшем значении электрического напряжения: в диапазоне $m_1 = 0, 6...0, 8$ *U* снижается с 21,6 до 17,2 В.

Соотношение (10) дает формулу для решения проектной задачи — расчета геометрических параметров микрокоммутатора по заданным U и m_1

$$\frac{J_{\rm T}t^3}{al_{\rm T}L^3} = \frac{\varepsilon_0 U^2}{4GU^{*2}}.$$
 (13)

Вариант $m_1 < m_0$ так же, как в плоскопараллельном переключающем микрокоммутаторе, не эффективен.

Пример конструкции торсионного переключающего микрокоммутатора

Торсионный переключающий микрокоммутатор содержит прямоугольные диэлектрические основание 1 и якорь 2 (рис. 7). В середине основания сформировано плоское дно 3, по продольным сторонам которого расположены базовые выступы 4 высотой t, равной исходному межэлектродному расстоянию. Над дном размещен якорь с двумя упругими торсионами 5 на короткой оси симметрии, выполненные за одно с опорными пластинами 6. Пла-



стины расположены на выступах и закреплены на них. На выступах одной из коротких сторон основания установлен фиксатор 7 П-образной формы, который узкой частью нажимает на конец якоря, смещает его в паз на $y_{\rm M} > 0,6t$ и поворачивает якорь на угол α, упруго деформируя торсионы. На дне сформированы два неподвижных электрода 8 и 9, изолированные один от другого промежутком 10, расположенным на короткой оси основания. На внутренней стороне якоря напротив неподвижных электродов выполнен единый подвижный электрод 11, который электрически через один из торсионов соединен с пластиной. На внешней стороне якоря токопроводящая дорожка 12 аналогично соединяет другую пластину с подвижными верхним и нижним контактами на якоре. На фиксаторе и основании напротив них нанесены неподвижные контакты, формирующие НЗК 13 и НРК 14. Все электрические элементы выведены на контактные площадки, располагаемые на базовой плоскости выступов. Для коммутаторов с t > 15...20 мкм целесообразно вместо П-образного фиксатора устанавливать фиксатор в виде параллелепипеда под другим концом якоря.

При сборке регулировкой положения фиксатора вдоль оси коммутатора достигается получение заданного размера t_p . В результате обеспечивается возможность использования одних и тех же деталей для получения рабочих параметров в широком диапазоне. Точность вертикальных размеров высоты t выступов обеспечивается прецизионностью алюмооксидной технологии и базированием всех конструктивных элементов на единой базовой плоскости выступов.

Процесс функционирования изложен выше. Здесь отметим, что в целях упрощения коммутации с внешними устройствами изменяется полярность одного электрода на якоре при постоянстве знаков зарядов электродов на основании.

Итак, в торсионном переключающем микро-коммутаторе:

• за счет механического углового поворота якоря продольным смещением фиксатора на замкну-

том участке сформированы нормально замкнутые контакты, на разомкнутом — нормально разомкнутые контакты;

- величина $m_1 = 0, 6...0, 8 > m_0 = 0, 52;$
- базовое электрическое напряжение U* снижается в 1,03...1,3 раза;

контактные моменты при
$$m_1 = 0.7$$
 $M_M^* = 0.7$, при $m = 0.9$
 $M_2^* = 1.95$.

Заключение

Рассмотрены теоретические и практические аспекты электростатических микрокоммутаторов с электромеханическим и механоэлектрическим актюаторами.

Электромеханический актюатор осуществляет в течение всего рабоче-

го цикла взаимодействие активных электрических и реактивных механических сил, заканчивающееся замыканием нормально разомкнутых контактов. Механоэлектрический актюатор обеспечивает взаимодействие вначале активных и реактивных механических сил, создающих нормально замкнутые контакты, затем активных электрических и реактивных механических сил, размыкающих нормально замкнутые контакты и замыкающих нормально разомкнутые контакты.

