Том 18. № 12 🔶 2016

Издается 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, в систему Российского индекса научного цитирования и реферируется в базах данных INSPEC, CAS и базе данных RSCI на платформе Web of Science

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., проф. (США)

Редакционный совет:

Аристов В. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Асеев А. Л., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Гапонов С. В., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Каляев И. А., д.т.н., проф., акад. РАН Квардаков В. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Климов Д. М., д.т.н., проф., акад. РАН Ковальчук М. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Лабунов В. А., д.ф.-м.н., проф., акад. НАНБ (Беларусь) Нарайкин О. С., д.т.н., проф., чл.-кор. РАН Никитов С. А., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Рыжий В. И., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Сауров А. Н., д.т.н., проф., акад. РАН Сигов А. С., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Чаплыгин Ю. А., д.т.н., проф., акад. РАН Шевченко В. Я., д.х.н., проф., акад. РАН Редакционная коллегия:

Абрамов И. И., д.ф.-м.н., проф. (Беларусь) Агеев О. А., д.т.н., проф. Андреев А., к.ф.-м.н., (Великобритания) Андриевский Р. А., д.х.н., проф. Астахов М. В., д.х.н., проф. Быков В. А., 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. Панич А. Е., 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. Рыжий М. В., к.ф.-м.н., проф. (Япония) 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. Редакция: Антонов Б. И. (директор изд-ва)

Лысенко А. В. (отв. секретарь) Григорин-Рябова Е. В. Чугунова А. В. Фокин В. А. (ред. перевода) Учредитель:

Издательство "Новые технологии"

СОДЕРЖАНИЕ

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ	
Абдуллаев Д. А., Воротилов К. А., Зубкова Е. Н., Серегин Д. С., Сигов А. С. Реактивно-ионное травление пленок цирконата-титаната свинца	723 729
МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ	
Парфенов Н. М., Чемоданов В. Б. Особенности физико-технологических свойств структуры кремний—диоксид кремния	733
ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ	
Дорофеев Р. Ю., Козлов Д. В., Смирнов И. П., Жуков А. А. Основные харак- теристики микросистемного вибрационного модулятора электрических полей космического назначения	744
Кутвицкий В. А., Маслов Л. П., Миронова Е. В., Борисова Е. Я., Несговорова Э. А., Муштанов А. В., Ходин М. А. Формирование сенсорного элемента для	
определения влажности воздуха на основе электропроводящего полимера	750
Крапухин Д. В. Малошумящие усилители диапазона 60 ГГц. Обзор мировых коммерческих разработок	759
Печерская Р. М., Волохов И. В., Гурин С. А., Абдуллин Ф. А. SiC в качестве изоляционного слоя чувствительного элемента тензометрического датчика	
давления для особо жестких условий эксплуатации	767

СИСТЕМЫ НА КРИСТАЛЛЕ

Вишнеков А. В., Ерохин В. В., Иванова Е. М. Выбор ІР-блока при разработке 773

Указатель статей, опубликованных в журнале "Нано- и микросистемная тех-782

Аннотации на русском и английском языках с 1999 г. по настоящее время находятся в свободном доступе на сайте журнала (http://microsystems.ru; http://novtex.ru/nmst/) и научной электронной библиотеки (http://elibrary.ru). Электронные версии полнотекстовых статей расположены на сайте журнала: с 1999 по 2014 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", "Нано- и микросистемная техника", 2016

INTERDISCIPLINARY, SCIENTIFIC, TECHNIQUE AND PRODUCTION JOURNAL

Journal of NANOand MICROSYSTEM TECHNIQUE NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEHNIKA

ISSN 1813-8586

Maltsev P. P., Dr. Sci. (Tech.), Prof. — CHIEF EDITOR Luchinin V. V., Dr. Sci. (Tech.), Prof. DEPUTY CHIEF EDITOR Shur M. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. (USA) — DEPUTY CHIEF EDITOR

Editorial council:

Aristov V. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Aseev A. L., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS Chaplygin Ju. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Gaponov S. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Kaljaev I. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Klimov D. M., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Kovalchuk M. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Kvardakov V. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Labunov V. A., (Belorussia), Sci. (Phys.-Math.), Acad. NASB Narajkin O. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Cor.-Mem. RAS Nikitov S. A., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Suikitov S. A., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Shevchenko V. Ya., Dr. Sci. (Chem.), Prof., Acad. RAS Shevchenko V. Ya., Dr. Sci. (Chem.), Prof., Acad. RAS

Editorial board:

Abramov I. I. (Belorussia), Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. Ageev O. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Andreev A. (UK), Cand. Sci. (Phys.-Math.), Prof. Andrievskii R. A., Dr. Sci. (Chem.), Prof. Astahov M. V., Dr. Sci. (Chem.), Prof. Bykov V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Gornev E. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Gradetskiy V. G., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Kalnov V. A., Cand. Sci. (Tech.) Karjakin A. A., Dr. Sci. (Chem.), Prof. Kolobov Ju. R., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Kuzin A. U., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Panich A. E., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Petrosjants C. O., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Petrunin V. F., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. Pozhela K.(Lithuania), Dr. Sci. (Phys.-Math.) Putilov A. V., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Ryzhii M. V., (Japan), PhD (Phys.), Prof. Shubarev V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Telets V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Timoshenkov S. P., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Todua P. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof.

Editorial staff:

Antonov B. I. (Director Publ.) Lysenko A. V. (Executive secretary) Chugunova A. V. Grigorin-Ryabova E. V. Fokin V. A.

Our:

Web: www.microsistems.ru/eng; e-mail: nmst@novtex.ru

To subscribe, please contact with:

JSC "MK-Periodica": Tel: +7 (495) 672-7012 Fax: +7 (495) 306-3757 E-mail: import@periodicals.ru The Journal is included in the list of the Higher Attestation Commission of the Russian Federation, in the Russian system of science citation index, INSPEC data base, CAS data base and RSCI data base Web of Sience

Published since November 1999

CONTENTS

Vol. 18

No. 12

2016

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

SYSTEM ON A CHIP

Vishnekov A. V., Erokhin V. V., Ivanova E. M. Concerning the Question of Selection of an IP Unit for the System on Chip Development 778

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

УДК 53.06:661.55

Д. А. Абдуллаев¹, аспирант, e-mail: abdullaev@mirea.ru, К. А. Воротилов¹, д-р техн. наук, проф., Е. Н. Зубкова¹, студент, Д. С. Серегин¹, канд. техн. наук, нач. отдела, А. С. Сигов^{1, 2}, д-р физ.-мат. наук, проф., ¹ ФБГОУ ВПО "Московский технологический университет" (МИРЭА) ² Томский политехнический университет

РЕАКТИВНО-ИОННОЕ ТРАВЛЕНИЕ ПЛЕНОК ЦИРКОНАТА-ТИТАНАТА СВИНЦА

Поступила в редакцию 28.06.2016

Исследован процесс реактивно-ионного травления сегнетоэлектрических пленок цирконата-титаната свинца в смесях различных газов для создания ячеек запоминающих устройств и устройств микромеханики. Определены зависимости скорости травления пленок от давления, прикладываемой мощности ВЧ генератора, температуры и состава травящей смеси.

Ключевые слова: сегнетоэлектрики, гетероструктуры, пленки цирконат-титаната свинца, реактивно-ионное травление

Введение

Благодаря нелинейным физическим свойствам гетероструктуры на основе сегнетоэлектрических тонких пленок цирконата-титаната свинца (ЦТС) рассматриваются в качестве кандидатов на использование в новом поколении энергонезависимых запоминающих устройств (ЗУ) и пьезоэлектрических микроэлектромеханических системах (МЭМС) [1, 2]. Для формирования структур субмикронного размера необходимы методики сухого (вакуумного) травления, обеспечивающие высокую степень анизотропности и селективности [3, 4]. Наибольшее распространение получили процессы реактивно-ионного травления (РИТ) на основе галогеновой, фторной или хлорной плазмы, использующие различные газы и их смеси: Cl₂, BCl₃, HBr, CF₄, CHF₃, C₂F₆, C₄F₈, SF₆, Ar, O₂ [3, 5–13].

Скорость химического травления определяется, прежде всего, летучестью продуктов реакции, в связи с этим при травлении ЦТС в хлорной плазме наблюдается более высокая скорость травления, чем во фторной [7]. В установках РИТ обычно используют два генератора: высокочастотный (ВЧ) и генератор индуктивно связанной плазмы (ИСП). Повышение мощности ИСП-генератора увеличивает степень ионизации газа, повышает плотность плазмы и концентрацию химически активных частиц (ХАЧ). При увеличении мощности ВЧ генератора возрастает средняя энергия частиц, и значительный вклад в процесс удаления материала начинает вносить физическое распыление образца, а не процесс химического взаимодействия [14]. С увеличением мощности ВЧ генератора средняя скорость вакуумного травления пленок ЦТС возрастет [3, 7, 13], при этом, как правило, увеличивается и степень анизотропности травления [15].

Значительное влияние на параметры РИТ оказывает температура подложки. Если лимитирующей является стадия химического взаимодействия или десорбция продуктов реакции, скорость которых увеличивается с ростом температуры, то скорость РИТ будет также увеличиваться, однако, если лимитирующей стадией является хемосорбция, то скорость РИТ может снижаться с увеличением температуры [15]. При высокой температуре скорости процессов, протекающих с разной энергией активации, выравниваются и, как следствие, селективность травления снижается.

При добавлении в смесь инертных газов возрастает вклад ионного воздействия на образец. Под действием ионной бомбардировки адсорбированные молекулы рабочих газов подвергаются диссоциации, увеличивается скорость десорбции продук-



Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности (a) и скола (b) пленки ЦТС до травления Fig. 1. REM images of the surface (a) and chip (b) of PZT film before etching

тов травления, происходит физическое распыление нелетучих и малолетучих продуктов травления, образуются новые активные центры взаимодействия на поверхности. Благодаря этому увеличивается анизотропия и снижается селективность травления [15].

Для формирования ячеек памяти и МЭМСструктур необходимо применять высокоаспектное травление, при котором грани структуры имеют близкий к вертикальному профиль. Высокоаспектное травление возможно реализовать только в установках вакуумного травления с источниками плазмы высокой плотности, например, в ИСП-установках при реактивно-ионном травлении [5, 13, 16].

В настоящий момент в литературе отсутствуют систематические данные по механизмам и условиям травления пленок ЦТС. Целью настоящей работы является изучение особенностей РИТ-пленок ЦТС в различных газовых смесях при изменении параметров процесса травления.

Методика эксперимента

Экспериментальные исследования проводили на установке РИТ PlasmaLab 100 Oxford Instruments, оснащенной ИСП и ВЧ генераторами.

В качестве образцов использовали пленки ЦТС (рис. 1), сформированные золь-гель-методом на кремниевых пластинах со структурой Pt (150 нм) — TiO_2 (10 нм) — SiO_2 (300 нм) — Si. Синтез плен-кообразующих растворов для получения пленок проводили с использованием растворов изопропилатов титана и циркония, а также ацетата свинца в метилцеллозольве по методике, описанной в работе [17]. Пленки наносили последовательно мето-дом центрифугирования с сушкой каждого слоя при температуре 150 °C, 10 мин, затем при 400 °C в течение 10 мин. Таким образом наносили шесть слоев, которые подвергали финишной кристаллизации при температуре 650 °C в течение 15 мин. Толщина пленок составляла ~200 нм.

Толщину пленок определяли методом спектральной эллипсометрии с помощью эллипсометра SE 850 (SENTECH Instr.) в рамках модели Коши [18]. Микроструктуру пленок наблюдали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе Nova NanoSEM 230.

Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис. 1 показано РЭМ-изображение поверхности и скола пленки ЦТС до ее травления. Пленки обладают типичной столбчатой структурой [19]. Формиро-

вание подобной структуры связано с доминирующим процессом гетерогенного зародышеобразования кристаллитов перовскита на поверхности слоя Pt [20]. Зерна перовскита плотно прилегают друг к другу и имеют размер ~200 нм.

Исходя из конструктивных особенностей установки РИТ PlasmaLab 100 и данных литературных источников были выбраны следующие параметры процесса: мощность ИСП-генератора — 290 Вт; мощность ВЧ генератора — 100 Вт; давление в реакционной камере — 25 мТорр; температура — 20 °С;

Таблица 1

Скорость травления пленок ЦТС в различных реакционных газах

Table 1

Etching rate of PZT films in various reaction gases

Гравящие газы Etching gases	см ³ /мин Flow-rate of gases, cm ³ /min	Скорость травления, нм/мин Etching rate, nm/min
CF ₄ :Ar	30:10	18,4
CF ₄ :O ₂	30:10	15
CHF ₃ :Ar	30:10	15,2
CHF ₃ :O ₂	30:10	19
C ₄ F ₈ :Ar	30:10	19,7
$C_4F_8:O_2$	30:10	18,4
HBr:Ar	30:10	17,5
HBr:O ₂	30:10	3,5
Cl ₂ :Ar	30:10	18
Cl ₂ :O ₂	30:10	12
SF ₆ :Ar	30:10	16,3
SF ₆ :O ₂	30:10	12,5
HBr:Cl ₂ :Ar	15:15:10	13,9
HBr:Cl ₂ :O ₂	15:15:10	10,5
HBr:SF ₆ :Ar	15:15:10	13
HBr:SF ₆ :O ₂	15:15:10	7
SF ₆ :Cl ₂ :Ar	15:15:10	20,2
SF ₆ :Cl ₂ :O ₂	15:15:10	14,5
HBr:Cl ₂ :SF ₆ :Ar	10:10:10:10	13,5
HBr:Cl ₂ :SF ₆ :O ₂	10:10:10:10	9



Рис. 2. РЭМ-изображения пленок ЦТС после травления в смесях HBr:Cl₂:Ar (a), HBr:SF₆:Ar (b), SF₆:Cl₂:Ar (c) Fig. 2. REM images of PZT films after etching in the mixtures of HBr:Cl₂:Ar (a), HBr:SF₆:Ar (b), SF₆:Cl₂:Ar (c)

расход реакционной смеси газов — 40 см³/мин. В качестве рабочих газов использовались CF_4 , CHF_3 , C_4F_8 , HBr, Cl_2 , SF_6 , Ar, O_2 и их смеси. Полученные данные по скорости травления образцов в различных реакционных смесях представлены в табл. 1.

Высокие скорости травления достигались в реакционных смесях C_4F_8 :Ar, HBr:Cl₂:Ar и SF₆:Cl₂:Ar (наибольшая скорость), что, в целом, соответствует данным других авторов [6, 7, 9, 10]. РЭМ-изображения пленок после травления представлены на рис. 2. После травления пленок в смеси газов, содержащей HBr, на поверхности образуются загрязнения из нелетучих продуктов реакции, в то время как при использовании смеси SF₆:Cl₂:Ar поверхность остается чистой, что свидетельствует о лучшей летучести хлор-производных продуктов реакции. По данным работы [16] данная смесь эффективна и для достижения высокого показателя анизотропности травления.

Энергия ионов в процессах вакуумного травления, а следовательно, и скорость травления зависит от давления в рабочей камере. Эксперименты по изучению влияния давления при РИТ-пленок ЦТС проводили со следующими параметрами процесса: мощность ИСП генератора — 290 Вт; мощность ВЧ генератора — 100 Вт; температура — 20 °C; расход реакционной смеси газов SF₆:Cl₂:Ar/15:15:10 см³/мин. Результаты представлены в табл. 2.

Скорость травления линейно уменьшается с увеличением давления. Причиной является возрастание числа столкновений частиц, приводящее к уменьшению средней энергии электронов, которая определяет скорость генерации активных частиц.

Анализ влияния состава газовой смеси проводили в условиях сохранения общего расхода газовой смеси со следующими параметрами процесса: мощность ИСП-генератора — 290 Вт; мощность ВЧ генератора — 100 Вт; давление в реакционной камере — 5 мТорр; температура — 20 °С. Результаты представлены в табл. 3. Как видно, высокая скорость травления достигается при травлении в смесях SF₆:Cl₂:Ar в условиях относительно высокого содержания Cl₂ 15...30 об. %, так как образование летучих хлор-производных является доминирующим механизмом травления в данном процессе.

Скорость травления можно повысить, увеличив мощность ВЧ генератора, так как в этом случае увеличивается энергия ХАЧ и ионов в плазме. Эксперименты показали линейное увеличение скорости травления пленок ЦТС при повышении мощности ВЧ генератора от 50 Вт (9,6 нм/мин) до 290 Вт (49,8 нм/мин) в смеси SF₆:Cl₂:Ar/5:25:10 см³/мин и давлении 5 мТорр. Важно отметить, что увеличение мощности при РИТ приводит также к более интенсивной ионной бомбардировке, снижению селективности, деградации фоторезиста, усилению загрузочного эффекта и повышению неравномерности травления. Кроме того, повышение ВЧ мощности не компенсирует обеднение реагента, поскольку возрастание скорости генерации активных частиц не обязательно сопровождается увеличением скорости их потребления [15]. В связи с этим оптимальной является мощность ВЧ генератора ~100 Вт. При данной мощности, расходе реакционной смеси газов SF₆:Cl₂:Ar/5:25:10 см³/мин

Таблица 2

Скорость травления пленок ЦТС при различном давлении

Table 2

Etching rate of PZT films under various pressure

Давление, мТорр Pressure, mTorr	5	15	25	35	45
Скорость травления, нм/мин Etching rate, nm/min	22,8	21,7	19,9	12,4	9,1

Таблица 3

Скорость травления пленок ЦТС при различном процентном соотношении газов в смеси SF₆:Cl₂:Ar

Table 3

Etching rate of PZT films at various correlations of the gases in the mixture SF₆:Cl₂:Ar

Расход газов, см ³ /мин Consumption of gases, cm ³ /min	5:30:5	5:25:10	10:20:10	15:15:10	20:10:10	25:5:10	10:10:20	5:5:30
Скорость травления, нм/мин Etching rate, nm/min	21,7	24,2	22,7	22	19,8	19	10,6	9,6

и давлении 5 мТорр были проведены эксперименты, результатом которых явился линейный рост скорости травления (от 24 до 30,7 нм/мин) при изменении температуры подложки от 20 до 100 °С. Данный факт свидетельствует о том, что лимитирующей стадией процесса травления в данной смеси, по-видимому, является процесс химического взаимодействия.

Выводы

Процесс травления пленок ЦТС для формирования ячеек сегнетоэлектрических ЗУ и МЭМС в реакционной газовой смеси $SF_6:Cl_2:Ar$ обеспечивает возможность анизотропного травления при отсутствии на поверхности полимерных продуктов реакции. Оптимальным является давление 5 мТорр при расходе травящей смеси газов $SF_6:Cl_2:Ar/5:25:10 \text{ см}^3/\text{мин}$. В связи с температурно-зависимой скоростью химического взаимодействия частиц на поверхности, скорость травления может быть увеличена путем увеличения температуры подложки до 100 °C.

Работа выполнена в МИРЭА при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, уникальный идентификатор проекта RFMEFI58614X0008 (соглашение № 14.586.21.0008), а также Государственного Задания № 11.28.2014 К.

Список литературы

1. Setter N., Damjanovic D., Eng L., Fox G., Gevorgian S., Hong S., Kingon A., Kohlstedt H., Park N. Y., Stephenson G. B., Stolitchnov I., Taganstev A. K., Taylor D. V., Yamada T., Streiffer S. Ferroelectric thin films: Review of materials, properties, and applications, Journal Applied Physics, 2006, Vol. 100, pp. 051606.

2. Воротилов К. А., Мухортов В. М., Сигов А. С. Интегрированные сегнетоэлектрические устройства. М.: Энергоатомиздат, 2011. 175 с.

3. **Bucknall D.** Nanolithography and patterning techniques in microelectronics. Cambridge, England: Woodhead Publishing Ltd., 2005. 408 p.

4. Киреев В. Ю., Данилин Б. С., Кузнецов В. И. Плазмохимическое и ионно-химическое травление микроструктур. М.: Радио и связь, 1983. 120 с.

5. Ho G. K., Abdolvand R., Sivapurapu A., Humand Sh., Ayazi F. Piezoelectric-on-silicon lateral bulk acoustic wave micromechanical resonators, Journal of Microelectromechanical *systems*, 2008, Vol. 17, N. 2, pp. 512–520. 6. Lu J., Zhang Y., Ikehara T., Itoh T., Maeda R., Mihara T. High quality factor silicon cantilever driven by PZT actuator for resonant based mass detection, IEEE Transactions on Sensors and Micromachines, 2009, Vol. 129, N. 4, pp. 105–109.

7. Park J. C., Hwang S., Kim J.-M., Kim J. K., Yun Y.-H., Shim K. B. Comparison of chlorine- and fluorine-based inductively coupled plasmas for the dry etching of PZT films, Journal of Ceramic Processing Research, 2009, Vol. 10, N. 5, pp. 700–704.

8. Lee J. K., Chung I. Kim T. Y., Desu S. B. Characterization and elimination of dry etching damaged layer in $Pt/Pb(Zr_{0.53}Ti_{0.47})O_3/Pt$ ferroelectric capacitor, Applied Physics Letters, 1999, Vol. 75, N. 3, pp. 334–336.

9. Kang M.-G., Kim K.-T., Kim D.-P., Kim C.-I. Etching mechanism of $Pb(Zr, Ti)O_3$ thin films in Cl_2/Ar plasma, Journal of the Korean Physical Society, 2002, Vol. 41, N. 4, pp. 445–450.

10. **Chung C. W., Byun Y. H., Kim H. I**. Etching of platinum thin films by high density Ar/Cl₂/HBr Plasma, Korean Journal of Chemistry Engineering, 2000, Vol. 19, N. 3, pp. 524–529.

11. Kokaze Y., Kimura I., Jimbo T., Endo M., Ueda M., Suu K. Dry etching process for Pb(Zr, Ti)O₃ thin-film actuators, ULVAC Technical Journal, 2007, N. 66 E, pp. 13–20.

12. **Ivan I. A., Agnus J., Lambert P**. PMN–PT (lead magnesium niobate—lead titanate) piezoelectric material micromachining by excimer laser ablation and dry etching (DRIE) Sensors and Actuators, A. Physical, 2012, Vol. 177, pp. 37–47.

13. Shen Z., Shih W. Y., Shih W.-H. Self-exciting, self-sensing $PbZr_{0.53}Ti_{0.47}O_3/SiO_2$ piezoelectric microcantilevers with femtogram/Hertz sensitivity, Applied Physics Letters, 2006, Vol. 89, pp. 023506.

14. Абдуллаев Д.А, Кельм Е. А., Зайцев А. А. Селективное плазмохимическое травление нитрида кремния относительно оксида кремния. Нано- и микросистемная техника. 2014, № 2. С. 17—19.

15. Гальперин В. А., Данилкин Е. В., Молчанов А. Процессы плазменного травления в микро- и нанотехнологиях. М.: Бином, 2014. 283 с.

16. **Tadigadapa S., Mateti K.** Piezoelectric MEMS sensors: state-of-the-art and perspectives, Measurement Science and Technology, 2009, Vol. 20, N. 9, pp. 092001.

17. Kotova N. M., Vorotilov K. A., Seregin D. S., Sigov A. S. Role of precursors in the formation of lead zirconate titanate thin film, Inorganic Materials, 2014, Vol. 50, N. 6, pp. 612–616.

18. **Deineka A., Jastrabik L., Suchaneck G., Gerlach G.** Ellipsometric investigations of the refractive index depth profile in PZT thin films, Physica Status Solidi, 2001, Vol. 188, N. 4, pp. 1549–1552.

19. Vorotilov K., Sigov A., Seregin D., Podgorny Yu., Zhigalina O., Khmelenin D. Crystallization behaviour of PZT in multilayer heterostructures, Phase Transitions, 2013, Vol. 86, pp. 1152–1165.

20. Sigov A. S., Vorotilov K. A., Zhigalina O. M. Effect of lead content on microstructure of sol-gel PZT structures, Ferro-electrics, 2012, Vol. 433, N. 1, pp. 146–157.

D. A. Abdullaev¹, Postgraduate Student, abdullaev@mirea.ru, K. A. Vorotilov¹, Professor, D. Sc.,

E. N. Zubkova¹, Student, D. S. Seregin¹, Ph. D., Head of Department, A. S. Sigov^{1, 2}, Professor, D. Sc.

¹ Moscow Technological University (MIREA)

² Tomsk Polytechnic University

Reactive-Ion Etching of the Lead Zirconate Titanate Films

Ferroelectric thin films, like lead zirconate titanate (PZT), due to their interesting piezoelectric properties form several different families of MEMS and memory devices. Patterning has become an essential element for integration of PZT in the devices. In this work, the authors investigated the etching characteristics of PZT thin films using Cl_2/Ar , Cl_2/O_2 , CF_4/Ar , CF_4/O_2 , CHF_3/Ar , CHF_3/O_2 , C_4F_8/O_2 , C_4F_8/Ar , HBr/Ar, HBr/O_2 , SF_6/Ar , SF_6/O_2 gases and their mixtures with an inductively coupled plasma (ICP) system. The etch rate of the PZT thin films had the maximal values at 12.5 % of Cl_2 , 62.5 % of SF_6 and 25 % of Ar gas concentrations, which decreased with addition of O_2 gas. The maximal etch rate of the PZT thin films was 24.2 nm/min. Further, the authors investigated the dependence of the etch rate on pressure, RF power and temperature. The etch rate of the PZT thin films decreased in case of pressure increment (from 5 up to 45 mTorr), while magnification of the etching rate was observed in case of increase of RF power (from 50 up to 290 W) and temperature (from 20 up to 100 °C).

Keywords: ferroelectrics, heterostructures, films, lead zirconate titanate, reactive-ion etching

Introduction

Due to their nonlinear physical properties the heterostructures on the basis of the ferroelectric thin films of lead zirconate titanate (PZT) are considered as candidates for a new generation of the non-volatile memory devices (MD) and piezoelectric microelectromechanical systems (MEMS) [1, 2]. Formation of submicron structures requires techniques of dry (vacuum) etching ensuring a high degree of anisotropy and selectivity [3, 4]. The most wide-spread among them is reactive ion etching (RIE) on the basis of halogen, fluorine or chloric chemistry plasma using gases and their mixes: Cl_2 , BCl_3 , HBr, CF_4 , CHF_3 , C_2F_6 , C_4F_8 , SF_6 , Ar, O_2 [3, 5–13].

The chemical etching rate is determined by the volatility of the reaction products, and in this connection during PZT etching in chloric plasma a higher etching rate is observed, than in the fluorine one [7]. RIE installations usually use two generators: a high-frequency (HF) and a generator of inductively coupled plasma (ICP). Increase of power of ICP generator increases the degree of ionization of gas, raises the density of plasma and the concentration of the chemically active particles (CAP). With an increase of power of HF generator the average energy of particles also increases, and from that point the contribution to the removal of the material is brought by a physical dispersion of the sample, instead of the chemical interaction [14]. With an increase of power of HF generator the average dry etching rate of PZT films grows [3, 7, 13], and so does the degree of anisotropy of etching [15].

Considerable influence on RIE parameters is rendered by the substrate temperature. If the limiting factor is the stage of the chemical interaction or desorption of the reaction products, the rate of which increases with the temperature growth, then the RIE etch rate will also increase, however, if the limiting stage is chemisorption, the rate of RIE can decrease with the increase of temperature [15]. At a high temperature the rate of the processes, going on with different energies of activation, level out, but the selectivity of etching reduced.

Addition of the inert gases to a mix increases the contribution of the ionic influence on a sample. Under the influence of the ionic bombardment the adsorbed molecules of the mixes gases are subjected to dissociation, the rate of desorption of the etching products increases, dispersion occurs of the nonvolatile and low-volatile etching products, and new active centers of interaction on the surface are formed. Due to this the anisotropy increases and the selectivity of etching decreases [15].

Formation of the memory cells and of MEMS structures requires a high-aspect etching, at which the structure sides have a profile close to the vertical one. This can be realized only in the installations of vacuum etching with the sources of high density plasma, for example, in ICP installations during the reactive-ionic etching [5, 13, 16].

In literature there are no systematic data concerning the mechanisms and conditions of etching of PZT films. The aim of the present work is studying of the specific features of RIE of PZT films in various gas mixes in the changing parameters of etching.

Experimental technique

The experimental research was done on RIE installations of PlasmaLab 100 Oxford Instruments, equipped with ICP and HF generators. The samples were PZT films (fig. 1) formed by the sol-gel method on the silicon plates with the structure of Pt (150 nm) — TiO₂ (10 nm) — SiO₂ (300 nm) — Si. Synthesis of the film-forming solutions was done with the use of solutions of isopropylates of titanium and zirconium, and also lead acetate in methylcellosolve by the technique described in [17]. The films were deposited consistently by centrifugation with drying of each layer at 150 °C, during 10 min, then at 400 °C within 10 min. Thus, six layers were deposited, which were subjected to the finishing crystallization at 650 °C within 15 min. The thickness of films was ~200 nm. It was determined by the method of the spectral ellipsometry on SE 850 (SENTECH Instr.) within the framework of Koshi model [18]. The microstructure of the films was observed by the method of the raster electronic microscopy (REM) on Nova NanoSEM 230 by FEI.

Experimental results and discussion

Fig. 1 presents a REM image of the surface and a chip of PZT films before etching. The films have a typical columnar structure [19]. Formation of such a structure is connected with the dominating process of a heterogeneous nucleation of the crystalline particles of perovskite on the surface of Pt layer [20]. The perovskite grains densely adjoin each other and have the size of ~200 nm.

Proceeding from the design features of RIE installation of PlasmaLab 100 and data from literary sources the following process parameters were chosen: power of ICP generator -290 W; power of HF generator -100 W; pressure in the reaction chamber -25 mTorr; temperature -20 °C; flow-rate of the reaction mixture of gases -40 cm³/min. The etching gases were CF₄, CHF₃, C₄F₈, HBr, Cl₂, SF₆, Ar, O₂ and their mixtures. The obtained data concerning the etching rate of the samples in the reaction mixtures are presented in table 1.

High etching rate were reached in the mixtures of C_4F_8 :Ar, HBr:Cl₂:Ar, and SF₆:Cl₂:Ar (the greatest rate), which corresponds to the data [6, 7, 9, 10]. REM images of the films after etching are presented in fig. 2. After etching of the films in the mixture of gases containing HBr, on the surface a pollution is formed of the nonvolatile products of reaction, while after the use of SF₆:Cl₂:Ar mixture the surface remains clean, which testifies to the better volatility of the chlorine-derived reaction products. According to data [16], the mixture is also effective for achievement of a higher indicator of anisotropy of etching.

In the processes of vacuum etching the energy of ions and the etching rate depend on the pressure in the working chamber. The experiments of studying of the influence of pressure at RIE of PZT films were done with the following process parameters: power of ICP generator -290 W; power of HF generator -100 W; temperature -20 °C; consumption of the reaction mixture of gases SF₆:Cl₂:Ar/15:15:10 cm³/min. The results are presented in table 2.

The etching rate decreases linearly with an increase of pressure. The reason for this is an increase of the number of collisions of particles, leading to reduction of the average energy of electrons, which determines the rate of generation of the active particles.

The analysis of the influence of composition of the gas mixture was done with preservation of the total consumption of the gas mixture with the following process parameters: power of ICP generator -290 W; power of HF generator -100 W; pressure in the reaction chamber -5 mTorr; temperature -20 °C. The results are presented in table 3. A high etching rate is reached dur-

ing etching in mixtures of SF_6 :Cl₂:Ar in the conditions of a relatively high content of Cl₂ 15–30 vol. %, because formation of the volatile chlorine-derivatives is the dominating mechanism of etching.

The etching rate can be raised by increasing the power of HF generator, because in this case the energy of CAP and ions in plasma is increased. Experiments demonstrated a linear increase of the etching rate of PZT films due to an increase of the power of HF generator from 50 W (9.6 nm/min) up to 290 W (49.8 nm/min) in the mixture of SF₆:Cl₂:Ar/5:25:10 cm³/min and pressure of 5 mTorr. It is important, that the power increase at RIE leads to a more intensive ion bombardment, decrease in selectivity, degradation of the photoresist, strengthening of the loading effect and increase of non-uniformity of etching. Besides, increase of HF power does not compensate for the reagent's pauperization, since an increase of the rate of generation of the active particles is not necessarily accompanied by an increase of the rate of their consumption [15]. In this connection, the optimal power of HF generator is ~100 W. At this power, consumption of the reaction mixture of gases of SF₆:Cl₂:Ar/5:25:10 cm³/min and pressure of 5 mTorr the experiments were done and their result was a linear growth of the etching rate (from 24 up to 30.7 nm/min) at the change of temperature of the substrate from 20 up to 100 °C. This testifies to the fact that the limiting stage of etching in the given mixture is, apparently, a chemical interaction.

Conclusions

Etching of PZT films for formation of the ferroelectric cells of the memory devices and MEMS in the gas mixture of SF₆:Cl₂:Ar ensures a possibility of the anisotropic etching in absence of the polymeric reaction products on the surface. Pressure of 5 mTorr is optimal at the consumption of the gas mixture of SF₆:Cl₂:Ar/5:25:10 cm³/min. In connection with the temperature-dependent rate of the chemical interaction of particles on the surface, the etching rate can be increased by increasing the temperature of the substrate up to 100 °C.

The work was done in MIREA with the financial support of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation, the unique identifier of the project is RFMEFI58614X0008 (Agreement $N_{\rm P}$ 14.586.21.0008), State Task $N_{\rm P}$ 11.28.2014 K.

References

1. Setter N., Damjanovic D., Eng L., Fox G., Gevorgian S., Hong S., Kingon A., Kohlstedt H., Park N. Y., Stephenson G. B., Stolitchnov I., Taganstev A. K., Taylor D. V., Yamada T., Streiffer S. Ferroelectric thin films: Review of materials, properties, and applications, *Journal Applied Physics*, 2006, vol. 100, P. 051606.

2. Vorotilov K. A., Muhortov V. M., Sigov A. S. Integrirovannye segnetojelektricheskie ustrojstva. Moscow, Jenergoatomizdat, 2011, 175 p. 3. **Bucknall D.** *Nanolithography and patterning techniques in microelectronics.* Cambridge, England: Woodhead Publishing Ltd., 2005, 408 p.

4. Kireev V. Ju., Danilin B. S., Kuznecov V. I. Plazmohimicheskoe i ionno-himicheskoe travlenie mikrostruktur. Moscow, Radio i svjaz', 1983, 120 p.

5. Ho G. K., Abdolvand R., Sivapurapu A., Humand Sh., Ayazi F. Piezoelectric-on-silicon lateral bulk acoustic wave micromechanical resonators, *Journal of Microelectromechanical systems*, 2008, vol. 17, no. 2, pp. 512–520.

6. Lu J., Zhang Y., Ikehara T., Itoh T., Maeda R., Mihara T. High quality factor silicon cantilever driven by PZT actuator for resonant based mass detection, *IEEE Transactions on Sensors and Micromachines*, 2009, vol. 129, no. 4, pp. 105–109.

7. Park J. C., Hwang S., Kim J.-M., Kim J. K., Yun Y.-H., Shim K. B. Comparison of chlorine- and fluorine-based inductively coupled plasmas for the dry etching of PZT films, *Journal of Ceramic Processing Research*, 2009, vol. 10, no. 5, pp. 700–704.

8. Lee J. K., Chung I. Kim T. Y., Desu S. B. Characterization and elimination of dry etching damaged layer in $Pt/Pb(Zr_{0.53}Ti_{0.47})O_3/Pt$ ferroelectric capacitor, *Applied Physics Letters*, 1999, vol. 75, no. 3, pp. 334–336.

9. Kang M.-G., Kim K.-T., Kim D.-P., Kim C.-I. Etching mechanism of Pb(Zr, Ti)O₃ thin films in Cl₂/Ar plasma, *Journal of the Korean Physical Society*, 2002, vol. 41, no. 4, pp. 445–450.

10. Chung C. W., Byun Y. H., Kim H. I. Etching of platinum thin films by high density Ar/Cl₂/HBr Plasma, *Korean Journal of Chemistry Engineering*, 2000, vol. 19, no. 3, pp. 524–529. 11. Kokaze Y., Kimura I., Jimbo T., Endo M., Ueda M.,

11. Kokaze Y., Kimura I., Jimbo T., Endo M., Ueda M., Suu K. Dry etching process for Pb(Zr, Ti)O₃ thin-film actuators, *ULVAC Technical Journal*, 2007, no. 66 E, pp. 13–20. 12. **Ivan I. A., Agnus J., Lambert P.** PMN–PT (lead magnesium niobate—lead titanate) piezoelectric material micromachining by excimer laser ablation and dry etching (DRIE) Sensors and Actuators, *A. Physical*, 2012, vol. 177, pp. 37–47.

13. Shen Z., Shih W. Y., Shih W.-H. Self-exciting, self-sensing $PbZr_{0.53}Ti_{0.47}O_3/SiO_2$ piezoelectric microcantilevers with femtogram/Hertz sensitivity, *Applied Physics Letters*, 2006, vol. 89, pp. 023506.

14. Abdullaev D. A., Kelm E. A., Zaitsev A. A. Selective plasmochemical etching of silicon nitride to silicon oxide, *Nano- i mikrosistemnaja tehnika*, 2014, no. 2, pp. 17–19.

15. Gal'perin V. A., Danilkin E. V., Molchanov A. Processy plazmennogo travlenija v mikro- i nanotehnologijah, Moscow, Binom, 2014, 283 p.

16. **Tadigadapa S., Mateti K.** Piezoelectric MEMS sensors: state-of-the-art and perspectives, *Measurement Science and Technology*, 2009, vol. 20, no. 9, pp. 092001.

17. Kotova N. M., Vorotilov K. A., Seregin D. S., Sigov A. S. Role of precursors in the formation of lead zirconate titanate thin film, *Inorganic Materials*, 2014, vol. 50, no. 6, pp. 612–616.

18. Deineka A., Jastrabik L., Suchaneck G., Gerlach G. Ellipsometric investigations of the refractive index depth profile in PZT thin films, *Physica Status Solidi*, 2001, vol. 188, \mathbb{N} 4, pp. 1549–1552.

19. Vorotilov K., Sigov A., Seregin D., Podgorny Yu., Zhigalina O., Khmelenin D. Crystallization behaviour of PZT in multilayer heterostructures, *Phase Transitions*, 2013, vol. 86, pp. 1152–1165.

20. Sigov A. S., Vorotilov K. A., Zhigalina O. M. Effect of lead content on microstructure of sol-gel PZT structures, *Ferro-electrics*, 2012, vol. 433, no. 1, pp. 146–157.

УДК 53.06

М. В. Евстафьева, мл. науч. сотр., А. Н. Редькин, д-р физ.-мат. наук, зав. лаб., Е. Е. Якимов, канд. физ.-мат. наук, науч. сотр., e-mail: ryzhova@iptm.ru ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка

СРАВНЕНИЕ СЕНСОРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МАССИВОВ НАНОСТЕРЖНЕЙ И ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ УЛЬТРАФИОЛЕТОВЫМ СВЕТОМ

Поступила в редакцию 09.06.2016

Проведено сравнение сенсорных свойств массивов наностержней и пленок оксида цинка при облучении ультрафиолетовым светом. Установлено, что при облучении ультрафиолетом в одинаковых условиях происходит изменение электропроводности образцов. Значение эффекта у массива наностержней ZnO в несколько раз выше, чем у пленок. Существенные различия наблюдаются также в кинетике изменения электропроводности. Показано, что массивы наностержней ZnO имеют существенные преимущества (большая чувствительность, малое время отклика и восстановления) по сравнению с пленками при использовании в качестве ультрафиолетовых сенсоров.

Ключевые слова: оксид цинка, наностержни, электропроводность, сенсорные свойства, фоточувствительность, ультрафиолетовые сенсоры, газофазный синтез

Введение

Широкозонные полупроводниковые материалы (A^{III}B^V, SiC, ZnO) являются перспективными материалами для создания различных типов сенсоров. Ультрафиолетовые (УФ) датчики на основе оксидов полупроводниковых материалов имеют низкую стоимость, высокую чувствительность, высокую термостойкость, радиационную стойкость, устойчивость параметров. В последнее время исследованию сенсорных свойств датчиков на основе полупроводниковых материалов уделяется значительное внимание. Традиционно для создания чувствительных элементов датчиков используют пленочные материалы. Вместе с тем с развитием методов получения полупроводниковых наностержней, последние вызывают все больший интерес в связи с перспективой их использования в качестве элементов сенсорных устройств. Такие наноструктуры по сравнению с пленками имеют ряд преимуществ, связанных с их большой удельной поверхностью, а также с более совершенной кристаллической структурой. В настоящей работе проведено сравнение значения и характера резистивного фотоотклика у упорядоченных массивов наностержней и пленок оксида цинка при облучении УФ светом.

Методика эксперимента

Пленки и массивы наностержней оксида цинка были получены методом газофазного синтеза. Подробно методики газофазного синтеза для получения упорядоченных массивов наностержней и пленок оксида цинка были описаны ранее [1, 2]. В качестве материала подложек использовали кварц и стекло. Толщину пленок и высоту массивов наностержней определяли путем исследования поперечных сколов образцов в растровом электронном микроскопе JSM-6490.

В настоящей работе проводили сравнительное исследование изменения электропроводности образцов массивов наностержней и пленок ZnO.

Обычно в основании массивов наностержней образуется сплошной поликристаллический подслой, который обеспечивает электропроводность образцов в латеральном направлении. Выбранные для исследования образцы представляли собой кварцевые или стеклянные подложки размерами 5×20 мм, покрытые с одной стороны либо сплошной поликристаллической пленкой ZnO, либо поликристаллической пленкой с вертикально ориентированными наностержнями на поверхности. Толщина пленки составляла 5...6 мкм. Примерно такой же была высота наностержней. Сред-



Рис. 1. Схема измерения электропроводности при облучении $\mathbf{Y}\Phi$ Fig. 1. Circuit of measurement of the electroconductivity under UV radiation

ний диаметр отдельных наностержней был равен ~0,15 мкм. Плотность наностержней в массиве по данным растровой электронной микроскопии составляла ~ $4 \cdot 10^8$ см⁻².

Для измерения электрофизических характеристик пленок и массивов наностержней использовали индиевые контакты в виде двух параллельных полосок металла шириной 2 мм, которые прижимались к образцу. Согласно литературным данным, индий образует омические контакты с оксидом цинка [3]. Кроме того, благодаря исключительной мягкости и пластичности, индий идеально подходит для прижимных контактов. Схема измерения электропроводности приведена на рис. 1. Измерения проводили как на необработанных (*as-grown*) образцах, так и на образцах, отожженных в течение 1 ч при температуре 550 °C на воздухе.

Для облучения образцов использовали УФ лампу (ЛУФ-4, 4 Вт). Перед началом измерений образцы предварительно выдерживали в течение суток в темноте.

Для оценки сенсорных характеристик изучали зависимость изменения электропроводности образцов от времени при включении и выключении УФ света. Фоточувствительность рассчитывали по формуле

$$S_{UV} = \frac{(I_{dark} + I_{UV})}{I_{dark}},$$
 (1)

где I_{dark} — темновой ток и I_{UV} — ток при облучении УФ.

Результаты и обсуждение

В результате экспериментального исследования было установлено, что облучение УФ светом приводит к сильному увеличению электропроводности как пленок, так и массивов наностержней. Однако скорость и значение изменения электропроводности у пленок и массивов наностержней существенно отличаются. У массива наностержней ZnO присутствуют два процесса: быстрый рост в течение нескольких секунд и более медленный процесс релаксации (рис. 2). У пленок характеристика более пологая, в результате чего рост электропроводности происходит в течение довольно продолжительного времени (рис. 2).

Установлено также, что чувствительность образцов после отжига существенно увеличивается. До отжига образцов фоточувствительность S_{UV} пленок и наностержней была примерно одинакова ~2,3. После отжига в течение 1 ч, значение фоточувствительности выросло до 5 у пленок и до 24,5 у наностержней. Кроме того, у наностержней как до, так и после отжига наблюдалась большая крутизна характеристик при включении и выключении облучения (см. рис. 2).



Рис. 2. Изменение относительной электропроводности наностержней (1) и пленок (2) ZnO при включении и выключении УФ облучения

Fig. 2. Change of the relative electroconductivity of the nanorods (1) and of the ZnO films (2) during switching on and switching off of UV radiation

Различие в поведении пленок и наностержней можно объяснить наличием двух механизмов возникновения фотопроводимости, описанных в литературе. Первый механизм увеличения электропроводности ZnO при облучении связан с ионизацией кислородных вакансий [4]. Этот процесс происходит в объеме образца. Другой механизм, характерный для наностержней, связан с десорбцией молекул кислорода, играющих роль поверхностных ловушек [2]. По-видимому, в случае массива наностержней большую роль играет механизм увеличения концентрации носителей заряда, вследствие десорбции поверхностных ловушек, тогда как в пленках доминируют механизмы, связанные с возникновением носителей в объеме материала. Этим, по-видимому, объясняется различие исследованных образцов как в чувствительности к УФ облучению, так и в кинетике резистивного отклика на включение и выключение света.

Заключение

В результате проведенного исследования показано, что массивы наностержней ZnO имеют существенные преимущества (большая чувствительность, малое время отклика и восстановления) по сравнению с пленками при использовании в качестве УФ сенсоров.