Рассмотрены электростатические микрокоммутаторы плоскопараллельной и торсионной конструкций. Математически сформулированы соотношения электромеханических параметров при прямом ходе рабочего цикла. Показано, что экстремальные значения базовых функций $U^*(m)$, во многом определяющих оптимальную область применения микрокоммутаторов, составляют:

- в плоскопараллельных включающих микрокоммутаторах (часть 1) m₀ = 0,33, U^{*}₀ = 0,38;
- в торсионных включающих микрокоммутаторах (часть 2) m₀ = 0,52, U₀^{*} = 0,58;
- в плоскопараллельных переключающих микрокоммутаторах *m*₁ = 0,4...0,8 > 0,33, *U*^{*} ≈ (1/2) • 0,38;
- в торсионных переключающих микрокоммутаторах *m*₁ = 0,6...0,8 > 0,52, *U** ≈ (1/3) 0,58.

Приведена методика проверочного и проектного расчетов микрокоммутаторов с учетом допустимых механических напряжений.

Список литературы

1. Мухуров Н. И., Ефремов Г. И. Концепция построения электростатических переключателей // Матер. XIV Междунар. науч.-техн. конф. "Высокие технологии в промышленности России". Москва, 11—13 сент. 2008. М.: ОАО ЦНИТИ "Техномаш", 2008. С. 212—215. 2. Пат. № 9702 РБ, Н01Н 59/00. Микромеханическое элек-

2. Пат. № 9702 РБ, Н01Н 59/00. Микромеханическое электрореле / Г. И. Ефремов, Н. И. Мухуров. Официальный бюллетень: изобр., полез. мод., пром. обр. 2007. № 4. С. 167.

3. Пат. № 8425 РБ, Н01Н 59/00. Двухканальный микрокоммутатор / Н. И. Мухуров, Г. И. Ефремов, И. Ф. Котова. Официальный бюллетень: изобр., полез. мод., пром. обр. 2013. № 2. С. 198.

Элементы МНСТ MICRO-AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

УЛК 621.3.049.76/.774:681.5

И. В. Синёв¹, ассистент, А. В. Смирнов¹, аспирант, А. И. Гребенников¹, зав. лаб., С. Д. Сякина², аспирант, В. В. Симаков², д-р техн. наук, доц., зав. каф.,

В. В. Кисин², д-р техн. наук, проф., проф. кафедры, e-mail: kisin@sgu.ru

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Саратовский государственный университет имени Н. Г. Чернышевского" (СГУ) ² Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Саратовский государственный аграрный университет имени Н. И. Вавилова" (СГАУ)

ВЛИЯНИЕ ПРЕАВАРИТЕЛЬНОГО НАГРЕВА НА РАСПОЗНАВАТЕЛЬНУЮ СПОСОБНОСТЬ МУЛЬТИСЕНСОРНОЙ МИКРОСИСТЕМЫ

Поступила в редакцию 16.09.2013

Исследовалось влияние предварительного циклического изменения температуры на стабильность сигналов и распознавательную способность мультисенсорной микросистемы. Показано, что предварительный циклический нагрев газочувствительного слоя микросистемы снижает долговременный дрейф сопротивления сенсоров микросистемы и повышает ее способность распознавать примеси аммиака в воздухе.

Ключевые слова: мультисенсорная микросистема, циклическое изменение температуры, распознавательная способность, газочувствительность, диоксид олова

I. V. Sinev, A. V. Smirnov, A. I. Grebennikov, S. D. Syakina, V. V. Simakov, V. V. Kisin

INFLUENCE OF TEMPERATURE PRETREATMENT TO RECOGNITION ABILITY OF MULTISENSORY MICROSYSTEMS

We show that pretreatment of multisensory microsystem by modulation of temperature gives long term microsystem stability and her ability to recognition of reducing gases in air.

Keywords: multisensory microsystem, temperature modulation, aroma recognition, gas sensitivity, tin dioxide

Разрабатываемые в настоящее время мультисенсорные микросистемы типа "электронный нос" призваны обеспечить потребности различных отраслей промышленности, медицины, фармакологии, сельского хозяйства, криминалистики, служб безопасности, охраны окружающей среды в мобильных и быстродействующих устройствах распознавания сложных газовых смесей [1—9]. Эти аналитические микросистемы регистрируют сигналы матрицы газовых сенсоров с некоррелированным откликом на различные компоненты газовой смеси и осуществляют обработку сигналов одним из методов распознавания образов [10-14]. Часто в этих микросистемах используют матрицы резисторов на базе оксидов металлов, что связано с их высокой чувствительностью к токсичным, горючим и взрывоопасным парам и газам, а также благодаря возмож-

ности изготовления таких микросистем с применением технологий групповой обработки [15, 16].