Список литературы

1. Редькин А. Н. Рыжова М. В., Якимов Е. Е., Грузинцев А. Н. Упорядоченные массивы наностержней оксида цинка на кремниевых подложках // Физика и техника полупроводников. 2013. Т. 47, № 2. С. 216—222.

2. **Kushwaha A., Aslam M.** Defect induced high photocurrent in solution grown vertically aligned ZnO nanowire array films // Journal of Applied Physics. 2012. Vol. 112, N. 5. P. 054316-054316-054317.

3. Ozgur U., Alivov Y. I., Liu C., Teke A., Reshchikov M. A., Dogan S., Avrutin V., Cho S.-J., Morkoc H. A comprehensive review of ZnO materials and devices // Journal of Applied Physics. 2005. Vol. 98, N. 4. P. 041301.

4. **Ivanoff Reyes P., Ku C.-J., Duan Z., Xu Y., Garfunkel E., Lu Y.** Reduction of persistent photoconductivity in ZnO thin film transistor-based UV photodetector // Applied Physics Letters. 2012. Vol. 101, N. 3. P. 031118.

M. V. Evstafyeva, Junior Researcher, **A. N. Redkin,** D. Sc., Head of Laboratory, **E. E. Yakimov,** Ph. D., Researcher, ryzhova@iptm.ru Institute of Microelectronics Technology and High Purity Materials, RAS, Chernogolovka

Comparison of the Sensor Properties of ZnO Nanorod Arrays and Films under Ultraviolet Irradiation

A comparison was done of the sensor properties of ZnO nanorod arrays and films under the ultraviolet irradiation. It was established that the electroconductivity of the samples changed under the ultraviolet light excitation. The magnitude of the said effect in ZnO nanorod arrays was several times higher than in ZnO films. Significant differences were also observed in the kinetics of the changes of the electroconductivity. It was proved that ZnO nanorod arrays, when used as UV sensors, demonstrated significant advantages in comparison with the ZnO films (higher sensitivity, shorter time of response and recovery).

Keywords: zinc oxide, nanorods, electroconductivity, sensor properties, photosensitivity, ultraviolet sensors, gas-phase synthesis

Introduction

Wide-band semi-conductor materials ($A^{III}B^V$, SiC, ZnO) are promising for various sensors. Ultra-violet (UV) sensors on the basis of oxides of the semi-conductor materials are distinguished by low cost, high sensitivity, temperature and radiation resistance, and stability of the parameters. Considerable attention is paid to the research of the properties of the sensors based on the semi-conductor materials. Traditionally, film materials are used for development of the sensors' sensitive elements. At the same time, due to development of the methods for obtaining of semi-conductor nanowires the latter attract an increasing interest as elements of sensors. In comparison with films such nanostructures have a number of advantages connected with their big specific surface, and also with a more perfect crystal structure. In the present work a comparison is done of the character of the resistive photoresponse of the ordered arrays of nanorods and films of zinc oxide under UV irradiation.

Experiment technique

Films and arrays of the nanorods of zinc oxide were received by the gas-phase synthesis. In detail the method for obtaining of the ordered arrays of the nanorods and films of zinc oxide was described earlier [1, 2]. The materials of the substrates were quartz and glass. Thickness of the films and height of the arrays of the nanorods were determined by research of the cross-section of the chips of samples in JSM-6490 raster electronic microscope.

The present work studied the changes in electroconductivity of the samples of the nanorod arrays and ZnO films.

Usually in the basis of the nanorod arrays a continuous polycrystalline sublayer is formed, which ensures electroconductivity of the samples in the lateral direction. The chosen samples were quartz or glass substrates with the sizes of 5×20 mm covered on one side with continuous polycrystalline film of ZnO, or by it with vertically oriented nanorods on the surface. Thickness of the film was 5...6 µm. The height of the nanorods was roughly the same. The average diameter of certain nanorods was equal to ~0.15 µm. The density of the nanorods in an array, according to the raster electronic microscopy, was ~4 $\cdot 10^8$ cm⁻².

For measurement of the electrophysical characteristics of the films and arrays of the nanorods, indium contacts were used in the form of two parallel strips of metal with the width of 2 mm, which were pressed to the sample. According to the data in literature, indium forms ohmic contacts with zinc oxide. Due to its exclusive softness and plasticity it suits the clamping contacts ideally. The circuit of measurement of the electroconductivity is presented in fig. 1. Measurements were done on the as-grown samples and on the samples, annealed during 1 hour at 550 °C in the air.

For irradiation of the samples an UV lamp (LUV-4. 4 W) was used. Before the beginning of the measurements the samples were kept for 24 hours in darkness.

For estimation of the sensor characteristics the dependence was studied of the change of the samples' electroconductivity on the time of switching on and switching off of the UV light. Photosensitivity was calculated under the following formula

$$S_{UV} = \frac{(I_{dark} + I_{UV})}{I_{dark}},$$
(1)

where I_{dark} — dark current and I_{UV} — current under UV radiation.

Results and discussion

As a result of the research it was established, that an UV radiation leads to a sharp increase of the electroconductivity of the films and arrays of nanorods. However, their speed and change of the electroconductivity differ essentially. In the array of ZnO nanorods two processes were observed: a fast growth within several seconds and a slower process of relaxation (fig. 2). The films had a more flat characteristic, therefore, the growth of the electroconductivity occurred during a rather long period of time.

It was also established, that sensitivity of the samples after annealing essentially increased. Before the annealing of the samples photosensitivity S_{UV} of the films and of the nanorods was approximately identical ~2.3. After a one hour of annealing the photosensitivity of the films grew up to 5 and that of the nanorods — up to 24.5. Besides, before and after the annealing the nanorods had higher steepness of characteristics during switching on and switching off of the radiation (see fig. 2).

The difference in behavior of the films and the nanorods can be explained by the presence of two described mechanisms of occurrence of the photoconductivity. The first mechanism of increase of the electroconductivity of ZnO during irradiation is connected with ionization of the oxygen vacancies [4]. The process occurs in the volume of a sample. Another mechanism, typical for the nanorods, is connected with the desorption of the molecules of oxygen, which play the role of the surface traps [2]. Apparently, in case of the array of nanorods a big role is played by the mechanism of increase in concentration of the charge carriers owing to the desorption of the surface traps, whereas in the films the dominant role is played by the mechanisms connected with the occurrence of the charge carriers in the volume of a material. This, apparently, explains the difference in sensitivity of the investigated samples to UV radiation and in the kinetics of the resistive response to switching on and switching off of light.

Conclusion

As a result of the research it was demonstrated that the arrays of ZnO nanorods had essential advantages (higher sensitivity, smaller time of response and restoration) in comparison with the films, when used as UV sensors.

References

1. Redkin A. N., Ryzhova M. V., Yakimov E. E., Gruzintsev A. N. Uporadochennye massivy nanosterzhney oksida cinka na kremnievyh podlozhkah, *Fizika i texnika poluprovodnikov*, 2013, vol. 47, no. 2, pp. 216–222.

2. Kushwaha A., Aslam M. Defect induced high photocurrent in solution grown vertically aligned ZnO nanowire array films, *Journal of Applied Physics*, 2012, vol. 112, no. 5, pp. 054316-054316-054317.

3. Ozgur U., Alivov Y. I., Liu C., Teke A., Reshchikov M. A., Dogan S., Avrutin V., Cho S.-J., Morkoc H. A comprehensive review of ZnO materials and devices, *Journal of Applied Physics*, 2005, vol. 98, no. 4, pp. 041301.

4. **Ivanoff Reyes P., Ku C.-J., Duan Z., Xu Y., Garfunkel E., Lu Y.** Reduction of persistent photoconductivity in ZnO thin film transistor-based UV photodetector, *Applied Physics Letters*, 2012, vol. 101, no. 3, pp. 031118.

Моделирование и конструирование MHCT Modelling and designing of MNST

УДК 621.387.95

Н. М. Парфёнов, канд. техн. наук, доц., Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), e-mail: sedennik@mail.ru,

В. Б. Чемоданов, канд. техн. наук, нач. науч. исслед. отд. Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)

ОСОБЕННОСТИ ФИЗИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТРУКТУРЫ КРЕМНИЙ — ДИОКСИД КРЕМНИЯ

Поступила в редакцию 10.04.2016

Рассмотрены основные физико-технологические свойства структур Si/SiO₂, которые являются базовыми для формирования преобразователей датчиков физических величин. В условиях жесткой эксплуатации электронных систем авиационно-космической техники остро стоит проблема создания высоконадежных и высокотемпературных датчиков. Поэтому данной проблеме посвящено много исследований как зарубежных, так и отечественных ученых. Дан краткий анализ проведенных исследований рядом ученых в области свойств структуры Si/SiO₂. Определены основные факторы, способствующие возникновению локальных дефектов структуры кремний — диоксид кремния — стеклообразный полупроводник и оказывающие влияние на параметры приборов. Приведены результаты исследований преобразователей датчиков с помощью растровых электронных микроскопов.

Ключевые слова: свойства структур кремний — диоксид кремния и кремний — диоксид кремния — стеклообразный полупроводник, преобразователи датчиков, механические напряжения

Введение

С развитием нанотехнологии, составляющей основу современной микроэлектроники, важнейшее значение имеют исследования многослойных структур системы Si/SiO₂. Надежность и функциональные свойства приборов существенно зависят от качества границы раздела кремний — диоксид кремния. С дальнейшим процессом миниатюризации приборов возрастает роль дефектов на границе раздела фаз. На свойства границы раздела сильное влияние оказывают механические напряжения, дислокации несоответствия и другие дефекты, которые могут возникать при механической обработке, выращивании оксидов и проведении различных технологических процессов [1, 2].

Принцип работы рассматриваемых датчиков давления и датчиков линейного ускорения связан с упругой деформацией чувствительных элементов под действием внешней нагрузки, отсюда следует насколько важно исследование физико-технологических свойств, широко используемых слоев Si/SiO₂ в датчиках.

Основные характеристики граничной фазы

Для формирования микроэлектромеханических систем (МЭМС) в технологии широко использует-

ся монокристаллический кремний ориентации (100) как высоконадежный конструкционный материал. Поскольку любая технологическая операция с использованием кремния неизбежно связана с операцией окисления, нанесения или появления естественным путем на открытом воздухе диоксида кремния, то в результате получается структура Si/SiO₂, являющаяся базовой для создания МЭМС.

Развитие миниатюризации способствовало резкому росту влияния локальных дефектов на границе раздела двух фаз кремния и диоксида кремния. Отсюда повысились требования к задачам по разработке и совершенствованию технологии и методов анализа структур Si/SiO₂, особенно в нанометровом диапазоне.

В данной работе рассмотрены основные закономерности образования дефектов в локальных областях структур Si/SiO₂, методы, позволяющие уменьшить их влияние на характеристики приборов. Существенное влияние на свойства границы раздела Si/SiO₂ оказывают механические напряжения, возникающие при операции нанесения оксидных пленок на кремниевую подложку, а также после нагрева.

Формирование чувствительных элементов датчиков давления и датчиков линейного ускорения (акселерометров) на основе структур КНИ осуществлялось путем нанесения на кремниевую подложку слоев SiO₂. Поэтому выходные характеристики датчиков существенно зависят от физикотехнологических свойств слоев Si/SiO₂.

Ранее в работе [2] были проведены аналитические исследования, посвященные межфазным явлениям на границе раздела Si—SiO₂, причинам образования дефектов, дислокаций. В полупроводниковых материалах плотность дислокаций составляет $10^4...10^6$ см⁻². Показано, что вследствие высокой концентрации вакансий и разорванных связей в результате нарушения стехиометрии пленки диоксида кремния, наиболее дефектным является переходной слой Si—SiO₂.

От степени нарушения стехиометрии слоя диоксида кремния зависят физические параметры переходной фазы. Показано [8], что наибольшие изменения происходят при росте x в SiO_x, от 0 до 1,25. При x = 1,25 наблюдается максимум плотности глубоких состояний в пленке. Для $x \ge 1,5$ параметры слоя мало отличаются от стехиометрического SiO₂. По этой причине истинная толщина межфазного слоя может быть выше, чем это следует из спектральных данных [9].

Исследователями были рассмотрены два варианта границы раздела: первый — резкая граница, включающая не более монослоя переходного слоя; второй — плавный переход от кремния к стехиометрически нарушенному слою $\operatorname{SiO}_{x}(x < 2)$ и далее к SiO_{2} , содержащему точечные кислородные вакансии. В рамках модели резкой границы была определена деформация, возникающая при сопряжении кристаллического кремния с его аморфным оксидом [11]. Оказалось также, что деформации убывают последовательно в ряду кристаллографических плоскостей (100), (110), (111).

Экспериментальными исследованиями было установлено, что при наличии в приповерхностных фазах Si и SiO₂ перенапряженных химических связей, вакансий и существенных нарушений структуры граничные фазы становятся более уязвимыми по сравнению с объемом кристалла. Поэтому дефектообразование и дальнейшая деградация кристалла происходят сначала на поверхности кремния как наиболее деформируемой области кремния, а затем в объеме кристалла.

Дефекты в виде объемных (зональных) нарушений могут возникать при механической нагрузке или термической обработке в кремниевой пластине. Исследования показали, что образованные дефекты перемещаются по кристаллу, взаимодействуют друг с другом, создавая новые дефекты, которые с течением времени способствуют изменению свойств материала, а следовательно, к деградации параметров приборов в процессе их работы.

При изготовлении датчиков давления, после технологической операции механической шлифовки

и последующей химической полировки приборной пластины, можно было наблюдать практически бездефектный слой поверхности кремния. Однако после воздействия нагрузки (50 МПа) на поверхности пластины наблюдалась шероховатость. В результате исследования с помощью сканирующей электронной микроскопии в кремниевых пластинах ориентации (111) было обнаружено зарождение и развитие механических напряжений в виде зародышей (ямок) микродефектов.

Механические напряжения — сжатие в SiO₂ и растяжение в Si образуются также в результате термического окисления с последующим охлаждением на поверхностях кремния и диоксида кремния. Основной причиной этих напряжений является различие в слоях структуры коэффициентов термического расширения. Внутренние напряжения на межфазной границе Si—SiO₂ составляют (1...2) \cdot 10⁹ Па. Для более тонких пленок деформация пластин определяется напряжениями в решетке самого кремния [15].

Существенное значение имеют амплитуда деформаций и их распределение в межфазных областях, которые зависят не только от ориентации кристаллографических плоскостей кремния, но и от режимов окисления, толщины оксидных пленок, скорости охлаждения. Опыт показал, что использование диоксида кремния толщиной более 3 мкм также приводит к появлению на границе раздела Si/SiO₂ нежелательных механических напряжений.

Кроме того, наличие деформаций в структуре Si/SiO₂ может привести по данным работы [2] к образованию микроскопических полостей, которые в процессе охлаждения структуры превращаются в макроскопические поры. Часть из них могут оказаться сквозными отверстиями, что может привести к повышению чувствительности границ раздела к адсорбционным процессам.

В результате термического окисления кремния [6] вследствие неравномерности фронта окисления, микроскопической неоднородности и избыточной концентрации атомов кремния вблизи границы раздела Si/SiO₂ возможно образование микроскопических кластеров самого кремния. При высокой скорости окисления (1 нм · мин⁻¹) на границе раздела возникали кластеры кремния размером 1...5 нм, частично внедренные в кремниевую матрицу, их плотность достигала (1...2) · 10¹¹ см⁻². Вблизи границы раздела кластеры были обнаружены с помощью электронной микроскопии [7].

Возникновение кластеров поликристаллического SiO₂ было обнаружено и в тонких (0,1...0,15 нм) пленках, образующихся при окислении кремния и низком давлении (5 \cdot 10⁻⁵ мм рт. ст.) кислорода в температурном интервале 600...800 К с последующим резким охлаждением [5]. После травления поверхности кристалла кремния в щелочной среде КОН и отмывки, поверхность была покрыта тонкой пленкой (1...2 нм) аморфного диоксида кремния. До настоящего времени считали, что эта пленка сплошная. Однако экспериментально показано, что на реальной поверхности существуют недоокисленные участки Si (поверхность "пятнистая"). Этому могут способствовать две причины: первая — достаточно низкий коэффициент прилипания молекул кислорода и вторая — блокировка части поверхности атомов кремния атомами кислорода [10].

Образование структур кремний — диоксид кремния, имеющих различные параметры, невозможно представить как упорядоченную границу двух твердых фаз. В результате неизбежно появление дислокаций "несоответствия" и существенной деформации валентных углов и длины связей [11, 12]. Дислокации несоответствия возникают на поверхности кремния вследствие наличия на поверхности подложки различных неоднородностей (неравномерность, чужеродные частицы и т.д.), а также механических напряжений на границе раздела.

Повышенной чувствительности границ раздела к адсорбционным процессам могут способствовать образованные на межфазной границе кремниевая подложка — диоксид кремния микроскопические полости, которые в процессе охлаждения структуры превращаются в макроскопические поры [2].

Характеристики пористости поверхности кремния зависят от режимов окисления и скорости закалки образцов. В МДП (металл — диэлектрик полупроводник)-структурах концентрация пор и полостей диаметром 0,5...1 нм достигает 10^{-12} см⁻². Исследования поперечного разреза структуры Si/SiO₂ с помощью туннельного электронного микроскопа (ТЭМ) высокого разрешения (0,3 нм) указывают на существование переходной области толщиной ~3 нм (см. таблицу) [13].

В последние годы для исследования топографии поверхностной фазы был широко использован сканирующий туннельный электронный микроскоп (СТЭМ). Принцип его работы заключается в измерении туннельных токов, протекающих между острием сканирующего металлического электрода и поверхностью кремния. Разрешающая способность СТЭМ была увеличена до нескольких долей нанометра, благодаря измерению межатомных сил взаимодействия между тонким алмазным острием и атомами поверхности.

В таблице представлены значения толщины граничной фазы структуры, которые были получены с помощью различных экспериментальных методов [2].

Из таблицы видно, что толщина переходной области в зависимости от метода ее определения колеблется в пределах 0,5...5 нм. Такой большой разброс может быть обусловлен изменением в процессе травления состава структуры нижеследующих слоев.

Анализ профиля дифракционных максимумов свидетельствует о присутствии на поверхности кремния, граничащей с SiO₂, высокой концентрации ступенек со средним размером 6 нм и размером в два межатомных расстояния. Экспериментально доказано, что на поверхности кремния присутствуют и сравнительно большие по размеру (до 50 нм) ступени [16].

Большое число работ было посвящено исследованию химического состава переходной области. Изучение профиля граничной фазы с помощью электронной спектроскопии показало присутствие в ней избыточной концентрации атомов кремния. Толщина переходного слоя с нарушенной стехиометрией оказалась почти одинаковой как для толстых (200 нм), так и для ультратонких (2,3...4,5 нм) пленок SiO₂.

На рис. 1 приведена зависимость химического сдвига линии кремния в диоксид кремния от толщины пленок, полученных различными способами окисления.

Метод Method	Концентрация избыточных атомов Si, 10^{15} см ⁻² Concentration of superfluous atoms of Si, 10^{15} сm ⁻²	Толщина переходной области, нм Thickness of the transition area, nanometers
1. Трансмиссионый электромагнитный микроскоп 1. Transmission electromagnetic microscope	_	3
 Оже-спектроскопия Auger spectroscopy 	1± 0,5	23
3. Ультрафиолетовая фотоэлектронная спектроскопия 3. Ultra-violet photoelectron spectroscopy	_	0,5
4. Рентгеновская фото- электронная спектро- скопия 4. X-ray photoelectron spectroscopy	1	0,31
5. Обратное резерфор- довское рассеяние ионов, кэВ 5. Rutherford backscatte- ring of ions, keV	1,4	1,52,0
6. Электрохимическое травление 6. Electrochemical etching	25	5
7. Масс-спектрометриявторичных ионов7. Mass spectrometryof the secondary ions	_	5
 Эллипсометрия <i>Ellipsometry</i> 		0,7 ± 0,2



Рис. 1. Зависимость химического сдвига $\Delta E_{\text{хим}}$ (по отношению к кремнию) линии Si_{2p} в SiO₂ от толщины оксидных пленок, которые получены: 1 — окислением на воздухе; 2 — термическим окислением; 3 — анодным окислением; 4 — имплантацией ионов кислорода

Fig. 1. Dependence of chemical shift ΔE_{chem} (in relation to silicon) of line Si_{2p} in SiO_2 on the thickness of the oxide films received by: 1 — oxidation in the air; 2 — thermal oxidation; 3 — anode oxidation; 4 — implantation of ions of oxygen

На рис. 1 показана зависимость $\Delta E_{xим}$ от толщины оксидных пленок для 50 различных образцов кремния, измеренных с различными режимами окисления. Сдвиги линий Si_{2p} хорошо укладываются в одну кривую. Сдвиг $\Delta E_{xum} = 3,8$ эВ соответствует переходной области SiO_x, протяженностью 0,3...1 нм. Дальнейшее увеличение сдвига до 4,5 эВ характеризует протяженную (5 нм) область SiO₂ с высокой концентрацией дефектов [2].

Измерения порога внешней фотоэмиссии на границе раздела кремний — диоксид кремния показали, что приложенные поперечные поля значением до $8,6 \cdot 10^6 \text{ B} \cdot \text{сm}^{-1}$ способны привести к существенному уменьшению толщины переходной области. Состав и координацию атомов кремния и кислорода в слое определяли из соотношения интенсивности пиков Si_{2p} и O_{1s} в спектре химических сдвигов ΔE_{xum} . Однозначным результатом всех исследований является обнаружение нарушений по кислороду стехиометрии переходной фазы SiO_x, где x < 2 [17].

Авторы работы [18] считают, что в пределах 3 нм переходной слой состоит в основном из SiO₂, а очень тонкий слой (0,3 нм), прилегающий к кремнию, является монооксидом кремния SiO. Хотя некоторые авторы считают, что это может быть либо смесь Si и SiO₂, либо SiO₂ с высокой концентрацией кислородных вакансий [19].

В других работах [20] утверждается, что низкоэнергетические ионы, введенные ионной имплантацией, могут разрушать водородсодержащие группировки структур Si—SiO₂ с выделением атомарного водорода. Водород взаимодействуя с разорванными связями кремния, приводит к образованию гидридных и гидроксильных групп. Гидридные группы обнаружены в кремнии после ионной бомбардировки атомами водорода методами ИК и спектроскопии.

Примесные и точечные дефекты на границе раздела Si/SiO₂

На оптические, электрические свойства пленок структуры существенное влияние оказывают примесные дефекты, которые возникают практически на всех технологических стадиях создания структур.

При окислении кремния возникающие флуктуации диффузионных потоков реагирующих веществ, присутствие в них паров воды и связанные с этим процессы гидратации способствуют образованию химически и структурно неоднородной граничной фазы.

Структура и дефектность образующихся в этих условиях пленок диоксида кремния сильно зависят от парциального давления паров воды в окислительной атмосфере [4]. Предполагается, что молекулы воды диффундируют через пленку SiO₂ в процессе окисления кремния и взаимодействуют с сеткой кремний-кислородных тетраэдров [21].

На поверхности SiO₂ происходят реакции гидратации, которые сопровождаются разрывом перенапряженных силоксановых связей и образованием гидроксильных групп [26].



При взаимодействии молекул воды с кислородными вакансиями оксидной пленки возможно образование гидроксильных и гидридных групп

 \rightarrow Si....Si \leftarrow + H₂O \rightarrow Si \rightarrow OH H \rightarrow Si \leftarrow

Гидридные группы приводят к значительному искажению структуры SiO₂, вследствие изменения углов и длины связей в кремний-кислородных тетраэдрах [23].

В зависимости от степени влажности окислительной среды в термически окисленных SiO_2 содержится от $5 \cdot 10^{18}$ до $2 \cdot 10^{19}$ см⁻³ гидроксильных групп и до $6 \cdot 10^{20}$ см⁻³ гидридных групп (молекулы воды, проникая в границу раздела через образовавшиеся поры, взаимодействуют с *E*-центрами, образуя гидроксильные и гидридные группы) [24].

Присутствие гидроксильных и гидридных групп в оксидных пленках было показано методом инфракрасной спектроскопии. Для определения водородосодержащих соединений в пленках SiO₂ использовали методы радиоактивных индикаторов и ядерных реакций [25].

Согласно эксперименту с тритием концентрация водорода в толстых пленках $SiO_2 \ 8 \cdot 10^{19} \text{ сm}^{-3}$ при приближении к границе кремния возрастает до $2 \cdot 10^{20} \text{ сm}^{-3}$ [26].

В переходном слое структуры Si/SiO₂, вследствие нарушений стехиометрии в граничной фазе, может присутствовать высокая концентрация ва-

кансий и разорванных связей. В результате упругих взаимодействий точечных дефектов с полями напряжений граничный слой может выполнять роль стока подвижных дефектов как из объема кремния, так и из его оксида. Возможны реакции между дефектами, приводящие их к аннигиляции или к их ассоциации в более сложные дефекты. Все эти процессы существенно зависят от условий формирования структуры [27].

Экспериментальные исследования преобразователей давления, сформированных на основе структур Si/SiO₂

Рассмотренные выше исследования проводили преимущественно для оценки физических свойств структур Si/SiO₂, используемых для создания интегральных микросхем, МОП (металл — окисел — полупроводник) и МДП (металл — диэлектрик — полупроводник)-структур.

Однако результаты исследований интегральных микросхем, проведенных со структурами Si/SiO₂, могут быть использованы и при изучении датчиков физических величин, поскольку основу их микромеханики составляют аналогичные кремниевые структуры.

Для оценки влияния обнаруженных локальных дефектов на упругие деформации датчиков в данной работе были изготовлены образцы преобразователей и проведено исследование свойств структуры кремний — диоксид кремния — стеклообразный полупроводник.

На кремниевую приборную пластину термическим окислением наносили слой SiO₂ толщиной 0,8 мкм. На опорную пластину методом ВЧ магнетронного распыления наносили стекловидный диэлектрик толщиной 1,0...1,5 мкм. Сращивание обращенных друг к другу двух кремниевых пластин с нанесенными пленками диэлектриков осуществлялось при температуре 1100 °С и давлении 500 Па. Для окончательного формирования структуры КНИ была проведена шлифовка и химико-механическая полировка приборной пластины до требуемой толщины [28].

В дальнейшем данная структура была использована для создания монолитного преобразователя датчика давления. В результате двухстороннего анизотропного травления был получен преобразователь, состоящий из тензорамки и мембраны. Поскольку преобразователь представляет собой монолит, то при воздействии внешних нагрузок он подвергался упругой деформации.

Расчеты по программе ANSYS показали, что преобразователь определенной конструкции (габаритных размеров 5×5 мм) способен выдерживать нагрузку до 40 МПа.

В данной работе экспериментальные исследования тензорамки и границы раздела кремний —



Рис. 2. РЭМ-изображение локальной области по границе раздела 1 поверхностей стекловидный диэлектрик — боковая грань кремния (111) тензорамки и морфология поверхности кремния (2) на боковой грани (111) с множеством наноразмерных ямок и ступенек 3

Fig. 2. REM image of the local area on the boundary of 1 surfaces of the vitreous dielectric-lateral side of silicon (111) of the tensoframe; morphology of the silicon surface (2) on the lateral side (111) with numerous nano-sized pits and steps 3

диоксид кремния — стекловидный диэлектрик были проведены с помощью электронных микроскопов: Hitachi TM-3000, Karl Zeiss SMT и Quanta 200 3D FEI с детектором EDAX для рентгеновского микроанализа, а также с помощью атомно-силового микроскопа [29].

На рис. 2 приведены РЭМ-изображения локальной области, находящейся на границе раздела поверхностей стекловидный диэлектрик — боковая грань (111) тензорамки, и поверхности на боковой грани кремния (111) с множеством наноразмерных ямок и ступенек.

Ямки на боковой поверхности кремния, обнаруженные после анизотропного химического травления, могут быть дефектом дислокаций или деформаций после охлаждения [13].

Процедура образования ступенек представляет собой поэтапное удаление атомных слоев с поверхности кремния, которые в процессе травления перемещаются. В разных кристаллографических направлениях скорость травления различна. Это объясняется различной плотностью упаковки между атомами, расположенными на поверхности кремниевой пластины и атомами, находящимися в объеме кристалла. В данном случае кристаллографическая ориентация боковой грани — (111).

На рис. 3 показаны фрагменты РЭМ-изображения локальной области тензорамки, где видны граница раздела фаз стекловидный диэлектрик кремний.

На данном рисунке не удалось четко определить разделение стекловидного диэлектрика и диоксида кремния, который был нанесен термическим окислением на приборную кремниевую пластину.



Рис. 3. РЭМ-изображение локальной области тензорамки в увеличенном масштабе: 1 — поверхность кремния боковой грани (111) тензорамки; 2 — морфология поверхности переходного слоя монокремний — стекловидный диэлектрик

Fig. 3. Magnified REM image of the local area of the tensoframe: 1 - surface of silicon of the lateral side (111) of the tensoframe; 2 - morphology of the surface of the transition layer of monosilicon – vitreous dielectric



Рис. 4. РЭМ-изображение скола на чипе тензопреобразователя: *1* — граница раздела кремний — стекловидный диэлектрик; *2* — поры и пустоты в межфазной границе; *3* — кластеры атомов кремния



Поэтому необходимо проведение дальнейших исследований для определения влияния на параметры изделий наличия в переходной фазе, кроме диоксида кремния, монооксида кремния, стекловидного диэлектрика.

На рис. 4 представлен в увеличенном масштабе фрагмент изображения границы раздела стекловидный диэлектрик — кремний.

На приведенном фрагменте изображения видны пустоты, поры и кластеры кремния. Видимо, вследствие неравномерности травления поверхности, возможно появление таких дефектов, как дислокации несоответствия [12], наличие воздуха, чужеродных частиц, механических напряжений на границе раздела. Обнаруженные кластеры кремния возможно связаны с диффузией или, по мнению авторов работы [6], с неравномерностью фронта окисления и избыточной концентрацией атомов кремния.

Способы контроля дефектности и упругой деформации в полупроводниковых гетероструктурах (кремниевая подложка и эпитаксиальный слой) с помощью рентгеновской дифрактометрии были предложены авторами патента РФ [30].

Остаточные механические напряжения в кремниевых структурах оказывают существенное влияние на параметры изделий. Поэтому важнейшее значение имеет постоянное совершенствование методов контроля структуры. Способ контроля механических напряжений в структуре пленка — подложка был предложен в патенте [31].Сущность метода заключается в формировании между пленкой и подложкой промежуточного слоя. После травления через окна пленки образуются интерференционные картины, которые отражают значение и направление вектора механических напряжений.

Заключение

Таким образом, показано, что переходной слой структуры Si/SiO₂ является наиболее дефектным. Исследована толщина межфазной границы стекловидный диэлектрик — кремний и ее химический состав. Толщина переходной области составляет 0,5...5 нм, разброс ее в основном определяется технологическими процессами и возможно погрешностью методов контроля. С помощью растровых электронных микроскопов на границе раздела было обнаружено наличие пор и пустот, ямок и ступенек, представляющих собой разновидности дефектов, способствующих ухудшению характеристик изготавливаемых приборов.

Для снижения дефектов в межфазной границе и на поверхности кремниевой пластины были оптимизированы технологические режимы окисления кремния и отжига.

Список литературы

1. Зайцев Н. А., Красников Г. Я., Матюшкин И. В. Принцип стабилизации структурно-примесных и электрофизических свойств системы Si—SiO₂ // Микроэлектроника. 2000. Т. 29, № 6. С. 449—452.

2. Вавилов В. С., Киселев В. Ф., Мукашёв Б. Н. Дефекты в кремнии и на его поверхности. М.: Наука, 1990. 216 с.

3. **Revesz A. G.** Chemical and structural aspects of the irradiation behavior of SiC > 2 films on silicon // Phys. Stat. Sol. (a). 1980. Vol. 57, N. 1. P. 235–240.

4. Эдельман Ф. Л. Структура компонентов БИС. Новосибирск: Наука, 1980. 256 с.

5. **Szuber J., Salomon B.** Electron spin resonance study on low-pressure-baked silicon surfaces // Phys. Stat. Sol. (a). 1979. Vol. 53, N. 1. P. 289–294.

6. Yamasaki S. Electron difraction study of Si–SiO inflir face structure // Jap. Appl. Phys. 1971. Vol. 10, N. 4. P. 1555–1564.

7. **Sugano T., Chen J. J., Hamano T.** Phenomological modeling of the deposition of aluminum nitride gallium arsenide from the vaporphase // Surface Sci. 1980. Vol. 98. P. 154–162.

8. **Hubner K.** Chemical bond and related properties of $SiO_2 //$ Phys. Stat. Sol. (a). 1980. Vol. 61. P. 665–672.

9. **Лебедев А. А., Зыков В. А.** Взаимодействие примесей и дефектов в эпитаксиальных пленках // ФТП. 1982. Т. 20, № 3. С. 166—172.

10. **Pfeffer R. L.** Damage center formation the SiO_2 thin films log fast electron irridation // J. Appl. Phys. 1985. Vol. 57, N. 12. P. 5176-5183.

11. **Bianconi A., Incoccia L., Stipcich S.** EXAFS and Near Edge Structure // Ser. Chem. Phys. Vol. 27. Berlin: Springer—Verlag, 1986.

12. Van der Merwe J. H. Jerisalem Simposio on Quantum Chemistry and Biochemistry // Chem. Phys. Sol. Surf. / Ed. R. Vanselov, R. Hove. Berlin: Springer, 1984. Vol. 17. P. 365–377.

13. Lewis E. A., Irene E. A. Low temperature silicon oxidation studies // J. Vac. Sci. Technol. 1986. Vol. A4, N. 4. P. 916–923.

14. Sokolov V. I., Fedorovich N. A. Relaxation of mechanical stresses in the oxide film // Phys. Stat. Sol. (a). 1987. Vol. 99. P. 151–158.

15. Iechi H., Satoh S. Interrelation of Si internal stress and Si/SiC \geq 2interface stress // Jap. Appl. Phys. 1984. Vol. 23, N. 2. P. L 743–L 746.

16. Henzler M. Quantitative evalution of random distributed steps at surfaces // Surface Sci. 1985. Vol. 152/153. P. 963–972.

17. **Grunthaner F. J., Grunthaner P. J., Vaszuoz R. P.** et al. Local atomic and electronic structure of oxide GaAs and SiO₂/Si interfaces using high resolution on XPS // J. Vac. Sci. Technol. 1979. Vol. 6, N. 4. P. 1443–1451.

18. Ishizaka A., Iwata S., Kamigaki Y. A reassessment of electron escape depths in silicon and thermally grown silicon dioxide thin // Surface Sci. 1979. Vol. 84. P. 355–362.

19. **Temkin R. J.** Syntesis conditions for encapsulating cytochrome and catalise in SiO_2 // J. Non-Crystall. Sol. 1975. Vol. 17, N. 1. P. 215-221.

20. Лисовский И. П., Литвинов Р. О., Литовченко В. Г. Электрофизические свойства структур кремний-на-изоляторе, изготовленных методом сращивания // Поверхность. Физика. Химия. Механика. 1986. № 1. С. 69—75. 21. Doremus R. H. Oxydation of silicon log water and oxygen and diffusion in fused silicon // J. Phys. Chem. 1976. Vol. 80, N. 5. P. 1773-1781.

22. **Kiselev V. F., Krylov O. V.** Adsorption Processes on Semiconductor and Dielectric Surfaces. Springer Ser. In Chemical Phys. Vol. 32. Berlin: Springer-Verlag, 1985. 237 p.

23. Revesz A. G., Mrstik B. J., Hughes H. L. Stress-induced refractive index variation in dry SiO_2 // J. Phys. (Paris). 1985. Vol. 46. Colloq. 8. P. 495–503.

24. Раков А. В. Спектроскопия тонкопленочных полупроводниковых структур. М.: Сов. радио, 1975. 174 с.

25. **Burhardt P. J.** The electrochemical behavior of leaded brass // J. Electrochem. Soc. 1967. Vol. 114, N. 1. P. 196–199.

26. Романов С. И., Смирнов Л. С. О неравновесной аморфизации кремния при имплантации легких ионов // ФТП. 1976. Т. 10, № 2. С. 1631—1633.

27. Giber J., Deak P., Martin D. The localized states of interfaces and their physical models // Phys. Stat. Sol. (b). 1977. Vol. 79. P. 89–96.

28. Кошелев Н. И., Семенов О. Ю., Ермолаева А. И. Формирование структур кремний-на-изоляторе методом термокомпрессионного сращивания кремниевых пластин через слой стекловидного диэлектрика // Перспективные материалы. 2000. № 6. С. 21—24.

29. Соколов Л. В. Исследование границ раздела гетероструктуры "изолированная кремниевая тензорамка на кремнии" микроэлектромеханических преобразователей давления // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2016. № 2. С. 86—90.

30. Енишерлова-Вельямиева К. В., Лотцау А. В., Кочековский Ю. В. Способ контроля дефектной и упругой деформации в слоях полупроводниковых структур. Патент РФ № 2436076. Опубл. 10.12.2011.

31. Сенько С. Ф., Пономарь В. Н., Белоус А. Н. Способ контроля механических напряжений в структуре пленка SiO₂ — подложка Si. Патент РФ. № 10215. Опубл. 28.02.2008.

N. M. Parfyonov, Ph. D., Associate Professor, sedennik@mail.ru, V. B. Chemodanov, Ph. D., Head of Research Department Moscow Aviation Institute (National Research University)

Specific Features of the Physical-Technological Properties of the Silicon — Silicon Dioxide Structure

The article deals with the physical-technological properties of Si/SiO_2 structures, which make the base for formation of the converters of sensors of the physical values. In the conditions of rigid operation of the electronic systems for the aerospace technologies, the problem of development of highly reliable and high-temperature sensors is of great importance. Therefore, many research works of both foreign and domestic scientists are devoted to this problem. The article presents a brief analysis of the researches done by a number of scientists in the field of properties of the Si/SiO_2 structure. It also determines the major factors promoting occurrence of the local defects in the silicon — silicon dioxide — vitreous semiconductor structure and influencing the parameters of the devices. The results of the researches of the sensor converters by means of the raster electronic microscopes are presented.

Keywords: properties of the structures of silicon – silicon dioxide and silicon – silicon dioxide – vitreous semiconductor, converters of sensors, mechanical stresses

Introduction

With development of nanotechnology, which is the basis of microelectronics, research of the multilayer structures of Si/SiO_2 system also acquires importance. Reliability and functional properties of the devices depend on the quality of boundary of silicon — silicondioxide. With miniaturization of the devices the role of defects on the boundary of phases increases. The

boundary properties are subjected to strong influence of the mechanical stresses, dislocations, discrepancies and other defects, which can arise during machining, growth of oxides and carrying out of various technological processes [1, 2].

The principle of operation of the considered pressure sensors and sensors of linear acceleration is connected with the elastic deformation of the sensitive elements under the influence of an external load, and this explains the importance of the research of the physical-technological properties of the widely-used layers of Si/SiO₂.

Main characteristics of the boundary phase

The technologies for formation of the micro-electromechanical systems (MEMS) use the single-crystalline silicon of (100) orientation as a highly reliable engineering structural material. Any operation is connected with oxidation, deposition or natural occurrence of the silicon oxide in the open air.

Development of miniaturization promoted the growth of the influence of the local defects on the boundary of the phases of silicon and silicon dioxide. Hence, higher demands to the development and improvement of the technology, and methods for analysis of Si/SiO_2 structures, especially in the nano-meter band.

The given work is devoted to the basic laws of formation of the defects in the local areas of Si/SiO_2 structures, the methods allowing us to reduce their influence on characteristics of the devices. An essential influence on the boundary properties of Si/SiO_2 is rendered by the mechanical stresses during deposition of the oxide films on a silicon substrate and also after heating.

Formation of the sensitive elements of the pressure sensors and linear acceleration (accelerometers) based on SOI structures has been carried out by deposition of SiO_2 layers on a silicon substrate. Therefore, the target characteristics of the sensors depend essentially on the physical-technological properties of the Si/SiO₂ layers.

Earlier in [2] an analytical research was done concerning the interphase phenomena on the $Si-SiO_2$ boundary and the reasons for formation of the defects and dislocations. In the semi-conductor materials the density of dislocation is $10^4...10^6$ cm⁻². It was demonstrated, that due to a high concentration of the vacancies and broken bonds as a result of infringement of stoichiometry the films of silicon dioxide were the most defective — transition layer of Si-SiO₂.

The physical parameters of the transition phase depend on the degree of infringement of the stoichiometry of the silicon dioxide layer. It was demonstrated, that the greatest changes occurred at the growth of x in SiO_x from 0 up to 1.25 [8]. At x = 1.25 the maximal density of the deep states in the films was observed. For $x \ge 1.5$ the parameters of the layer do not differ much from those of the stoichiometric SiO₂. Because of this reason the actual thickness of the interphase layer can be more than it follows from the spectral data [9].

The researchers considered two versions of the boundary: a sharp border including not more than a monolayer of the transition layer; a smooth transition from the silicon to a stoichiometrically infringed layer of SiO_x (x < 2) and further to SiO_2 with the dot oxygen vacancies.

In the model of a sharp border a deformation was defined at the conjugation of the crystal silicon with its amorphous oxide [11]. It also appeared, that the deformations decrease successively in the row of the crystal-lographic planes (100), (110), (111).

As a result of experimental research it was established that, if in the near-surface phases of Si μ SiO₂ there were overstrained chemical bonds, vacancies and infrastructure infringements, the boundary phases were more vulnerable, compared with the crystal volume. Therefore, at first, the defect-formations and the further crystal degradation occur on the surface of the silicon, as the most deformable area and then in the volume of the crystal.

Defects in the form of volume (zone) infringements can arise in a silicon plate as a result of mechanical loads or thermal processing. Research demonstrated, that the defects moved on a crystal, interacted with each other, creating new defects, which with the course of time promoted changes of properties of a material and, hence, eventual degradation of the devices.

During manufacture of the pressure sensors after mechanical and chemical polishing of an instrument plate it was possible to observe a practically faultless layer of the silicon surface. However, after influence of loads (50 MPa) roughness was observed on the surface. The research by means of the scanning electronic microscopy in the silicon plates of (111) orientation revealed nucleation and development of the mechanical stresses in the form of germs (pits) of micro-defects.

Mechanical stresses — compression in SiO₂ and stretching in Si, as a result of a thermal oxidation with a subsequent cooling, are also formed on the surfaces of silicon and silicon dioxide. The principal cause of the stresses is the difference in the layers of the structure of the coefficient of thermal expansion — CTE. The internal stresses on the interphase boundary of Si—SiO₂ are equal to $(1-2) \cdot 10^9$ Pa. For thinner films the deformation of the plates is determined by the stresses in the silicon lattice [15].

Of essential importance are the amplitude of deformations and their distribution in the interphase areas, which depend on the orientation of the crystallographic planes of silicon and the modes of oxidation, thickness of the oxide films, and the speeds of cooling. Experience demonstrated, that the use of the silicon dioxide with thickness more than 3 μ m also led to occurrence of undesirable mechanical stresses on the boundary of Si/SiO₂.

Besides, according to data [2], presence of deformations in Si/SiO₂ structure can result in formation of microscopic cavities, which during cooling of the structure can turn into macroscopic pores. Some of them can become through, which can lead to an increase of the sensitivity of the boundaries to the adsorptive processes.

As a result of the thermal oxidation of the silicon [6] formation of microscopic silicon clusters is possible because of the non-uniformity of the oxidation front, microscopic heterogeneity and superfluous concentration of the silicon atoms close to the boundary of Si/SiO₂. At a high speed of oxidation (1 nm \cdot min⁻¹) on the boundary silicon clusters appeared with the size of 1...5 nm, partially introduced in the silicon matrix, and their density reached (1...2) \cdot 10¹¹ cm⁻². Near the boundary the clusters were discovered by means of electronic microscopy [7]. Appearance of the clusters of the polycrystalline SiO_2 was also discovered in thin (0.1...0.15 nm) films during oxidation of silicon and low pressure ($5 \cdot 10^{-5}$ mm of mercury column) of oxygen within the range of 600...800 K with the subsequent sharp cooling [5].

After etching of the surface of a silicon crystal in KOH alkaline environment and washing, the surface was covered with a thin film (1...2 nm) of amorphous silicon dioxide. It was believed that this film was continuous. However, an experiment demonstrated that on the real surface there were sub-oxidized sections of Si ("spotted" surface). There can be two reasons for this: a rather low coefficient of sticking of the oxygen molecules and blocking of a part of the surface of the silicon atoms by the oxygen atoms [10].

It is impossible to imagine formation of the silicon silicon dioxide structures, having various parameters, as an ordered boundary of two solid phases. As a result, occurrence of the "discrepancy" dislocations and essential deformation of the valent angles and length of bonds [11, 12] are inevitable. Discrepancy dislocations arise on the silicon surface due to presence of various heterogeneities (non-uniformity, alien particles, etc.) on a substrate and also mechanical stresses on the boundary.

The hypersensibility of the boundaries to the adsorption processes can be encouraged by the microscopic cavities formed on the interphase boundary of the silicon substrate — silicon dioxide, which during cooling can turn into macroscopic pores [2].