Работа металлооксилных сенсоров чаше всего основана на удалении молекулами анализируемого газа частиц кислорода, адсорбированных на поверхности чувствительного слоя и увеличивающих сопротивление сенсора путем захвата свободных носителей заряда из объема газочувствительного слоя.

Кислород может адсорбироваться на поверхности полупроводников в разных формах адсорбции [17-21], соотношение между концентрациями которых зависит от температуры, времени работы и предыстории образца. Это выражается в изменении сопротивления сенсора по мере работы даже в чистом воздухе — дрейфе базовой линии сигнала сенсора [22-25]. Дрейф базовой линии компенсируют путем математической обработки сигналов мультисенсорной микросистемы, если известно, по какому закону он происходит [26—29]. Однако поиск приемов минимизации дрейфа базовой линии остается актуальной задачей.

Вместе с тем разные компоненты газовой смеси неодинаково вступают в реакцию с разными формами адсорбции кислорода, поэтому можно ожидать, что изменение баланса между разными формами адсорбции кислорода на поверхности будет влиять как на долговременную стабильность базовой линии сенсоров, так и на распознавательную способность мультисенсорной микросистемы в целом.

Цель данной работы — исследование влияния предварительного циклического нагрева на долговременный дрейф сопротивлений сенсоров и на распознавательную способность мультисенсорной микросистемы.

Оборудование и методика эксперимента

Мультисенсорная система представляла собой многослойную микроструктуру, сформированную на поликоровой подложке толщиной 300 мкм. С одной стороны подложки были расположены два платиновых терморезистора в форме меандра и 38 параллельных друг другу платиновых контактов. Газочувствительный слой наносили методом реактивного высокочастотного распыления мишени из диоксида олова. Толщина слоя составляла 0,2 мкм. На другой стороне подложки находились четыре тонкопленочных платиновых нагревателя, которые позволяли поддерживать температуру газочувствительного слоя мультисенсорной микросистемы с неравномерностью по площади подложки около 30 °С. Мультисенсорная система была смонтирована в металлокерамическом корпусе типа PGA-121.

В качестве сигналов мультисенсорной микросистемы были использованы значения сопротивления газочувствительного слоя между соседними платиновыми контактами. Измерения сигналов проводили с помощью автоматизи-

рованного измерительного ком-

душных смесей состояла из генератора чистого воздуха (ГЧВ) типа

ГЧВ-1,2-3,5 (НПП "Химэлектроника", Россия), трех газопровод-

ных каналов из коррозионно-стой-

кой стали, оснащенных регулято-

рами расхода газа (РРГ) типа EL-FLOW ("Bronkhorst", Нидерланды),

барботеров (Б1 и Б2), измерительной камеры (КИ) объемом 6 см³. Увлажнение воздуха и насыщение

его аммиаком проводили путем

пропускания потоков воздуха через

барботеры с дистиллированной водой и нашатырным спиртом соот-

Система подготовки газовоз-

плекса [30] (рис. 1).

ветственно. Барботеры с прилегающими к ним газопроводами и измерительной камерой размещали в термостате (TC) типа TC-1/80 ("Смоленское СКТБ СПУ", Россия), где поддерживалась температура 30 °C.

По одному из газопроводных каналов в измерительную камеру подавали очищенный и осушенный воздух, добавка его в общий поток использовалась для предотвращения конденсации влаги на стенках измерительной камеры. Другой канал использовали для подачи чистого увлажненного воздуха. По третьему каналу подавали газовоздушную смесь, содержащую аммиак. Расход воздуха или газовоздушной смеси через измерительную камеру составлял 100 см³/мин.

Измерение сигналов мультисенсорной микросистемы проводили с затратами времени 0,5 с/канал мультиметром типа Keithley-2000 ("Keithley", США), оснащенным аналоговым мультиплексером Model 2000-SCAN ("Keithley", США). Температура газочувствительного слоя микросистемы устанавливалась и поддерживалась с помощью устройства KAMINA (Karlsruhe Institute of Technology, Германия). Управление измерительным комплексом в целом осуществляли с помощью программы, разработанной в среде LabVIEW 8.5 ("National Instruments", США).