The porosity characteristics of the silicon surface depend on the modes of oxidation and speed of tempering of the samples. In MDS (metal-dielectric-semiconductor) structures the concentration of the pores and cavities with diameter of 0.5...1 nm reaches 10^{-12} cm⁻². Research of the section of a Si/SiO₂ structure by means of a tunnel electron microscopy (TEM) with high resolution (0.3 nm) testifies to the existence of a transition area with thickness of ~3 nm (table) [13].

For research of the topography of the surface phase the scanning tunnel electron microscopy (STEM) is widely used. The principle of its operation consists in measurement of the tunnel currents between the edge of a scanning metal electrode and the silicon surface. Resolution of STEM is increased up to several shares of nanometers due to measurement of the interatomic forces of interaction between the thin diamond edge and the surface atoms.

The table presents thicknesses of the boundary phase of the structure, which were received by various experimental methods [2].

It is visible that the thickness of the transition area depending on the method of its determination varies within 0.5...5 nm. Such a variation can be caused during the etching process by a change in the structure of composition of following layers.

Analysis of the profile of the diffraction maxima testifies to the presence on the silicon surface of a high concentration of steps close to SiO_2 , with an average size of 6 nm and the size of two interatomic distances. It was experimentally proved, that on the silicon surface there were also relatively big steps (up to 50 nm) [16].

Many works are devoted to research of the composition of the transition area. Studying of the profile of the boundary phase by means of the electronic spectroscopy demonstrated presence of a superfluous concentration of the silicon atoms in it. The thickness of the transition layer with an infringed stoichiometry appeared almost identical both for the thick (200 nm) and for the ultrathin (2.3...4.5 nm) SiO₂ films.

Fig. 1 shows dependence ΔE_{chem} of the chemical shift of the silicon line to the silicon dioxide on the thickness of the oxide films for 50 various samples of silicon with various modes of oxidation. The shifts of lines Si_{2p} make a fine one curve. Shift $\Delta E_{chem} = 3.8 \text{ eV}$ corresponds to the transition area of SiO_x, with extent of 0.3...1 nm. The further increase of the shift up to 4.5 eV characterizes an extensive (5 nm) area of SiO₂ with a high concentration of defects [2].

Measurements of the threshold of the external photoemission on the boundary of silicon — silicon dioxide showed that the applied cross fields up to $8.6 \cdot 10^6 \text{ V} \cdot \text{cm}^{-1}$ can lead to a considerable decrease of the thickness of the transition area. The composition and coordination of the atoms of silicon and oxygen in the layer were determined from the correlation of the intensity of peaks Si_{2p} and O_{1s} in the spectrum of chemical shifts ΔE_{chem} . An unequivocal result of the research was detection of infringements by oxygen of the stoichiometry of the transition phase SiO_x, where x < 2 [17].

The authors [18] believe that within 3 nm limits the transition layer consists mainly of SiO_2 , while a very thin layer (0.3 nm), adjacent to the silicon, is of its monoxide SiO. Although some authors consider this unreal, and this can be a mixture of Si and SiO_2 or SiO_2 with a high concentration of the oxygen vacancies [19].

In [20] an opinion is expressed that the low-energy ions introduced by the ion implantation can destroy the hydrogen-containing groups of $Si-SiO_2$ structures with release of the atomic hydrogen. Hydrogen, interacting with the broken bonds of silicon, leads to formation of the hydride and hydroxyl groups. The hydroxyl groups were discovered by the methods of IR and spectroscopy in silicon after the ion bombardment by the atoms of hydrogen.

Impurity and dot defects on Si/SiO₂ boundary

The optical and electric properties of the films of the structure are essentially influenced by the impurity defects, which appear practically at all the stages of creation of the structures.

During oxidation of silicon the arising fluctuations of the diffusion flows of the reacting substances, the water vapors present in them and the related processes of hydration promote formation of a chemically and structurally non-uniform boundary phase.

The structure and deficiency of the formed films of silicon dioxide depend strongly on the partial pressure of the water vapors in the oxidizing atmosphere [4]. It is assumed, that the water molecules diffuse through the SiO_2 film during oxidation of silicon and interact with the grid of silicon-oxygen tetrahedrons [21].

On the surface of SiO_2 hydration reactions occur, accompanied by rupture of the overstrained siloxane bonds and formation of hydroxyl groups [26].



During interaction of the water molecules with the oxygen vacancies of the oxide film a formation of hydroxyl and hydride groups is possible.

$$\rightarrow$$
 Si...Si \leftarrow + H₂O \rightarrow Si \rightarrow OH H \rightarrow Si \leftarrow

The hydride groups lead to a considerable distortion of SiO_2 structure because of the changes of the angles and lengths of bonds in the silicon-oxygen tetrahedron [23].

Depending on the degree of humidity of the oxidizing environment, the thermally oxidized SiO₂ contain from $5 \cdot 10^{18}$ up to $2 \cdot 10^{19}$ cm⁻³ of the hydroxyl groups and up to $6 \cdot 10^{20}$ cm⁻³ of the hydride groups (the water molecules penetrating into the boundary through the formed pores interact with the E-centres, forming the hydroxyl and hydride groups) [24].

Presence of the hydroxyl and hydride groups in the oxide films was shown by the method of infra-red spectroscopy. For determination of the hydrogen-containing compounds in SiO_2 films the methods of radioactive indicators and nuclear reactions were used [25].

According to an experiment with tritium the concentration of hydrogen in the thick films of SiO₂ was equal to $8 \cdot 10^{19}$ cm⁻³ and, when approaching the silicon boundary, it increased up to $2 \cdot 10^{20}$ cm⁻³ [26].

The transition layer of Si/SiO₂ structure, due to the damage to stoichiometry in the boundary phase can include a high concentration of vacancies and broken bonds. As a result of elastic interactions of the dot defects with the tension fields the boundary layer can play the role of a drain for the mobile defects from the volume of silicon and its oxide. Between the defects the reactions are possible leading to their annihilation or their association into more complex defects. These processes depend essentially on the conditions of the structure's formation [27].

Experimental researches of the pressure converters formed on the basis of the silicon — silicon dioxide — vitreous semiconductor structures

The considered researches were done primarily for evaluation of the physical properties of the Si/SiO₂ structures used for development of integral microcircuits, MOS (metal—oxide—semiconductor) and MDS (metal—dielectric—semiconductor) structures.

However, the results of the researches of the integral microcircuits done with SiO_2 structures can also be used for studying of the sensors of the physical values,

because the basis of their micromechanics consists of similar silicon structures.

For estimation of the influence of the discovered local defects on the elastic deformations of the sensors within the given work samples of converters were made and research was carried out of the properties of the silicon-silicon dioxide-vitreous semiconductor structure.

A layer of SiO₂ with thickness of 0.8 μ m was deposited on a silicon instrument plate by thermal oxidation. A vitreous dielectric with thickness of 1.0...1.5 μ m was put on a basic plate by the method of HF magnetron scattering. Merging of the two silicon plates turned to each other with the deposited films of dielectrics was carried out at 1100 °C and pressure of 500 Pa. For a final formation of SOI structure grinding and chemical-mechanical polishing of the instrument plate were done till the demanded thickness was obtained [28].

Subsequently the given structure was used for creation of a monolithic converter of the pressure sensor. As a result of a bilaterial anisotropic etching a converter was obtained from a tensoframe and membranes. Since the converter was a monolith, under the influence of the external loads it was subjected to elastic deformation.

Calculations under ANSYS program demonstrated, that the converter of a certain design (dimensions of 5×5 mm) could withstand loads up to 40 MPa.

In the given work the experimental researches of the tensoframe and the boundary of silicon- silicon dioxide-vitreous dielectric were done by means of the following electronic microscopes: Hitachi TM-3000, Karl Zeiss SMT and Quanta 200 3DFEI with EDAX detector for an x-ray microanalysis, by means of an atomicforce microscope [29].

Fig. 2 presents REM images of the local area on the boundary of the surfaces of the vitreous dielectric silicon — lateral side (111), tensoframe and surfaces on the lateral side of silicon (111) with numerous nano-sized pits and steps.

Pits on the lateral surface of the silicon found after an anisotropic etching can be a defect of the after-cooling dislocations or deformations [13].

The procedure for formation of steps is a stage-bystage removal of the atomic layers from the surface of silicon, which move during etching. In various crystallographic directions the speed of etching is different. This is explained by various densities of packing between the atoms on the surface of a silicon plate and the atoms in the crystal volume. In this case the crystallographic orientation of the lateral side -(111).

Fig. 3 presents fragments of a REM image of the local area of the tensoframe, where the boundary of the vitreous dielectric-silicon phases are visible.

In the given figure it was not possible to define accurately the division between the vitreous dielectric and silicon dioxide, which was deposited by thermal oxidation on the instrument silicon plate. Therefore, the further researches are necessary for determination of the influence on the products' parameters of the presence in the transition phase of the silicon monoxide and vitreous dielectric, besides the silicon dioxide.

Fig. 4 presents an enlarged fragment of the image of the boundary of the vitreous dielectric – silicon.

On the presented fragment of the image we can see cavities, pores and clusters of silicon. Probably, the non-uniformity of etching of the surface made possible the occurrence of such defects, as dislocations of discrepancy [12], presence of the air, alien particles and mechanical stresses on the boundary. The discovered silicon clusters are probably connected with the diffusion or, according to the authors [6], with the non-uniformity of the front of oxidation and superfluous concentration of the atoms of silicon.

The methods for control of the deficiency and elastic deformation in the semi-conductor heterostructures (silicon substrate and epitaxial layer) by means of x-ray diffractometry were offered by the authors of a patent of the Russian Federation [30].

The residual mechanical stresses in the silicon structures have an essential impact on the products' parameters. Therefore, constant improvement of the structure control is of major importance. The method for control of the mechanical stresses in the film-substrate structure was proposed in [31]. The essence of the method consists in formation of an intermediate layer between a film and a substrate. After etching through the film windows interference pictures are formed, which reflect the value and direction of the vector of the mechanical stresses.

Conclusion

Thus, it was demonstrated that the transition layer of Si/SiO₂ structure was the most defective. The thickness of the interphase boundary of the vitreous dielectric – silicon and its chemical composition were investigated. The thickness of the transition area is 0.5...5 nm, its spread is mainly determined by the technological processes and, probably, by the error of the control methods. By means of the raster electron microscopes the presence of pores, cavities, pits and steps were discovered on the boundary, which were kinds of defects deteriorating the characteristics of the produced devices.

For a decrease of the defects in the interphase boundary and on the surface of a silicon plate the technological modes of oxidation of silicon and annealing were optimized.

References

1. Zayzev N. A., Krasnickov G. J., Matjchkin I. V. Prinzip stabilizacii structurno-primesnich and electrofizicheskich svoystv sistemi Si-SiO₂, Mickroelectronica, 2000, vol. 29, no. 6, pp. 449-452.

2. Vavilov V. S., Kiselev V. F., Mukachev B. N. Defecti v cremnii i ego poverchnosti, Moscow, Nauka, 1990, 216 p.

3. Revesz A. G. Chemical and structural aspects of the irradiation behavior of SiC > 2 films on silicon. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1980, vol. 57, no. 1, pp. 235-240.

4. Edelman F. L. Structura komponentov BIS, Novosibirsk, Nauka. 1980. 256 c.

5. Szuber J., Salomon B. Electron spin resonance study on low-pressure-baked silicon surfaces, Phys. Stat. Sol. (a), 1979, vol. 53, no. 1, pp. 289–294.

6. Yamasaki S. Electron difraction study of Si-SiO inflir face structure, Jap. Appl. Phys., 1971, vol. 10, no. 4, pp. 1555-1564.

7. Sugano T., Chen J. J., Hamano T. Phenomological modeling of the deposition of aluminum nitride gallium arsenide from the vaporphase, Surface Sci., 1980, vol. 98, pp. 154-162.

8. Hubner K. Chemical bond and related properties of SiO₂, Phys. Stat. Sol. (a), 1980, vol. 61, pp. 665-672.

9. Lebedev A. A., Zikov B. A. Interaction of impurities and defect in epitaxial films, FTP, 1982, vol. 20, no. 3, pp. 166-172.

10. Pfeffer R. L. Damage center formation the SiO₂ thin films log fast electron irridation, J. Appl. Phys., 1985, vol. 57, no. 12, pp. 5176-5183.

11. Bianconi A., Incoccia L., Stipcich S. EXAFS and Near Edge Structure, Ser. Chem. Phys. V. 27, Berlin, Springer-Verlag, 1986.

12. Van der Merwe J. H. Jerisalem Simposio on Quantum Chemistry and Biochemistry, Chem. Phys. Sol. Surf., Ed. R. Vanselov, R. Hove, Berlin, Sprinder, 1984, pp. 365-377.

13. Lewis E. A., Irene E. A. Low temperature silicon oxidation studies, J. Vac. Sci. Technol., 1986, vol. A4, no. 4, pp. 916-923.

14. Sokolov V. I., Fedorovich N. A. Relaxation of mechanical stresses in the oxide film, Phys. Stat. Sol. (a), 1987, vol. 99, pp. 151-158

15. Iechi H., Satoh S. Interrelation of Si internal stress and Si/SiC > 2 interface stress, Jap. Appl. Phys., 1984, vol. 23, no. 2, pp. L 743-L 746.

16. Henzler M. Quantitative evalution of randon distributed steps at surfaces, Surface Sci., 1985, vol. 152/153, pp. 963-972.

17. Grunthaner F. J., Grunthaner P. J., Vaszuoz R. P. e. a. Local atomic and electronic structure of oxide GaAs and SiO₂/Si interfaces using high resolution on XPS, J. Vac. Sci. Technol., 1979, vol. 6, no. 4, pp. 1443-1451.

18. Ishizaka A., Iwata S., Kamigaki Y. A reassessment of electron escape depths in silicon and thermally grown silicon dioxide thin, Surface Sci., 1979, vol. 84, pp. 355-362.

19. Temkin R. J. Syntesis conditions for encapsulating cytochrome and catalise in SiO₂, J. Non-Crystall. Sol., 1975, vol. 17, no. 1, pp. 215-221

20. Lisovsky I. P., Litvinov R. O., Litovchenko V. G. Poverchnost. Fizika. Chimiya. Mechanika, 1986, no. 1, pp. 69-75.

21. Doremus R. H. Oxydation of silicon log water and oxygen and diffusion in fused silicon, J. Phys. Chem., 1976. vol. 80, no. 5, pp. 1773-1781

22. Kiselev V. F., Krylov O. V. Adsorption Processes on Semiconductor and Dielectric Surfaces. Springer Ser. In Chemical Phys. V. 32. Berlin: Springer-Verlag. 1985. P. 237.

23. Revesz A. G., Mrstik B. J., Hughes H. L. Stress-induced refractive index variation in dry SiO₂, J. Phys. (Paris), 1985, vol. 46. Colloq. 8, pp. 495–503. 24. **Rakov A. V.** Spectroskopiy toncoplenochnich poluprovodni-

covich structur, Moscow, Sov. radio, 1975, 174 p.

25. Burhardt P. J. The electrochemical behavior of leaded brass, J. Electrochem. Soc., 1967, vol. 114, no. 1, pp. 196-199.

26. Romanov S. I., Smirnov L. S. About nonequilibrium silicon amorphtation during implantation of light ions, FTP, 1976, vol. 10, no. 2, pp. 876-885

27. Giber J., Deak P., Martin D. The localized states of interfaces and their physical models, Phys. Stat. Sol. (b), 1977, vol. 79, pp. 89-96.

28. Kochelev N. I., Semenov O. Yu., Ermolaeva A. I. Formirovanie structur kremny-na-izolytore metodom termokompressionnogo srachivaniy kremnievich plastin cherez sloy steklovidnogodielectrika, Perspektivnye materiali, 2000, no. 6, pp. 21-24.

29. Sokolov L. V. Issledovanie graniz razdela geterostructuri "izolirovannaya kremnievaya tenzoramca na kremnii" microelectromechanicheskich preobrasovateley davleniya, Poverchnost. Rentgenovskie, sinchotronie and neitronnie issledovaniya, 2016, no. 2, pp. 86-90.

30. Enicherlova-Velyamieva K. V., Lotzau A. V., Kochecovsky Y. V. Sposob kontrolya defectov and uprugoy deformazi in sloych poluprovodnikovich structur, Patent RF, 2436076. Opubl. 10.12.2011

31. Senko S. F., Ponomar V. N., Belous A. N. Sposob kontrolya mechanicheskich napryazeniy in structure plenci SiO₂ podlozka Si. Patent RF. 10215. Opubl. 28.02.2008.

Элементы MHCT Micro-AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

УДК 621.363

Р. Ю. Дорофеев, нач. группы, e-mail: rdorof@yandex.ru, **Д. В. Козлов,** канд. техн. наук, вед. науч. сотр., e-mail: risc3@mail.ru, **И. П. Смирнов,** нач. сектора, e-mail: mf77-1@yandex.ru, **А. А. Жуков,** д-р техн. наук, проф., гл. науч. сотр., ОАО "Российские космические системы"

ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОСИСТЕМНОГО ВИБРАЦИОННОГО МОДУЛЯТОРА ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЕЙ КОСМИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Поступила в редакцию 23.06.2016

Рассмотрены результаты системных исследований особенностей функционирования и характеристик вибрационного модулятора электрических полей. Показана возможность применения разработанного изделия для контроля электростатических полей на космическом аппарате в орбитальных условиях эксплуатации.

Ключевые слова: вибрационный модулятор электростатических полей, преобразователь, чувствительность, порог чувствительности, напряженность электрического поля, выходной сигнал, метрологические характеристики

Введение

При эксплуатации отечественной ракетно-космической техники в последнее время наблюдается устойчивая тенденция, указывающая на уменьшение надежности спутников и снижение сроков их активного существования.

Основная причина отказа функционирования спутников нового поколения, выпускаемых российскими производителями, заключается в недостатках электронной компонентной базы (ЭКБ) космической техники, выражающихся в ее недостаточно высоком качестве, несоответствии космическому применению и слабой защищенности от электростатических воздействий. При этом одним из важных факторов, действующих на космический аппарат (КА) в орбитальных условиях и отрицательно влияющих на надежность бортовой аппаратуры (БРА), являются электростатические помехи [1].

Вместе с тем достаточно сложно осуществить эффективную защиту БРА от внешних воздействий, особенно от такого деструктивного влияния, как ионосферная плазма. Значения электрических потенциалов на поверхности КА достигают сотенвольт.

Одним из направлений решения проблемы защиты БРА от электростатического разряда (ЭСР) является создание эффективной датчиковой аппаратуры для контроля электростатических полей, исполнительным элементом которого является вибрационный модулятор. Наиболее перспективные устройства в современной сенсорной технике датчики вибрационного типа. АО "Российские космические системы" предложен вариант измерителя электрических полей по технологии микромеханики, соединивший в себе такие важные качества, как микроминиатюрность и вибрационный принцип работы.

В связи с этим целью работы явилась визуализация возможности детектирования вибрационным модулятором электрических полей в диапазоне значений потенциалов электрических полей (ЭП), которые соответствуют образующимся электрическим потенциалам в орбитальных условиях эксплуатации KA.

Исследование способности микросистемного вибрационного модулятора к детектированию электрических полей

В процессе подтверждения способности к детектированию электрических полей определен ряд задач, выполнение которых позволит судить о состоятельности изделия как микроминиатюрного вибрационного модулятора электрических полей (ВМЭП) для КА любых классов. Такими задачами и характеристиками, подтверждающими работоспособность изделия [2] в космических условиях, служат:

- измерение напряженности электрического поля в диапазоне 0...250 кВ/м;
- обеспечение стабильной работоспособности в условиях воздействия электрического поля в диапазоне 0...250 кВ/м;
 - отсутствие изменения резонансной частоты модулятора в условиях воздействия ЭП в диапазоне 0...250 кВ/м;
 - отсутствие изменения потребляемой мощности в условиях воздействия ЭП в диапазоне 0...250 кВ/м;
- определение метрологических характеристик вибрационного модулятора.



Рис. 1. Объекты исследования: *а* — схема макетного образца в экранирующем корпусе; *b* — фотография макетного образца в экранирующем корпусе

Fig. 1. Objects of research: a — scheme of the model sample in the screening housing; b — photo model sample in the screening housing



Рис. 2. Структурная схема экспериментального стенда *Fig. 2. Block diagram of the experimental stand*

В целях установления работоспособности устройства макетный образец вибрационного модулятора помещали в экранированный корпус, в котором размещался источник ЭП. Источником ЭП явился задающий электрод, выполненный в виде медной пластинки и расположенный внутри экранированного корпуса на жестком проводнике (рис. 1).

Для оценки детектирования изделием ЭП был сформирован стенд с аппаратурой подачи потенциала на задающий электрод, источником питания датчика и осциллографом. Схема стенда приведена на рис. 2.

В ходе подтверждения эксперимента макетный образец ВМЭП оказывался под воздействием ЭП, созданного задающим электродом. На задающий электрод подавался потенциал от источника питания, диапазон выходного напряжения источника питания 0...630 В. Задающий электрод располагался в 2,5 мм от конца чувствительного электрода. На чувствительном электроде создавалась напряженность ЭП в диапазоне 0...250 кВ/м. Осциллограф подключали к чувствительному электроду, с которого осуществлялось считывание выходного сигнала. Шаг выходного напряжения на источнике питания составил 50 В, что эквивалентно 20 кВ/м на чувствительном электроде внутри экранирующего корпуса. Результаты тестирования готовности изделия представлены в таблице.

Таким образом, результаты тестирования подтвердили способность датчика ЭП к детектированию электрических полей в заданном диапазоне. Воздействие ЭП не сказалось на работоспособности устройства, т.е. отклонений от значений резонансной частоты, амплитуды колебаний экранирующего электрода и мощности потребления, полученных в нормальных условиях, не выявлено.

Метрологические характеристики микросистемного модулятора электрических полей

Определены следующие метрологические характеристики ВМЭП [3].

Чувствительность ВМЭП определялась как отношение изменения сигнала на выходе измерительного прибора к вызывающей его изменение напряженности электрического поля:

$$S = \frac{A_{\rm BMX}}{A_{\rm BX}},$$

где $A_{\rm Bbix}$ — выходной сигнал, полученный с ВМЭП; $A_{\rm Bx}$ — созданная напряженность ЭП на чувствительном электроде.

Чувствительность ВМЭП на основе данных таблицы составила ~0,25 мВ/кВ/м.

Порог чувствительности ВМЭП — наименьшее значение напряженности ЭП, которое вызывает появление сигнала. Этот параметр связан с зоной нечувствительности, т.е. зоной, в пределах которой при наличии напряженности ЭП на выходе ВМЭП сигнал отсутствует. Влияние на этот параметр оказывает погрешность измерения. Погрешность измерения определяет, при какой напряженности ЭП можно с уверенностью говорить о ее детектировании.