Измерение сигналов мультисенсорной микросистемы проводили последовательно в атмосфере увлажненного воздуха и в газовоздушной смеси, содержащей аммиак, — в пробе. Для уменьшения влияния предыстории образца перед началом цикла измерений мультисенсорную систему выдерживали 3 ч в потоке увлажненного воздуха. При этом температура газочувствительного слоя составляла 80 °C.

Отклик мультисенсорной системы на изменение состава окружающей среды исследовали в двух режимах ее работы: без предварительного циклического изменения температуры газочувствитель-



Рис. 1. Автоматизированный измерительный комплекс

НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 1, 2014 –

ного слоя микросистемы и после предварительного циклического изменения его температуры. Скорость изменения температуры микросистемы во всех экспериментах составляла 1 °С/с. В ходе циклического изменения температуры газочувствительный слой сначала нагревался до 400 °С, а затем его температура понижалась до 200 °С. Предварительное циклическое изменение температуры газочувствительного слоя микросистемы выполняли 7 раз. Измерение сигналов мультисенсорной микросистемы всегда проводили при температуре газочувствительного слоя 300 °С.

Цикл измерений состоял в том, что температуру газочувствительного слоя микросистемы устанавливали равной 300 °С, проводили напуск пробы в течение 30 мин, затем 30 мин измерительную камеру продували увлажненным воздухом. Для математической обработки использовали: 1) в случае продувки измерительной камеры воздухом значения сигналов за последние 60 с перед напуском пробы; 2) в случае продувки измерительной камеры пробой значения сигналов за последние 60 с перед продувкой измерительной камеры воздухом. Цикл измерений с напуском пробы и последующей продувкой измерительной камеры увлажненным воздухом повторяли 7 раз.

Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. 2 представлены значения сопротивления одного из сенсоров мультисенсорной микросистемы в атмосфере воздуха (рис. 2, а) и пробы (рис. 2, б) во всех семи циклах измерений. Если предварительное циклическое изменение температуры не применялось (кривые с маркерами в виде кружков), то наблюдался заметный рост значений сопротивления сенсора от цикла к циклу. Сопротивление увеличивалось как в воздухе — наблюдался дрейф базовой линии, так и в пробе. При использовании предварительного шиклического изменения температуры газочувствительного слоя микросистемы изменение сопротивления сенсора от цикла к циклу и в воздухе, и в пробе, существенно уменьшалось (кривые с маркерами в виде квадратов). Динамика изменения сигнала микросистемы как в воздухе, так и в пробе без термоциклирования подчинялась закону $R \propto \sqrt{t}$, а при использовании предварительного циклического нагрева носила линейный характер $R \propto t$ (аппроксимации данными законами показаны на рис. 2 сплошными линиями).

Долговременное изменение сопротивления сенсора как при продувке измерительной камеры воздухом, так и при продувке пробой, в эксперименте без использования предварительной циклической обработки может быть связано с изменением соотношения между разными формами адсорбции кислорода на поверхности газочувствительных слоев. Причем кинетика свидетельствует в пользу диффузионного механизма этого процесса. Измене-



Рис. 2. Зависимость значений сопротивлений от времени одного из сенсоров мультисенсорной микросистемы в атмосфере воздуха (a) и пробы (δ) :

о — без предварительного циклического изменения температуры; □ — после предварительного циклического изменения температуры

ние кинетики в результате предварительной циклической термообработки говорит о смене механизма долговременного дрейфа сопротивления сенсора. Видимо циклическое изменение температуры приводит к установлению равновесия между разными формами адсорбции кислорода на поверхности газочувствительных слоев без диффузии.

На рис. 3 представлены сигналы мультисенсорной системы, обработанные с помощью метода главных компонент (PCA) в проекции на плоскость двух первых компонент.

При использовании предварительного циклического изменения температуры газочувствитель-





a — без предварительного циклического изменения температуры; δ — после предварительного циклического изменения температуры

ного слоя мультисенсорной микросистемы расстояние Евклида — Махаланобиса между центрами точек, соответствующих результатам измерения с использованием предварительного циклического изменения температуры газочувствительного слоя микросистемы, увеличилось более чем в 50 раз по сравнению с расстоянием между центрами точек, соответствующих результатам измерения без предварительного циклического изменения температуры. Это улучшает классификацию (разделение точек по классам) и указывает на увеличение распознавательной способности мультисенсорной микросистемы в результате использования предварительной циклической термообработки.

Газы-восстановители, в частности аммиак, вступают в химическую реакцию с адсорбированными частицами кислорода, что приводит к уменьшению их концентрации на поверхности и увеличению проводимости газочувствительного слоя микросистемы. Так как механизм и кинетика реакции могут существенным образом зависеть от того, в какой форме адсорбирован кислород, то соотношение между концентрациями разных форм адсорбции должно влиять на значение сопротивления сенсорного слоя в пробе — сигнал сенсора. Если циклическая термообработка газочувствительного слоя приводит к ускорению стабилизации соотношения между различными формами адсорбции кислорода, то она будет уменьшать долговременный дрейф сигнала мультисенсорной микросистемы как в воздухе, так и в пробе, улучшать распознавательную способность микросистемы.

Таким образом, в работе показано, что использование предварительного циклического изменения температуры мультисенсорной микросистемы способствует уменьшению долговременного дрейфа сигналов газочувствительной микросистемы и повышает ее распознавательную способность.

Работа выполнена при поддержке гранта № 13-08-00678 Российского фонда фундаментальных исследований и гранта № А/11/73956 совместной программы "Михаил Ломоносов III" Министерства образования и науки Российской Федерации и Немецкой службы академических обменов (DAAD).

Список литературы

1. Rock F., Barsan N., Weimar U. Electronic nose: current status and future trends // Chemical review. 2008. V. 108. P. 705–725.

2. Concina I., Falasconi M., Gobbi E. et. al. Early detection of microbial contamination in processed tomatoes by electronic nose // Food Control. 2009. V. 20. P. 873–880.

3. Montuschi P., Mores N., Trove A. et. al. The electronic nose in respiratory medicine // Respiration. 2013. V. 85. P. 72–84.

4. Henderson W. G., Khalilian A., Han Y. J. et. al. Detecting stink bugs/damage in cotton utilizing a portable electronic nose // Computers and electronics in agriculture. 2010. V. 70. P. 157–162.

5. **Campagnoli A., Cheli F., Polidori C.** et. al. Use of the electronic nose as a screening tool for the recognition of durum wheat naturally contaminated by deoxynivalenol: a preliminary approach // Sensors. 2011. V. 11. P. 4899–4916.

6. Baldwin E. A., Bai J., Plott A., Dea S. Electronic noses and tongues: applications for the food and pharmaceutical industries // Sensors. 2011. V. 11. P. 4744—4766.

7. Heilig A., Barsan N., Weimar U. et. al. Gas identification by modulating temperatures of SnO_2 -based thick film sensors // Sensors and Actuators B. 1997. V. 43. P. 45–51.

8. Young R. C., Buttner W. J., Linnell B. R., Ramesham R. Electronic nose for space program applications // Sensors and Actuators B. 2003. V. 93. P. 7–16.

9. Garrigues S., Talou T., Nesa D., Gaset A. Modified GC/MS system versus dedicated MS device: comparative

application of electronic nose for QC in automotive industry // Sensors and Actuators B. 2001. V. 78. P. 337–344.

10. **Jolliffe I. T.** Principal Component Analysis // New York: Springer, 2002. 489 p.

11. **Himanshu K. P.** The electronic nose: artificial olfaction technology // New Delhi: Springer, 2014. 249 p.

12. **Ortega A., Marco S., Sundic T., Samitier J.** New pattern recognition systems designed for electronic noses // Sensors and Actuators B. 2000. V. 69. P. 302–307.

13. Wilson A. D., Baietto M. Applications and advances in electronic-nose technologies // Sensors. 2009. V. 9. P. 5099–5148.

14. **Barbri N., Llobet E., Bari N.** и др. Electronic nose based on metal oxide semiconductor sensors as an alternative technique for the spoilage classification of red meat // Sensors (Basel). 2008. V. 8. P. 142–156.

15. Graf M., Barrettino D., Taschini S. et. al. Metal oxide-based monolithic complementary metal oxide semiconductor gas sensor microsystem // Analytical Chemistry. 2004. V. 76. P. 4437–4445.