Для определения погрешности измерения было проведено 50 измерений напряженности ЭП, равной 20 кВ/м, представленные ниже. Каждое полу-

Результаты измерений вибрационным модулятором напряженности электрического поля

Results of the measurements of the intensity of the electric field by the vibration modulator

Потенциал, поданный на задающий электрод, В The potential sup- plied to the driving electrode, V	Созданная напряжен- ность электрического поля на чувствительном электроде, $A_{\rm BX}$, кВ/м The created intensity of the electric field on the sensitive electrode, $A_{\rm in}$, kV/m	Выходной сиг- нал, получен- ный с ВМЭП, A _{вых} , мВ The output sig- nal received from VMEF, A _{out} , mV
0	0	4
50	20	8
100	40	12
150	60	16,5
200	80	21
250	100	26
300	120	31
350	140	36
400	160	40,5
450	180	46,5
500	200	51
550	220	56,5
600	240	61
630	252	63,5

ченное оператором значение из 50, является усредненным значением 100 измерений, полученных на осциллографе.

Значения выходного сигнала ВМЭП при напряженности поля 20 кВ/м:

8,0978,1988,1938,2018,1488,1078,1548,1198,1338,0498,1368,1678,0828,1348,0728,3218,0958,0218,1298,058,0618,0678,0958,1028,0768,1218,0958,1278,1438,1218,1038,0888,3748,2828,1398,2978,1128,0598,1268,198,1128,0718,0858,1168,0638,1688,098,1628,1318,167

Среднее квадратичное отклонение о из 50 измерениях определяется следующим выражением:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{50} (x_i - x_{\rm cp})^2}{50(50 - 1)}} = 0,0098,$$

где x_i — одно из 50 полученных значений; x_{cp} — среднее арифметическое значение 50 измерений.

Далее определим погрешность измерения $\theta_{случ}$, приняв доверительную вероятность равной 0,99 (значение коэффициента Стъюдента при 50 измерениях равно t = 2,7):

$$\theta_{\text{CIIVY}} = t\sigma = 0,026,$$

где σ — среднее квадратичное отклонение 50 измерений значения выходного сигнала ВМЭП при напряженности поля 20 кВ/м, равной 0,017.

Таким образом, случайная погрешность измерения напряженности ЭП составила $\pm 0,026$ мВ.

Для определения порога чувствительности с учетом погрешности измерения, при которой достоверность получения результата составляет 100 %, проведены подробные измерения на начальной части диапазона чувствительности напряженности ЭП.

Ниже приведены значения выходного сигнала ВМЭП под воздействием электрического поля 0...0,8 кВ/м

Напряженность электрического поля на чувствительном электроде, кВ/м	Выходной сигнал, полученный с датчика, мВ
0	0,903
0,08	0,923
0,16	0,931
0,24	0,937
0,32	0,953
0,4	10,961
0,48	0,973
0,56	0,981
0,64	0,992
0,72	1,022
0,8	1,025

Сопоставляя погрешность измерения 0,026 мВ и значения измерений выходного сигнала, при котором достоверно будет получено измерение (0,931 мВ), определен *порог чувствительности* мик-



Рис. 3. Зависимость выходного сигнала датчика от напряженности электрического поля

Fig. 3. The dependence of the output sensor signal from the electric field

росистемного ВМЭП напряженности электрического поля, составляющий 0,16 кВ/м.

Инерционность ВМЭП — время, в течение которого выходная величина принимает значение, соответствующее входной величине. Для вибрационного модулятора эта величина определяется известным выражением T = 1/f и с резонансной частотой f = 300 Гц будет составлять 3 мс.

На рис. 3 отображена *статическая характеристика* ВМЭП, отражающая зависимость выходного сигнала вибрационного модулятора от значения напряженности ЭП.

Из графика зависимости выходного сигнала ВМЭП от напряженности ЭП видно, что зависимость носит линейный характер, т.е. наблюдается пропорциональная зависимость увеличения выходного сигнала при нарастании напряженности ЭП.

По характеру зависимости выходного сигнала от измеряемой величины ВМЭП классифицируется как *параметрический* измеритель, в котором изменение напряженности ЭП вызывает изменение именно выходного сигнала. По характеру зависимости измеряемой величины от входного сигнала ВМЭП классифицируется как *пропорциональный* измеритель, при котором сигнал на выходе устройства измерения пропорционален напряженности ЭП.

По типу действия разработанный ВМЭП соответствует измерительному изделию *прямого действия*, так как преобразует внешнее воздействие непосредственно в электрический сигнал, используя для этого соответствующее физическое явление.

С точки зрения области применения ВМЭП — *наружный* измеритель, поскольку реагирует на внешние воздействия и сообщает системе об изменениях в окружающих условиях среды.

Заключение

Полученный набор характеристик позволил определить потребительские параметры и классифицировать разработанное устройство. Определена возможность детектирования электрических полей, эквивалентных полям геомагнитных возмущений на поверхности космического аппарата в необходимом диапазоне. Кроме того, полученные результаты исследований продемонстрировали возможность применения ВМЭП как полноценного устройства контроля электрических полей, что позволит расширить сферу его применения и использовать в различных отраслях промышленности.

Список литературы

1. Дорофеев Р. Ю., Жуков А. А. Особенности защиты бортовой аппаратуры космических аппаратов от электростатического разряда на этапе ее схемотехнического проектирования // Труды II Всероссийской научно-технической конференции "Актуальные проблемы ракетно-космического приборостроения и информационных технологий". 2—4 июня 2009 года. М.: Радиотехника. 2010. С. 140—149.

2. Дорофеев Р. Ю., Смирнов И. П., Жуков А. А., Корпухин А. С. Расчетно-экспериментальная оценка характеристик микробалки вибрационного преобразователя электрического // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 10. С. 22—30.

3. Аш Ж. Датчики измерительных систем. Т. 1. М.: Мир, 1992. 480 с.

R. Yu. Dorofeev, Head of the Group, rdorof@yandex.ru, **D. V. Kozlov,** Leading Researcher, risc3@mail.ru, **I. P. Smirnov,** Chief of Section, mf77-1@yandex.ru, **A. A. Zhukov,** Chief Researcher, professor Joint Stock Company "Russian Space Systems" (JSC "RSS")

Main Characteristics of the Microsystem Vibration Modulator of the Electric Fields for Space Applications

The paper discusses the results of investigations of the functioning of the system and the characteristics of a vibrating electric field modulator. The test results obtained by the modulator output signal value under the influence of the electric field in the range of $0 \sim 250 \text{ kV/m}$. Identified the following main metrological characteristics microsystem vibrating modulator: sensitivity threshold, inertia, static characteristic. Modulator classified by a method for producing an output signal from the input variable, depending on the nature of the output signal from the input signal, the type of action, range of applications. The possibility of application of the developed products for the control of electric fields on the spacecraft in orbital conditions.

Keywords: vibrating electric field modulator, converter, sensitivity, sensitivity threshold, intensity of electric field, output signal, metrological characteristics

Introduction

Operation of the domestic space-rocket technologies demonstrates a steady trend for a decrease of the reliability of the satellites and of the periods of their active life.

The principal causes for failures of the new generation satellites are the drawbacks of the electronic component base (ECB) of the space technologies, expressed in its insufficiently high quality, not corresponding to the space applications, and its poor protection from the electrostatic influences. One of the major factors affecting the spacecraft (SC) in the orbital conditions and the reliability of the satellite-borne equipment (SBE) is the electrostatic interference [1].

At the same time it is quite a problem to ensure an effective protection of SBE from the external influences, especially from the destructive influence of the ionospheric plasma. Values of the electric potentials on the surface of SC reach hundreds of volts.

One of the ways to protect SBE from an electrostatic discharge (ESD) is development of effective sensor equipment for control of the electrostatic fields, the function element of which is a vibration modulator. Among the sensor technologies the most promising are the sensors of the vibration type. Russian Space Systems Co. proposed a version of the electric fields meter working on the principles of micromechanics and combining such important qualities as micro-diminutive-ness and vibration principle of operation.

In this connection, the aim of the work was visualization of a possibility of detection by the vibration modulator of the electric fields within the range of the values of the potentials of the electric fields (EF), which correspond to the electric potentials emerging in the orbital conditions of SC operation.

Research of the ability of the microsystem vibration modulator to detect the electric fields

In the course of verification of its ability to detect the electric fields a number of tasks were defined, which, when solved, will allow us to judge about the potential of the product as a microminiature vibration modulator of the electric fields (VMEF) for SC of any classes. Such tasks and characteristics confirming its operability [2] in space conditions are the following:

- Measurement of the intensity of the electric field in the range of 0...250 kV/m;
- Maintenance of a stable operability in the conditions of the electric field influence in the range of 0...250 kV/m;
 - Absence of changes in the resonant frequency of the modulator in the conditions of EF influence in the range of 0...250 kV/m;
 - Absence of changes in the power consumption in the conditions of EF influence in the range of 0...250 kV/m;
- Determination of the metrological characteristics of the vibration modulator.

In order to evaluate the operability of the device, a prototype sample of the vibration modulator was placed in a shielding case with a source of EF inside, which was a driving electrode in the form of a copper plate, situated inside the shielding case on a rigid conductor (fig. 1).

For estimation of detection of EF by the product a stand with equipment was formed with a supply of a potential on the driving electrode, a power supply for the sensor and an oscillograph. The circuit of the stand is presented in fig. 2.

During the experiment the prototype sample of VMEF appeared under the influence of EF, created by the driving electrode. A potential from the power supply was given to it with the range of the output voltage of 0...630 V. The driving electrode was placed at 2.5 mm distance from the end of the sensitive electrode, on which EF intensity in the range of 0...250 kV/m was created. The oscillograph was connected to a sensitive electrode, from which reading of the output signal was carried out. A step of the output voltage on the power supply was 50 V, which was equivalent to 20 kV/m on the sensitive electrode inside the shielding case. The results of testing of readiness of the product are presented in table.

Thus, the results of testing confirmed the ability of EF sensor to detect the electric fields in a set range. Influence of EF did not affect the operability of the device, i.e. no deviations from the resonant frequency, the amplitude of fluctuations of the screening electrode and the power consumption received in normal conditions were observed.

Metrological characteristics of the microsystem modulator of the electric fields

The metrological characteristics of VMEF [3] were defined:

Sensitivity was defined as the relation of the change of a signal at the output of the measuring device to the intensity of the electric field causing its change:

$$S = \frac{A_{out}}{A_{in}},$$

where A_{out} — the output signal received from VMEF, A_{in} — the created EF intensity on the sensitive electrode. Sensitivity of VMEF on the basis of table 1 was ~0.25 mV/kV/m.

The threshold of sensitivity of VMEF is the lowest value of the EF intensity, which causes occurrence of a signal. This parameter is connected with a dead zone, within the limits of which there is no signal on the VMEF output in presence of the EF intensity. This parameter is influenced by a measurement error. The measurement error defines, at what intensity of EF it is possible to talk with confidence about its detection.

For its definition fifty measurements were done of EF equal to 20 kV/m and presented below. Each value

obtained by an operator is an average value of 100 measurements, obtained on the oscillograph.

Values of the output signal of VMEF at the field intensity of 20 kV/m:

 8.097
 8.198
 8.193
 8.201
 8.148
 8.107
 8.154
 8.119
 8.133
 8.049

 8.136
 8.167
 8.082
 8.134
 8.072
 8.321
 8.095
 8.021
 8.129
 8.05

 8.061
 8.067
 8.095
 8.102
 8.076
 8.121
 8.095
 8.127
 8.143
 8.121

 8.103
 8.088
 8.374
 8.282
 8.139
 8.297
 8.112
 8.059
 8.126
 8.19

 8.112
 8.071
 8.085
 8.116
 8.063
 8.168
 8.09
 8.162
 8.131
 8.167

The root mean square deviation σ from 50 measurements is defined by the following expression:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{50} (x_i - x_{av})^2}{\frac{1}{50(50 - 1)}}} = 0.0098$$

where x_i — one of the fifty values, x_{av} — average arithmetic value of 50 measurements.

Further we will define the measurement error θ_{ch} , assuming that the confidence probability is equal to 0.99 (in case of 50 measurements the Student's *t*-distribution is equal to t = 2.7):

$$\theta_{ch} = t\sigma = 0.026,$$

where σ — root mean square deviation of 50 measurements of the value of the output signal of VMEF at the field intensity of 20 kV/m equal to 0.017.

Thus, the accidental error of measurement of the EF intensity was ± 0.026 mV.

For determination of the threshold of sensitivity with account of a measurement error, at which reliability of obtaining of a result is 100 %, detailed measurements were done on the initial part of the range of sensitivity of EF intensity.

Below are the values of the output signal of VMEF under the influence of the electric field of 00.8 kV/m

Intensity of the electric field on the sensitive electrode, kV/m	he output signal received from the sensor, mV
0	0.903
0.08	0.923
0.16	0.931
0.24	0.937
0.32	0.953
0.4	10.961
0.48	0.973
0.56	0.981
0.64	0.992
0.72	1.022
0.8	1.025

By comparing the measurement error of 0.026 mV and the values of the measurements of the output signal, at which measurement (0.931 mV) would be reliably received, we determined the threshold of sensitivity of the microsystem VMEF of the electric field intensity, which was equal to 0.16 kV/m.

The lag effect is the time, during which the output value achieves the level corresponding to the input val-

ue. For the vibration modulator this value is defined by the known expression T = 1/f and with the resonance frequency f = 300 Hz and will be equal to 3 ms. Fig. 3 presents the *static characteristic* of VMEF reflecting the dependence of the output signal of the vibration modulator on the value of the intensity of EF.

Proceeding from the diagram of the dependence of the output signal of VMEF on the intensity of the electric field, one can see that the dependence has a linear character, i.e. a proportional dependence is observed of the increase of the output signal during an increase of the EF intensity.

By the character of the dependence of reception of a signal on the measured value VMEF is classified as *a parametrical* meter, in which a change of the EF intensity causes a change of exactly the output signal.

By the character of the dependence of the measured value on the input signal VMEF is classified as *a proportional* meter, at which the signal at the output of the device of measurement is proportional to the EF intensity.

By the principle of operation the developed VMEF corresponds to a measuring product *of a direct action,* because it transforms the external influence directly into an electric signal, using for this purpose the corresponding physical phenomenon.

From the point of view of the sphere of application, VMEF is *an external* measuring instrument, because it reacts to the external influences and informs the system about the changes in the surrounding conditions of the environment.

Conclusion

The obtained set of characteristics allowed us to define the consumer parameters and to classify the developed device. The potential for detection of the electric fields equivalent to the fields of the geomagnetic disturbances on the surface of a space vehicle in the necessary range was defined. Besides, the results of the research demonstrated a possibility of application of VMEF as a high-grade unit for control of the electric fields, which will make it possible to expand the sphere of its application and use it in various industries.

References

1. Dorofeev R. Y., Zhukov A. A. Osobennosti zashchity bortovoj apparatury kosmicheskih apparatov ot ehlektrostaticheskogo razryada na ehtape ee skhemotekhnicheskogo proektirovaniya, *Trudy II Vserossijskoj nauchno-tekhnicheskoj konferencii "Aktual'nye problemy raketno-kosmicheskogo priborostroeniya i informacionnyh tekhnologij".* 2–4 *iyunya 2009 goda*, Moscow: Radiotekhnika, 2010, pp. 140–149. (in Russian).

2. Dorofeev R. Y., Smirnov I. P., Zhukov A. A., Korpuhin A. S. Raschetno-ehksperimental'naya ocenka harakteristik mikrobalki vibracionnnogo preobrazovatelya ehlektricheskogo, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2015, no. 10, pp. 22–30. (in Russian).

3. Ash Z. Datchiki izmeritel'nyh sistem, vol. 1, Moscow, Mir, 1992. 480 p. (in Russian).

УДК 661.13; 661.17; 661.717.2; 608.4; 539.216; 541.64; 543.71

В. А. Кутвицкий, д-р хим. наук, проф., e-mail: cutvolga@yandex.ru,

ФГБОУ ВО Московский технологический университет, Физико-технологический институт, г. Москва,

Л. П. Маслов, канд. хим. наук, доц., e-mail: lp.maslov@yandex.ru,

- E. B. Миронова, ст. преподаватель, e-mail: mironova_ev@mitht.ru,
- Е. Я. Борисова, д-р хим. наук, проф., e-mail: Helen-bor714485@yandex.ru,
- Э. А. Несговорова, студент, e-mail: ellfenok@yandex.ru,

A. B. Муштанов, студент, e-mail: mushtanovandrei@mail.ru,

M. A. Ходин, студент, e-mail: makihodins@gmail.com,

ФГБОУ ВО Московский технологический университет,

Институт тонких химических технологий (МИТХТ), г. Москва

ФОРМИРОВАНИЕ СЕНСОРНОГО ЭЛЕМЕНТА ΔЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ВОЗДУХА НА ОСНОВЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДЯЩЕГО ПОЛИМЕРА

Поступила в редакцию 02.06.2016

Рассмотрен способ формирования гетероструктуры на основе полидиметилпирролидиния хлорида (ПДМПХ) в целях использования его в качестве сенсорного элемента для определения влажности воздушной среды. Оптимизированы условия изготовления чувствительного слоя, определены его физико-химические и метрологические характеристики. Сделаны выводы об однородности рецепторного слоя и метрологических возможностях и стабильности сенсорного элемента.

Ключевые слова: сенсор, водорастворимый полимер, модифицированная гетероструктура, электропроводность, пары воды, рецепторный слой, однородность, стабильность, ультразвуковое распыление, микротвердость и плотность пленки

Введение

Влажность атмосферного воздуха является важнейшим параметром, определяющим условия и возможность функционирования множества приборов, машин и механизмов; метеопрогнозирования, влияния на самочувствие человека. Поэтому разработка методов, способов и инструментов для контроля влажности атмосферного воздуха в разных диапазонах содержаний паров воды является безусловно необходимым условием обеспечения любого производственного процесса.

Перспективными устройствами для измерения влажности воздуха являются сенсорные датчики на основе различных гетероструктур, включающих матричный слой с нанесенным на него газочувствительным материалом [1, 2]. В качестве матричного элемента могут использоваться монокристаллы, поликристаллические или стеклообразные фазы, на поверхности которых формируется рецепторный слой, функциональные свойства которого меняются в зависимости от состава газовой среды, контактирующей с поверхностью. В качестве таких свойств (аналитического сигнала) часто используют легко измеряемую электропроводимость поверхностного слоя гетероструктуры. В качестве материала, пригодного для изготовления такого поверхностного слоя, могут применять различные полимерные материалы, в частности, поли-N,N-диметил-3,4-диметиленпирролидиний хлорид (ПДМПХ) [3], свойства которого обусловливают возможность использования простых технологий для получения

тонких слоев на поверхности твердых тел. Возможность модифицирования этих слоев реагентами, создающими активные поверхностные центры в слое, позволяют получить рецепторные слои, нерастворимые в воде, обладающие хорошими прочностными свойствами и высокой чувствительностью к компонентам газовой смеси. В качестве модификаторов, образующих активные центры в слое и обладающих большим ионным радиусом аниона, необходимым для обеспечения нерастворимости рецепторного слоя на основе ПДМПХ, могут быть использованы анионные цианоферраты [4, 5] с различными степенями окисления центрального иона железа и различным составом координационной сферы: $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$ и Na₂[Fe(CN)₅NO].

Целью данной работы является разработка способа создания газочувствительных слоев на поверхности ПДМПХ путем его модифицирования цианоферратами различного состава.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

В качестве подложки для чувствительного элемента использовали стеклянную пластину размером 24×24×0,17 мм [6] с закрепленными на ней медными электродами. На полученную электродную систему наносили ПДМПХ методом вытягивания с постоянной скоростью из его водного раствора, после чего полученную поверхность модифицировали реагентами: гексацианоферратами(II) и (III) калия: (K₄[Fe(CN)₆] и K₃[Fe(CN)₆]) или нитропруссидом натрия (Na₂[Fe(CN)₅NO]) с использованием метода ультразвукового распыления [4, 5].

Нанесение раствора ПДМПХ на подложку осуществляли вытягиванием ее из водного раствора полимера с постоянной скоростью. Для вытягивания подложки экспериментально была выбрана скорость $2,5 \cdot 10^{-6}$ м/с, которая позволила получить слои полимера толщиной не более 20 мкм. Толщину пленки рассчитывали исходя из массы пленки, плотности и площади ее поверхности, а также прямыми измерениями с использованием микрометра модели 03500 [7]. Экспериментально установлено, что толщина получаемой пленки линейно зависит от концентрации полимера в исходном растворе (рис. 1). Это позволяет контролировать толщину пленки в процессе вытягивания полимера из раствора с его заданной концентрацией с погрешностью толщины пленки, не превышающей 0,5 мкм.

На пленки ПДМПХ, полученные вытягиванием, методом ультразвукового распыления [4, 8] наносили один из выбранных модификаторов: K_4 [Fe(CN)₆], K_3 [Fe(CN)₆] и Na₂[Fe(CN)₅NO].

Для нанесения на полученную пленку ПДМПХ заданной массы выбранного модификатора заранее определяли необходимую продолжительность процесса ультразвукового распыления. Результаты, представленные на рис. 2, показывают, что масса перенесенного модификатора линейно зависит от времени процесса. Расчетные значения коэффициентов корреляции составляют 0,99. Это указывает на достаточно высокий уровень надежности нанесения заданной массы модификатора на поверхность ПДМПХ и позволяет контролировать соотношение взаимодействующих компонентов.

Взаимодействие ПДМПХ с модификаторами протекает в нормальных условиях: при атмосферном давлении, температуре 25 °С и естественной освещенности. В присутствии модификаторов пленка полимера становится нерастворимой в воде



Рис. 1. Зависимость толщины пленки ПДМПХ от концентрации полимера (скорость вытягивания из раствора $2,5 \cdot 10^{-6}$ м/с) Fig. 1. Dependence of the thickness of a PDMPC film on the concentration of the polymer (the speed of withdrawal from a solution

is $2.5 \cdot 10^{-6}$ m/s)



Рис. 2. Зависимость массы нанесенных модификаторов от времени ультразвукового распыления: $1 - \text{модификаторов от вре$ $мени ультразвукового распыления: <math>1 - \text{модификатор } K_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $(m = 2 \cdot 10^{-6} \tau + 2 \cdot 10^{-4}, R^2 = 0.9967); 2 - \text{модификатор}$ $K_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $(m = 2 \cdot 10^{-6} \tau + 1 \cdot 10^{-4}, R^2 = 0.9948); 3 - \text{моди$ $фикатор } \text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ $(m = 2 \cdot 10^{-6} \tau + 1 \cdot 10^{-4}, R^2 = 0.9918)$ Fig. 2. Dependence of the mass of the modifiers on the time of ultrasonic scattering: $1 - \text{modifier } K_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $(m = 2 \cdot 10^{-6} \tau + 2 \cdot 10^{-4}, R^2 = 0.9967); 2 - \text{modifier } K_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $(m = 2 \cdot 10^{-6} \tau + 1 \cdot 10^{-4}, R^2 = 0.9948); 3 - \text{modifier } \text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ $(m = 2 \cdot 10^{-6} \tau + 1 \cdot 10^{-4}, R^2 = 0.9918)$

вследствие протекания химического взаимодействия с образованием новой полимерной фазы (поли-N,N-диметил-3,4-диметиленпирролидиний ферроцианид, ПДМПЦ), которая обладает высоким уровнем адгезии к поверхности стекла. Для просушки (удаления избытка водной фазы) полученную структуру оставляли в комнатных условиях на 24 ч.

Состав новой фазы определяли методом физико-химического анализа. В случае образования какой-либо фазы в системе на диаграмме состав свойство появляется эффект в виде максимума, минимума или излома зависимости свойства системы от ее состава. Соотношения масс реагирующих компонентов при условии взаимодействия одного звена полимера с молекулой модификатора (мольное отношение 1:1) составляют: для гексацианоферрата (II) калия к ПДМПХ — 2,3:1, для гексацианоферрата (III) калия к ПДМПХ 2,0:1, а соотношение для нитропруссида натрия к ПДМПХ — 1,6:1.

Пленки как конструктивные элементы датчиков должны обладать набором определенных технических характеристик, среди которых можно выделить: прочность, плотность, однородность и электрическую проводимость. Поэтому были проведены исследования этих физических свойств пленок, приготовленных при разном соотношении масс модификатор/полимер, различными методами.

Исследование и анализ микротвердости пленок

Испытание прочностных характеристик поверхностных слоев проводили путем измерения их микротвердости по методу Виккерса [9]. Метод заключается в нанесении на испытуемую поверхность изделия (образца) отпечатка, получаемого под действием в течение определенного времени статической нагрузки, приложенной к алмазной



Рис. 3. Зависимость микротвердости пленок от соотношения масс модификатор/полимер: $1 - K_4$ [Fe(CN)₆]/ПДМПХ; $2 - K_3$ [Fe(CN)₆]/ПДМПХ; $3 - Na_2$ [Fe(CN)₅NO]/ПДМПХ

Fig. 3. Dependence of the films' microhardness on the correlation of the masses of modifier/polymer: $1 - K_4[Fe(CN)_6]/PDMPC; 2 - K_3[Fe(CN)_6]/PDMPC; 3 - Na_2[Fe(CN)_5NO]/PDMPC$

пирамиде с углом между гранями 136°. При исследовании микротвердости пленок статическая нагрузка составляла 100 г, время нахождения пленки под нагрузкой — 10 с.

Микротвердость определяли как отношение номинальной нагрузки, приложенной к алмазному наконечнику, к условной площади боковой поверхности полученного отпечатка [9].

Для того чтобы выявить оптимальное соотношение реагентов при образовании пленки, изготавливали несколько образцов с различным соотношением реагентов. По описанной выше методике была измерена их микротвердость. Результаты, представленные на рис. 3, свидетельствуют о том, что взаимодействие компонентов с образованием новой фазы (ПДМФц) во всех случаях происходит при мольном соотношении компонентов модификатор/ПДМПХ как 1:1. Таким образом, микротвердость можно использовать в качестве количественной характеристики для оценки полноты протекания реакции при образовании новой модифицированной полимерной фазы — ПДМПЦ.

Оценка однородности пленок по результатам определения величины микротвердости

Характеристика однородности является важным показателем, отражающим состояние структуры пленки.

Для оценки однородности использовали пленки, полученные с оптимальным соотношением масс компонентов. Оценку однородности пленок проводили по ГОСТ 8.531—2002 "ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности" [10]. В результате экспериментов установлено, что характеристика однородности пленок, модифицированных цианидами, в области оптимальных соотношений компонентов имеет минимальное значение. В частности, в случае пленки, модифицированной гексацианоферратом (II) калия, характеристика однородности в относительных единицах имеет значение 2,8 % при соотношении масс $K_4[Fe(CN)_6]/\Pi Д M \Pi X 2:1$ (значение микротвердости равно 45 H/mm^2). Значение характеристики однородности 2,1 % (отн. ед.) соответствует пленке с тем же самым модификатором при соотношении масс 2,3:1 (значение микротвердости равно 58 H/mm^2). А для пленки с соотношением масс модификатор/полимер 2,5:1 характеристика однородности составляет 2,4 % (отн. ед.) (значение микротвердости равно 56 H/mm^2).

Оценка величины плотности модифицированных пленок

Плотность является важной структурно-зависимой характеристикой, позволяющей оценивать толщину пленки. Плотность приготовленных модифицированных пленок измеряли методом гидростатического взвешивания. Сначала подложку взвешивали на воздухе и в воде, затем — готовый образец [11]. Плотность рассчитывали по формуле

$$\rho = m_{\rm cn} \rho_{\rm X} / (\Delta m_{\rm cH} - \Delta m_{\rm cT}); \tag{1}$$

$$\Delta m = m_{\rm Ha \ BO3J} - m_{\rm B \ BOJe}, \qquad (2)$$

где $m_{\rm cл}$ — масса сенсорного слоя, г; $\rho_{\rm ж}$ — плотность жидкости, в которой проводится взвешивание, г/см³; $\Delta m_{\rm cH}$ и $\Delta m_{\rm cT}$ — разница в массе при измерениях на воздухе и в воде сенсорного элемента и стеклянной подложки (до изготовления сенсора) соответственно, г.

Для установления оптимальной зоны отклика сенсорного элемента изготовили несколько образцов пленок с различным соотношением масс реагентов. По указанной выше методике измеряли их плотность. По результатам измерения плотности пленок с различными соотношениями масс реагентов построили зависимости плотности от соотношения масс модификатор/ПДМПХ (рис. 4).



Полученные зависимости показывают, что максимальные значения плотности пленок соответствуют молярному соотношению компонентов 1:1, что находится в соответствии с результатами измерения микротвердости.

Исследование модифицированных пленок методом ИК спектроскопии

Природу получающейся новой фазы изучали методом ИК спектроскопии на ИК-Фурье спектрометре EQUINOX 55 (BRUKER) по методу диффузного отражения. Результаты исследования структуры компонентов и продуктов взаимодействия методом ИК спектроскопии представлены на рис. 5—7 и в таблице.

Анализ спектров [12-14] показывает, что спектры продуктов реакций заметно отличаются от исходного спектра полимера и, вместе с тем, весьма схожи между собой. В частности, в спектрах образующихся продуктов отсутствует полоса 880...800 см⁻¹, соответствующая, по-видимому, связи N-Cl [12], которая характерна для исходного полимера. Одновременно в области $400...500 \text{ см}^{-1}$ появляется полоса поглощения, которую можно связать с наличием связи иона железа и СМ-группы, имеющей место в структуре выбранных модификаторов. В области 900...1100 см⁻¹ появляется полоса поглощения, которую в соответствии с [12] можно объяснить возникновением связи N-CN. Группа интенсивных полос поглощения в области $2000...2150 \text{ см}^{-1}$, скорее всего, связана с валентными колебаниями функциональной группы C=N, появляющейся в продукте реакции, так как аналогичная совокупность полос в этой области наблюдается и в исходных ферроцианидах.



Рис. 5. ИК спектр продукта взаимодействия ПДМПХ и K₄[Fe(CN)₆]

Fig. 5. IR spectrum of the product of interaction of PDMPC and K_4 [Fe(CN)₆]



Рис. 6. ИК спектр продукта взаимодействия ПДМПХ и $K_3[Fe(CN)_6]$ Fig. 6. IR spectrum of the product of interaction of PDMPC and

Fig. 0. IN spectrum of the product of interaction of TDMTC and $K_3[Fe(CN)_6]$

Таким образом, анализ ИК спектров исходных компонентов и продуктов реакции свидетельствует, что при взаимодействии ПДМПХ и модификаторов в водном растворе происходит образование

Частоты (см⁻¹), соответствующие наиболее интенсивным полосам поглощения в ИК спектрах индивидуальных реагентов и продуктов их взаимодействия

ПДМПХ РDMPC	K ₄ [Fe(CN) ₆]	K ₃ [Fe(CN) ₆]	Na ₂ [Fe(CN) ₅ NO]	$ΠДMΠX + K_4[Fe(CN)_6]$ $PDMPC + K_4[Fe(CN)_6]$	$\Pi \square M \Pi X + + K_3 [Fe(CN)_6] PDMPC + + K_3 [Fe(CN)_6]$	$ \begin{array}{c} \Pi \square M \Pi X + \\ + Na_2[Fe(CN)_5NO] \\ PDMPC + \\ + Na_2[Fe(CN)_5NO] \end{array} $
N ⁺ Cl ⁻	Fe—CN (414) Fe—C (585)	Fe—CN (387) Fe—C (511)	Fe—CN (423) NO (664—652)	Fe—CN (419)	FeCN (430)	Fe—CN (499—407) NO (662)
$(880-800) \\ CH_2-N^+ \\ (1440-1400) \\ N^+ $				N ⁺ CN ⁻ (1112—897) CH2—N ⁺ (1468)	N ⁺ CN ⁻ (1192–897) CH2–N ⁺ (1472)	N ⁺ CN ⁻ (966–898) CH2–N ⁺ (1472)
(1670—1630) N ⁺ (2700—2250)	CN (2093, 2061, 2043)	CN (2093, 2061, 2043)	NO (1940) CN (2180—2140)	CN (2143—2044)	CN (2116—2050)	NO (1909) CN (2138—2074)

Frequencies (cm^{-1}) corresponding to the most intensive strips of absorption in IR spectra of individual reagents and products of their interaction

крупного отрицательно заряженного иона, замещающего ион хлора в структуре исходного ПДМПХ. Это приводит к деформации и изменению конформации полимерной цепи с образованием нерастворимой и высоко адгезионной модифицированной пленки на поверхности диэлектрических подложек, в частности, силикатного стекла.

Оценка возможности использования синтезированных гетероструктур для определения содержания влаги в воздушной среде

Электрическую проводимость измеряли на иммитансометре Е7-8 (ПО "Калибр", Республика Беларусь) с электронной индикацией результатов измерения. Измерения содержания влаги в воздушной среде проводили в ячейках, обеспечивающих



Рис. 7. ИК спектр продукта взаимодействия ПДМПХ и Na₂[Fe(CN)₅NO]

Fig. 7. IR spectrum of the product of interaction of PDMPC and $Na_2[Fe(CN)_5NO]$



Рис. 8. Зависимость удельной электрической проводимости от влажности воздушной среды: *1* — сенсорный элемент с рецепторным слоем на основе ПДМПХ и K₄[Fe(CN)₆] при соотношении масс K₄[Fe(CN)₆]/ПДМПХ — 2,3:1; *2* — сенсорный элемент с рецепторным слоем на основе ПДМПХ и Na₂[Fe(CN)₅NO] при соотношении масс Na₂[Fe(CN)₅NO]/ПДМПХ — 1,6:1

Fig. 8. Dependence of the specific electric conductivity on the humidity of the environment: $1 - \text{sensor element with a receptor layer on the basis$ $of PDMPC and <math>K_4[Fe(CN)_6]$ at the correlation of masses of $K_4[Fe(CN)_6]/PDMPC - 2.3:1; 2 - \text{sensor element with a receptor$ $layer on the basis of PDMPC and <math>Na_2[Fe(CN)_5NO]$ at the correlation of masses of $Na_2[Fe(CN)_5NO]/PDMPC - 1.6:1$



Рис. 9. Логарифмическая зависимость удельной электрической проводимости (σ) от влажности воздушной среды (*C*): *1* — сенсорный элемент с рецепторным слоем на основе ПДМПХ и K₄[Fe(CN)₆] при соотношении масс K₄[Fe(CN)₆]/ПДМПХ — 2,3:1; $\ln \sigma = 2,7\ln(C^{0,52})$, $R^2 = 0,995$; *2* — сенсорный элемент с рецепторным слоем на основе ПДМПХ и Na₂[Fe(CN)₅NO] при соотношении масс Na₂[Fe(CN)₅NO]/ПДМПХ — 1,6:1; $\ln \sigma = 2,8\ln(C^{0,45})$, $R^2 = 0,984$

Fig. 9. Logarithmic dependence of the specific electric conductivity (σ) on the humidity of the environment (C): 1 — sensor element with a receptor layer on the basis of PDMPC and K₄[Fe (CN)₆] at the correlation of masses of K₄[Fe(CN)₆]/PDMPC — 2.3:1; ln σ = 2.7ln(C^{0.52}), $R^2 = 0.995$; 2 — sensor element with a receptor layer on the basis of PDMPC and Na₂[Fe(CN)₅NO] at the correlation of masses of Na₂[Fe(CN)₅NO]/PDMPC — 1.6:1; ln σ = 2.8ln(C^{0.45}), $R^2 = 0.984$

расчетные значения влажности воздушной среды, находящейся в равновесии с растворами серной кислоты квалификации "особо чистый" с содержанием 7,5; 15; 30 и 45 масс. % [11].

Результаты исследования удельной электрической проводимости сенсорного элемента с рецепторным слоем на основе ПДМПХ, модифицированного гексацианоферратами калия и нитропруссидом натрия, при различной влажности воздуха приведены на рис. 8, 9. Характер изменения удельной электрической проводимости от влажности воздушной среды свидетельствует об адсорбционном механизме взаимодействия рецепторного слоя с контролируемым компонентом воздушной среды [2].

Тангенс угла наклона линии тренда соответствует чувствительности (0,52 и 0,45) разработанных датчиков влажности.

Важным практическим параметром чувствительного элемента является время отклика и релаксации, которые согласно проведенным измерениям для всех исследованных датчиков составили не более 3 мин и не более 60 с соответственно.

Заключение

Можно сделать следующие выводы.

1. Установлено, что при формировании рецепторного слоя на поверхности оксидных стекол путем взаимодействия ПДМПХ и гексацианоферратов химическая реакция протекает при мольном соотношении компонентов 1:1. 2. Показано, что оптимальному соотношению компонентов реакции отвечает экстремум технической характеристики на кривой зависимости ее от соотношения взаимодействующих компонентов, что позволяет контролировать качество формируемого рецепторного слоя.

3. Электрическая проводимость рецепторного слоя в случае достижения оптимального соотношения компонентов увеличивается в зависимости от содержания водяных паров в воздушной среде по степенному закону, что соответствует адсорбционному механизму взаимодействия определяемого компонента и активных центров рецепторного слоя.

4. Синтезированные сенсорные элементы на основе рецепторного слоя, образованного модифицированным ферроцианидами полимера ПДМПХ, позволяют проводить определение содержания влаги в воздушной среде в диапазоне содержаний от 2 до 95 масс. % с относительной погрешностью не более 0,04.

5. Установленное время стабильного использования сенсорных элементов по назначению превышает 3 месяца.

Список литературы

1. Пат. 2184957 РФ. Датчик газообразного сероводорода и способ его изготовления / В. А. Кутвицкий, Л. П. Маслов, Х. Д. Мохаммед и др.; Моск. гос. академия тонкой хим. технологии им. М. В. Ломоносова: № 2001113921/28; заявл. 25.05.2001; опубл. 07.10.2002. Бюл. № 19.

2. Кутвицкий В. А., Сорокина О. В., Маслов Л. П. Гетероструктуры на основе висмутсодержащих оксидных фаз и их использование в целях аналитического контроля. М.: Изд. МИТХТ, 2012. 192 с.

3. Пат. 2372333 РФ. Способ получения поли-N,N-диметил-3,4-диметиленпирролидиний хлорида / М. И. Черкашин, Е. Я. Борисова, Н. Ю. Борисова и др.; ЗАО "АЛЬФА-ТЭК": № 2008132047/04; заявл. 06.08.2008; опубл. 10.11.2009. Бюл. № 31. 7 с.

4. Пат. 2541715 РФ. Способ формирования пленок, содержащих поли-N, N-диметил-3,4-диметиленпирролидиний цианид, на поверхности оксидных стекол / В. А. Кутвицкий, Л. П. Маслов, Е. Я. Борисова, Э. А. Несговорова; МИТХТ им. М. В. Ломоносова: № 2013145571/28; заявл. 11.10.2013; опубл. 20.02.2015. Бюл. № 5. 5 с.

5. Тананаев И. В., Сейфер Г. Б., Харитонов Ю. Я. и др. Химия ферроцианидов. М.: Наука, 1971. 320 с.

6. ГОСТ 6672—75. Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия. М.: Изд. стандартов, 1975. 9 с.

7. **ТУ 2-00221190-016—92.** Микрометры настольные моделей 03500, 03501, 03502, 03503.

8. Несговорова Э. А., Кутвицкий В. А., Маслов Л. П. Синтез гетероструктуры на основе ПДМПХ с целью использования в качестве сенсорных элементов для определения влажности воздушной среды // Сб. науч. статей: Химия и современность / Под ред. Ю. Ю. Пыльчиковой. Чебоксары: Чувашский гос. пед. ун-т, 2014. С. 59—60.

9. ГОСТ 9450—76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд. стандартов, 1993. 33 с.

10. ГОСТ 8.531—2002. ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: ИПК Изд. Стандартов, 2002. 11 с.

11. Несговорова Э. А., Кутвицкий В. А., Маслов Л. П. Синтез гетероструктуры на основе ПДМПХ с целью использования в качестве сенсорного элемента для определения влажности воздушной среды // Сб. статей VIII студенческой международной заочной научно-практической конференции "Молодежный научный форум: технические и математические науки". Москва, 2014. С. 56—67.

12. Накамото К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений: Пер. с англ. М.: Мир, 1991. 536 с.

13. Смит А. Л. Прикладная ИК-спектроскопия: основы, техника, аналитическое применение: Пер. с англ. М.: Мир, 1982. 328 с.

14. Купцов А. Х., Жижин Г. Н. Фурье-КР и Фурье-ИК спектры полимеров. М.: Физматлит, 2001. 656 с.

V. A. Kutvitsky¹, D. Sc., Professor, cutvolga@yandex.ru,

Moscow Technological University, Physical-Technological Institute, Moscow,

L. P. Maslov², Ph. D., Associate Professor, lp.maslov@yandex.ru, E. V. Mironova², Senior Lecturer,

mironova_ev@mitht.ru, E. Y. Borisova², D. Sc., Professor, Helen-bor714485@yandex.ru,

E. A. Nesgovorova², Student, ellfenok@yandex.ru, **A. V. Mushtanov²,** Student, mushtanovandrei@mail.ru, **M. A. Hodin²,** Student, makihodins@gmail.com,

Moscow Technological University, Institute of Fine Chemical Technologies, Moscow

Synthesis of a Heterostructure on the Basis of PDMPC for Determination of the Air Humidity

The authors propose a method for formation of a heterostructure on the basis of polydimetilpyrrolidine chloride (PDMPC) for its use as a sensor element for determination of the air humidity. They optimized the conditions for production of the sensitive layer, and determined its physical-chemical and metrological characteristics. Conclusions were made concerning the homogeneity of the sensitive layer, the metrological opportunities and stability of the sensor element.

Keywords: sensor, water soluble polymer, modified heterostructure, electroconductivity, moisture, sensitive layer, homogeneity, stability, ultrasonic scattering, microhardness and density of layer

Introduction

Humidity of the atmospheric air is a major parameter, which determines operability of numerous devices, machines and mechanisms; it influences meteo forecasting and the state of health of people. Therefore, development of the ways and tools for control of humidity of air at a different content of the water vapors is a necessary condition for any production process.

The sensors based on various heterostructures, including a matrix layer with a gas-sensitive material deposited on it, are promising for measurement of the air humidity [1, 2]. The role of the matrix element can be played by the single crystals, polycrystalline or vitreous phases, on the surface of which a receptor layer is formed, the functional properties of which vary depending on the structure of the gas environment contacting with the surface.

Such properties (of analytical signal) are often obtained due to the use of the easily measured electroconductivity of the layer surface of a heterostructure. The material for such a layer surface could be various polymeric materials, in particular, poly-N,N-dimetil-3,4-dimethylenepyrrolidine chloride (PDMPC) [3], the properties of which allow us to use simple technologies for reception of thin layers on the surface of the solid bodies.

Possibility of modification of these layers by the reagents creating active surface centers in the layer allows us to receive the receptor layers insoluble in the water, and possessing good strength properties and high sensitivity to the gas mixture components.

As the modifiers, forming the active centers in a layer and possessing a the big ionic radius of anion, necessary for the insolubility of the receptor layer on the basis of PDMPC, the anionic cyanoferrates can be used [4, 5] with various degrees of oxidation of the central ion of iron and various compositions of the coordination sphere: $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$ and $Na_2[Fe(CN)_5NO]$.

The aim of the given work is development of the gassensitive layers on the surface of PDMPC polymer by its modification by cyanoferrates of various compositions.

Experimental results and their discussion

As a substrate for the sensitive element a glass plate was used of $24 \times 24 \times 0.17$ mm [6] with copper electrodes fixed on it. On the received electrode system PDMPC was deposited by withdrawal from its water solution with a constant speed. The received surface was modified by ferricyanide (II) and (III) potassium: (K₄[Fe(CN)₆] and K₃[Fe(CN)₆]) or nitroprusside sodium (Na₂[Fe(CN)₅NO]) with the use of an ultrasonic scattering [4, 5].

Deposition of PDMPC solution on a substrate was carried out by withdrawal of it from the polymer water solution with a constant speed. The experimentally selected speed for this purpose was $2.5 \cdot 10^{-6}$ m/s, which made it possible to receive layers of the polymer with the thickness not more than 20 µm. The thickness of the film was calculated from its mass, density and the surface area, and also by direct measurements with the use of a micrometer 03500 [7]. It was established that the thickness of a film depends linearly on the concentration of the polymer in a solution (fig. 1). This allows us to control the thickness of a film during withdrawal of the polymer from the solution of the set concentration with an error of the film thickness not exceeding 0.5 µm.

On PDMPC films, obtained by withdrawal, one of the modifiers: $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$ or $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ was deposited by the ultrasonic scattering [4, 8].

For deposition of the selected modifier of the set mass on a PDMPC film the necessary duration of the ultrasonic scattering was determined. The results presented by fig. 2 show that the mass of the transferred modifier depends linearly on time. The calculated correlation factors are equal to 0.99. This points to a rather high level of reliability of deposition of the set mass of the modifier on PDMPC surface and allows us to control the correlation of the components.