16. **Barrettino D., Graf M., Taschini S.** et. al. CMOS monolithic metal—oxide gas sensor Microsystems // Sensors Journal. 2006. V. 6. P. 276—286.

17. **Barsan N., Weimar U.** Understanding the fundamental principles of metal oxide based gas sensors; the example of CO sensing with SnO_2 sensors in the presence of humidity // Journal of physics: condensed matter. 2003. V. 15. P. 813–839.

18. **Moseley P. T., Norris J. O. W.** (ed. Williams D. E.) Techniques and Mechanisms in Gas Sensing. Bristol: Adam Hilger, 1991. 390 p.

 Mizokowa Y., Nakamura S. ESR study of adsorbed oxygen on tin dioxide / Ed. Oyo Buturi. 1977. V. 46. P. 580–584.
 Gurlo A. Interplay between O₂ and SnO₂: oxygen

20. **Gurlo A.** Interplay between O_2 and SnO_2 : oxygen ionosorption and spectroscopic evidence for adsorbed oxygen // Chem. Phys. Chem. 2006. V. 7. P. 2041–2052. 21. **Oviedo J., Gillan M. J.** First-principles study of the

21. **Oviedo J., Gillan M. J.** First-principles study of the interaction of oxygen with the SnO_2 (110) surface // Surface Science. 2001. V. 490. P. 221–236.

22. **Gopel W., Hesse J., Zemel J. N.** Sensors: a comprehensive survey. New York: Wiley-VCH, 1991. 1232 p.

23. **Romain A.-C., Nicolas J.** Three years experiment with the same tin oxide sensor arrays for the identification of malodorous sources in the environment // Sensors and Actuators B. 2002. V. 84. P. 271–277.

24. **Bourgeois W., Romain A.-C., Nicolas J., Stuetz R. M.** The use of sensor arrays for environmental monitoring: interests and limitations // Journal of Environmental Monitoring. 2003. V. 5. P. 852–860.

25. Никитина Л. В., Симаков В. В., Синев И. В. и др. Стабильность электрических свойств широкозонных газочувствительных наноструктурированных материалов // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 7. С. 10—14.

26. Romain A.-C., Nicolas J. Long term stability of metal oxidebased gas sensors for e-nose environmental applications: an overview // Sensors and Actuators B. 2010. V. 146. P. 502—506.

27. Holmberg M., Davide F. A. M., Di Natale C. и др. Drift counteraction in odour recognition applications: Lifelong calibration method // Sensors and Actuators B. 1997. V. 42. P. 185–194.

28. Artursson T., Eklov T., Lundstrom I. и др. Drift correction for gas sensors using multivariate methods // Journal of chemometrics. 2000. V. 14. P. 711—723.

29. Bruins M., Gerritsen J. W., Sande W. W. J. и др. Enabling a transferable calibration model for metal-oxide type electronic noses // Sensors and Actuators B. 2013. V. 188. P. 1187—1195.

30. Симаков В. В., Никитина Л. В., Синёв И. В. Аппаратно-программный комплекс многопараметрического распознавания многокомпонентных газовых смесей на основе мультисенсорных микросистем // Башкирский химический журнал. 2010. Т. 17, № 5. С. 125—127.

For foreign subscribers:

Journal of "NANO and MICROSYSTEM TECHNIQUE" (Nano- i mikrosistemnaya tekhnika, ISSN 1813-8586)

The journal is published since November 1999. Editor-in-Chief Professor Petr P. Maltsev, Deputy Editor-in-Chief Professor Victor V. Luchinin (Russia),

Deputy Editor-in-Chief Professor Michael S. Shur (USA)

ISSN 1813-8586.

Address: 4, Stromynsky Lane, Moscow, 107076, Russia. Tel./Fax: +7(499) 269-5510. E-mail: nmst@novtex.ru; http://novtex.ru/nmst/

Please see previous journal's issues at our website (http://novtex.ru/nmst) For any further information, please contact us by e-mail: nmst@novtex.ru

Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Стромынский пер., 4. Телефон редакции журнала (**499**) **269-5510. Е-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 19.11.2013. Подписано в печать 24.12.2013. Формат 60×88 1/8. Заказ MC114.

Цена договорная

Оригинал-макет ООО «Адвансед солюшнз». Отпечатано в ООО «Адвансед солюшнз». 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1.

– НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, № 1, 2014 –