Interaction of PDMPC with the modifiers proceeds in normal conditions: at the atmospheric pressure, 25 °C and natural illumination. In the presence of the modifiers the film becomes insoluble in water owing to the chemical interaction, with formation of a new polymeric phase (poly-N,N-dimetil-3,4-dimethylenepyrrolidine ferrocyanide (PDMPFc), which possesses a high level of adhesion to a glass surface. For removal of the surplus of the water phase the received structure was left in room conditions for 24 hours.

The composition of a new phase was determined by the physical — chemical analysis. In case of formation of any phase in the system on the composition-property diagram a maximum, a minimum or a break of dependence of property of the system on the composition appeared. The correlations of the masses of the reacting components under condition of interaction of one link of a polymer with a modifier molecule (mole relation of 1:1) are the following: ferricyanide (II) potassium to PDMPC — 2.3:1, ferricyanide (III) potassium to PDMPC 2.0:1, and nitroprusside sodium to PDMPC — 1.6:1.

Films as structural components should possess a set of certain characteristics, among which it is possible to single out the following: durability, density, uniformity and electric conductivity. Therefore, researches of these properties of the films were carried out at different modifier/polymer correlations of masses.

Research and analysis of the films' microhardness

Testing of the strength characteristics of the surface layers was done by measurement of their microhardness

by Vickers method [9]. The method consists in deposition on the tested surface of a print product received under action during a certain period of time of a static load, applied to a diamond pyramid with an angle of 136° between the facets. During the research of the films' microhardness the static load was equal to 100 g, the period of action of the load — 10 s.

The microhardness was defined as the relation of the rated load, applied to the diamond tip, to the reference area of the lateral surface of the received print [9].

In order to reveal the optimal correlation of the reagents during the film formation, samples were made with different correlations of the reagents. Their microhardness was measured by the described technique. The results presented in fig. 3 testify to the fact that the interaction of the components with formation of a new phase (PDMPFc) in all the cases occurs at the mole correlation of modifier/PDMPC components of 1:1. Thus, the microhardness can be used as a quantitative characteristic for estimation of the completeness of reaction during formation of the modified polymeric phase — PDMPC.

Estimation of the uniformity of films by the results of determination of the value of microhardness

The uniformity characteristic is an important indicator reflecting the state of a film's structure.

For estimation of the uniformity the films were used with the optimal correlation of the masses of components. The estimation of uniformity of films was done in accordance with GOST 8.531-2002 standard "GSI. Standard samples of composition of the monolithic and disperse materials. Methods of estimation of uniformity" [10]. As a result it was established, that the uniformity of the films modified by cyanides, in the field of the optimal correlations of components had a minimal value. In particular, in case of the film modified by ferricyanide (II) potassium the uniformity in relative units had 2.8 % at the correlation of K₄[Fe(CN)₆]/PDMPC masses of 2:1 (microhardness was equal to 45 N/mm^2). The characteristic of uniformity of 2.1 % (relative units) corresponded to the film with the same modifier at the correlation of masses of 2.3:1 (microhardness was equal to 58 N/mm^2). And for the film with the correlation of the modifier/polymer masses of 2.5:1 the characteristic of uniformity was equal to 2.4 % (relative units) (microhardness was equal to 56 N/mm²).

Estimation of the value of density of the modified films

Density is an important structurally-dependent characteristic, allowing to estimate the thickness of a film. The density of the modified films was measured by the hydrostatic weighing. At first, a substrate was weighed in the air and in water, than a ready sample was weighed [11]. The density was calculated according to the following formula:

$$\rho = m_{sl} \rho_l / (\Delta m_{se} - \Delta m_{gs}); \tag{1}$$

$$\Delta m = m_{air} - m_{water},\tag{2}$$

where m_{sl} — mass of the sensor layer, g; ρ_l — density of the liquid, in which weighing is done, g/cm³; Δm_{se} and Δm_{gs} — difference in masses during measurements in the air and in water of the sensor element and a glass substrate (before manufacturing of the sensor), accordingly, g.

For establishment of an optimal zone of the response of a sensor element, samples of the films with various correlations of masses of the reagents were made. By the specified technique their density was measured. By the results of measurement of the density of the films with various correlations of masses of the reagents the dependences were constructed of the density on a correlation of the modifier/PDMPC masses (fig. 4).

The received dependences show, that the maximal densities of the films correspond to the molar correlation of components of 1:1, which is within the results of the microhardness measurements.

Research of the modified films by IR method of spectroscopy

The nature of the new phase was studied by IR spectroscopy on EQUINOX 55 (BRUKER) IR Fourier spectrometer by the method of diffuse reflection. The results of the research of the structure of the components and products of interaction are presented in fig. 5–7 and in the table.

Analysis of spectra [12–14] shows, that the spectra of the products' reactions differ considerably from the initial spectrum of the polymer and have much in common among themselves. In particular, in the spectra of the products there is no strip of $880...800 \text{ cm}^{-1}$, corresponding, apparently, to the bond of N-Cl [12], typical for the initial polymer. At the same time, in the band of 400...500 cm^{-1} a strip of absorption appears, which can be connected with the bond of ion of iron and CN group, having a place in the structure of the selected modifiers. In the band of $900...1100 \text{ cm}^{-1}$ a strip of absorption appears, which, according to [12], can be explained by occurrence of N–CN bond. The group of intensive strips of absorption in the band of $2000...2150 \text{ cm}^{-1}$ is most likely connected with the valent fluctuations of group C=N appearing in the product of reaction, because a similar set of strips in this band is also observed in the initial ferrocyanides.

Thus, analysis of the IR spectra of components and reaction products testifies, that during interaction of PDMPC and modifiers in a water solution a formation takes place of a big negatively charged ion replacing chlorine in the structure of the initial PDMPC. This leads to deformation and change of conformation of a polymeric chain with formation of an insoluble and highly adhesive modified film on the surface of the dielectric substrates, the silicate glass, in particular.

Estimation of possibility of the use of the synthesized heterostructures for determination of the moisture content in the air environment

Electric conductivity was measured on E7-8 immittance meter (Caliber Co., Belarus) with an electronic indication of the results. The measurements of the moisture content in the air environment were done in the cells, ensuring the calculated humidity of the air environment, which was in equilibrium with the solutions of the high-purity sulfurous acid with the content of 7.5, 15, 30 and 45 wt. % [11].

The results of research of the specific electroconductivity of the sensor element with a receptor element based on PDMPC and modified by ferricyanides potassium and nitroprusside sodium at different air humidities are presented in fig. 8, 9. The character of the change of the specific electric conductivity depending on humidity of the air environment testifies to the adsorptive mechanism of interaction of the receptor layer with the controllable component of the air environment [2].

The tangent of the inclination angle of the trend corresponds to sensitivity (0.52 and 0.45) of the developed humidity sensors.

An important practical parameter of the sensitive element is the time of the response and relaxation, which, according to measurements, for all the investigated sensors were not more than 3 min. and not more than 60 s, accordingly.

Conclusion

It is possible to draw the following conclusions.

1. It was established, that during formation of the receptor layer on the surface of the oxide glasses by interaction of PDMPC and ferrocyanides a chemical reaction proceeded at the mole correlation of the components of 1:1.

2. It was demonstrated, that the best answer to the optimal correlation of the components was the extremum of the technical characteristic on the curve of its dependence on the correlation of the interacting components allowing to control the quality of the formed receptor layer.

3. The electric conductivity of the receptor layer in case of the optimal correlation of the components increased depending on the content of the water vapors in the air environment in accordance with the power law, which corresponded to the adsorptive mechanism of interaction of the defined component and the active centers of the receptor layer. 4. The synthesized sensor elements based on the receptor layer formed by the modified ferrocyanides of PDMPC polymer made it possible to determine the moisture contents in the air environment within the range from 2 up to 95 wt. % with a relative error not more than 0.04.

5. The established time of a stable use of the sensor elements in case of their proper use exceeded 3 months.

References

1. **Pat. 2184957 RF.** Datchik gazoobraznogo serovodoroda i sposob yego izgotovleniya. V. A. Kutvitsky, L. P. Maslov, H. D. Mohhamed i dr.; Mosk. gos. akademiya tonkoy him. tehnologii im. M. V. Lomonosova: \mathbb{N} 2001113921/28; zayavl. 25.05.2001; opubl. 07.10.2002. Byul. \mathbb{N} 19. (in Russian).

2. Kutvitsky V. A., Sorokina O. V., Maslov L. P. Geterostructury na osnove vismuthsoderzhaschyh oksidnyh faz i ih izpolzovaniye v tselyah analiticheskogo kontrolya, Moscow: Izd. MITHT, 2012. 192 p. (in Russian).

3. **Pat. 2372333 RF.** *Sposob polucheniya poli-N,N-dimetil-3,4-polidimetilpirrolidinii khlorida*. M. I. Cherkashin, E. Y. Borisova, N. U. Borisova i dr.; ZAO "ALPHA-TEK": № 2008132047/04; zayavl. 06.08.2008; opubl. 10.11.2009. Byul. № 31.7 p. (in Russian).

4. Pat. 2541715 RF. Sposob formirovaniya plenok, soderzhaschyh poli-N,N-dimetil-3,4-polidimetilpirrolidiniy tsianid, na poverhnosti oksidnyh stekol. V. A. Kutvitsky, L. P. Maslov, E. Y. Borisova, E. A. Nesgovorova; MITHT im. M. V. Lomonosova: № 2013145571/28; zayavl. 11.10.2013; opubl. 20.02.2015. Byul. № 5. 5 p. (in Russian).

5. Tananaev I. V., Sayher G. B., Haritonov Y. Y. i dr. *Himi-ya pherrotsyanidov*, Moscow: Nauka, 1971. 320 p. (in Russian).

6. **GOST 6672–75.** *Stekla pokrovnye dlya mikropreparatov. Tehnicheskiye usloviya*, Moscow, Izd. Standartov, 1975. 9 p. (in Russian).

7. TU 2-00221190-016—92. Mikrometry nastolniye modeley 03500, 03501, 03502, 03503. (in Russian).

8. **Nesgovorova E. A., Kutvitskiy V. A., Maslov L. P.** Sintez geterostructury na osnove PDMPH s tselyu ispolzovaniya v kachestve sensornyh elementov dlya opredeleniya vlazhosti vozdushnoy sredy, *Sb. nauch. statey: Himiya i Sovremennosť*, Pod. red. Y. Y. Pulchikovoy. Cheboksaru: Chuvashky gos. ped. un-t, 2014, pp. 59–60. (in Russian).

9. **GOST 9450–76.** *Izmereniye mikrotverdosti vdavlivaniem almaznyh nakonechnikov*, Moscow, Izd. Standartov, 1993. 33 p. (in Russian).

10. GOST 8.531–2002. GSI. Standartnye obraztsy sostava monolitnyh i disperstnyh materialov. Sposoby otsenivaniya odno-rodnosti, Moscow, IPK Izd. Standartov, 2002. 11 p. (in Russian).

11. Nesgovorova E. A., Kutvitsky V. A., Maslov L. P. Syntez geterostructury na osnove PDMPH s tselyu ispolzovaniya v kachestve sensornogo elementa dlya opredeleniya vlazhnosty vozdushnoy sredy, *Sb. statey VIII studencheskoy mezhdunarodnoy nauchno-practicheskoy konpheretsyy "Molodezhniy nauchniy forum: tehnicheskiye i matematicheskiye nauki"*. Moscow, 2014, pp. 56–67. (in Russian).

12. **Nakamoto K.** *IK-spektry i spektry KR neorganicheskih i koordinatsionnyh soedineniy.* Per. s angl. Moscow, Mir, 1991, 536 p. (in Russian).

13. **Smit A. L.** *Prikladnaya IK-spektroskopiya: osnovy, tehnika, analiticheskoe primeneniye*, Per. s angl. Moscow, Mir, 1982. 328 p. (in Russian).

14. **Kuptsov A. H., Zhizhin G. N.** *Furye-IK spektry polimerov.* Moscow, Fismatlit, 2001. 656 p. (in Russian).

Д. В. Крапухин, инж.-исследователь, d.krapukhin@gmail.com

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники Российской академии наук

МАЛОШУМЯЩИЕ УСИЛИТЕЛИ ДИАПАЗОНА 60 ГГц. ОБЗОР МИРОВЫХ КОММЕРЧЕСКИХ РАЗРАБОТОК

Поступила в редакцию 07.06.2016

Приведен анализ современного состояния развития коммерческих разработок малошумящих усилителей диапазона 60 ГГц. Данный диапазон характеризуется высокой степенью поглощаемости в атмосфере, но, несмотря на широкие перспективы создания приборов для этой полосы частот, в настоящее время доступно крайне малое число усилителей, при этом российские аналоги отсутствуют, что говорит о сложности разработки подобных монолитных интегральных схем (МИС). Отмечаются доминирующее положение арсенид-галлиевой технологии, что объясняется ее лидирующим положением в СВЧ электронике в целом, и перспективы перехода на нитрид-галлиевые гетероструктуры. Согласно проведенному анализу определены характеристики современных малошумящих усилителей данного диапазона.

Ключевые слова: НЕМТ, малошумящие усилители (МШУ), гетероструктуры, монолитные интегральные схемы (МИС), миллиметровый диапазон, приемо-передающие модули, коэффициент шума

Введение

Диапазон 60 ГГц характеризуется высокой степенью поглощаемости в атмосфере, что позволяет создавать не взаимодействующие друг с другом сети. Во многих странах мира этот диапазон признан безлицензионным и согласно принятым стандартам (в частности IEEE 802.11ad и ISO/IEC 13156) в данном частотном диапазоне будут создаваться локальные беспроводные сети. Перспективным является использование малошумящих усилителей (МШУ) в приемопередающих устройствах широкополосной внутрикомнатной связи, обеспечивающих высокоскоростную и скрытную передачу данных между электронными приборами.

Анализ доступных источников показал наличие на сайтах ряда производителей МШУ диапазона 60 ГГц. Разработка схем данного диапазона является сложной задачей как с технологической точки зрения, так и с точки зрения проектирования, поэтому число разработок невелико и они созданы крупнейшими производителями СВЧ электроники — TriQuint, United Monolithic Semiconductors, Hittite, Norden Millimeter, Sumitomo, RFlambda, Microsemi и *Dисоттип*. Характеристики найденных образцов на частоте 60 ГГц сведены в таблицу. У большинства усилителей в качестве материала гетероструктуры указан арсенид галлия. По достигнутым характеристикам остальных усилителей можно предположить, что они тоже изготовлены на арсениде галлия.

Основными величинами рассмотренных усилителей являются малосигнальный коэффициент усиления (*S21*) и коэффициент шума (*NF*). Характеристикой согласования будем считать коэффициент стоячей волны по напряжению (КСВН), который связан с уровнем обратных потерь следующей формулой:

$$\text{KCBH} = \frac{1+10^{-\frac{RL}{20}}}{1-10^{-\frac{RL}{20}}}$$

где *RL* (*Return Loss*) — входные или выходные обратные потери. При хорошем согласовании значение КСВН менее 2, что соответствует уровню обратных потерь менее -10.

Обзор малошумящих усилителей

В работе [1] описан трехкаскадный малошумящий усилитель компании *TriQuint* (TGA4600) для диапазона 57...65 ГГц (рис. 1, см. третью сторону обложки), построенный по 0,15 мкм рНЕМТ-технологии с использованием микрополосков и трехслойной металлизации. Коэффициент усиления достигает значения 13...14 дБ. Усилитель хорошо согласован по входу — КСВН входа равно 1,2 (по уровню обратных потерь входа -20 дБ), но значительно хуже согласован по выходу — КСВН выхода около 3 (по уровню обратных потерь выхода — 6). Коэффициент шума составляет около 4 дБ в рабочей полосе. Ток потребления составил 41 мА при напряжении питания 3 В. Размеры монолитной интегральной схемы (МИС) $1,62 \times 0,84$ мм.

Малошумящий усилитель японской компании *Sumitomo Electric Industries* (SEI) для диапазона 57...64 ГГц описан в работе [2] (рис. 2). Усилитель имеет три каскада, построен по микрополосковой технологии на гетероструктуре арсенида галлия. Коэффициент усиления составил 20...22 дБ в рабочей полосе и имеет хорошее согласование по входу и выходу (входные и выходные обратные потери



Рис. 2. Усилитель компании Sumitomo Electric Industries: внешний вид (a); зависимости S-параметров от частоты (b, c); зависимость коэффициента шума от частоты (d)

Fig. 2. Amplifier from Sumitomo Electric Industries Co.: external view (a) dependences of S-parameters on frequency (b, c), dependence of the noise factor on frequency (d)

Сводна	я таблица характеристик малошумящих усилителей на частоте 60 ГГц
	Characteristics of the low-noise amplifiers on frequency of 60 GHz

Производитель Manufacturer	Серийный номер <i>s/n</i>	Гетероструктура Heterostructure	Рабочая частота, ГГц Frequency, GHz	S ₂₁ , дБ S ₂₁ , dB	IRL, дБ IRL, dB	ORL, дБ ORL, dB	К _Ш , дБ NF, dB	Ток, мА <i>I, mA</i>	Напря- жение, В <i>Vd, V</i>
TriQuint [1] Sumitomo Electric Industries [2]	TGA4600 FMM5716X	GaAs pHEMT GaAs	5765 5764	13 22	$-20 \\ -10$	-6 -15	4 4,5	41 30	3 3
United Monolithic Semiconductor [3]	CHA2159	GaAs pHEMT	5565	20	-8	-10	4	115	3,5
United Monolithic Semiconductor [4]	CHA2157	GaAs pHEMT	5560	8	-4	-8	4,5	80	3,3
Microsemi [5]	MMA036AA	He указана Not specified	065	10,5	-28	-12	2,3*	85	4,5
Microsemi [5]	MMA035AA	He указана Not specified	065	—	—	—	4,5*	150	7
Microsemi [5]	MMA034AA	He указана Not specified	065	—	—	—	5,5*	250	8
Analog Devices (Hittite) [6]	HMC-ALH382	GaAs	5765	23	-12	-11	4,6	64	2,5
RF-LAMBDA [7]	R50G69GSA	He указана Not specified	5069	10,5	-14	-16	3,8	220	5
RF-LAMBDA [8]	R50G69GSB	He указана Not specified	5069	23	-11	-14	5-6	152	5
RF-LAMBDA [9]	R50G69GSC	He указана Not specified	5069	39	-7	-6	4	227	5
Ducommun [10] Ducommun [10]	ALN-61086015 ALN-61086030	GaAs pHEMT GaAs pHEMT	5765 5765	15 30	$-10 \\ -10$	$-10 \\ -10$	6 6	100 150	12 12

— приведено значение коэффициента шума на 20 ГГц (value of noise factor for 20 GHz); 21 — малосигнальный коэффициент усиления (low-signal amplification factor); *

 S_{21} — приводено защ S_{21} — малосигнальный коэффициент усиления (10% з.е., IRL (Input Return Loss) — входные обратные потери; ORL (Output Return Loss) — выходные обратные потери; NF (Noise Figure) — коэффициент шума ($K_{\rm III}$).



Рис. 3. Схема топологии (a) и зависимости S-параметров и коэффициента шума от частоты (b) малошумящего усилителя United Monolithic Semiconductors CHA2159

Fig. 3. Scheme of topology (a) and dependences of S-parameters and noise factor on frequency (b) of CHA2159 low-noise amplifier from United Monolithic Semiconductors Co.

составляют около –10 дБ, таким образом, КСВН по входу и выходу равен менее 2). Коэффициент шума составил 4,5...5 дБ. Ток потребления 30 мА при рабочем напряжении 3 В. Размеры кристалла 1,54×0,7 мм.

На рис. 3 схематично показан четырехкаскадный усилитель французско-германской компании United Monolithic Semiconductors [3]. Он построен по технологии рНЕМТ, имеет длину затвора 0,15 мкм и рабочий диапазон 55...65 ГГц. Усилитель относится к категории малошумящих, но одновременно позиционируется производителем и как усилитель мощности. Коэффициент усиления составляет около 20 дБ в рабочем диапазоне. Усилитель имеет хорошее согласование по выходу – КСВН выхода менее 2,1 (обратные потери менее -9 дБ) и немного хуже согласование по входу – КСВН входа равен 2,1...3 (по уровню обратных потерь от -6...-9 дБ). Уровень шума, заявленный производителем, составил 4...4,8 дБ. При рабочем напряжении 3,5 В ток потребления равен 115...150 мА. Габаритные размеры кристалла — 2,35×1,11 мм.

У компании United Monolithic Semiconductors есть еще один усилитель, построенный по технологии pHEMT, с длиной затвора 0,15 мкм, но двух-

каскадный и работающий в частотном диапазоне 55...60 ГГц [4] (рис. 4). Уменьшение числа каскадов положительно повлияло на размеры кристалла (1,71×1,04 мм), но при этом ожидаемо снизился коэффициент усиления — теперь он составляет около 10 дБ. При этом усилитель имеет не очень хорошее согласование по выходу (обратные потери выхода -8 дБ, что соответствует КСВН выхода, равного 2,3) и плохое согласование по входу (обратные потери -7...-4 дБ, что соответствует КСВН входа 2,6...4,4). Улучшился коэффициент шума, так, в большей части рабочего диапазона он составляет 3 дБ и лишь на частотах 58...60 ГГц резко возрастает до 4,5 дБ. Ток потребления составил 80...150 мА при напряжении питания 3,3...3,8 В.

Три образца широкополосных усилителей, работающих на частотах 0...65 ГГц, произведены компанией *Microsemi* [5]. Для общего доступа размещены характеристики только одного усилителя, работающего при наименьшем напряжении питания (4,5 В против 7...8 В у двух других). Он позиционируется как малошумящий и его характеристики показаны на рис. 5. Усилитель имеет не очень высокий коэффициент усиления — около 11 дБ, но хорошо согласован по входу и по выходу во всем диапазоне частот (обратные потери входа и выхода менее –10 дБ, т.е. КСВН входа и выхода менее 2). К сожалению, производителем не предоставлен график зависимости уровня шума от частоты, а указан лишь уровень шума на частоте 20 ГГц, он составил 2,3 дБ.

Компанией *Hittite (Analog Devices)* также разработан малошумящий усилитель в интересующем диапазоне (рис. 6). Усилитель состоит из четырех каскадов и изготовлен на гетероструктуре арсенида галлия, рабочий диапазон составил 57...65 ГГц [6]. Зондовые измерения на кристалле показали, что в



Рис. 4. Усилитель компании United Monolithic Semiconductors CHA2157: зависимости S-параметров от частоты (a) и зависимости коэффициента усиления по мощности и коэффициента шума от частоты (b)

Fig. 4. CHA2157 amplifier from United Monolithic Semiconductors Co.: dependences of S-parameters on frequency (a) and dependences of the amplification factor and noise factor on frequency (b)



Рис. 5. Зависимость S-параметров от частоты усилителя MMA036AA компании Microsemi

Fig. 5. Dependence of S-parameters on frequency of MMA036AA amplifier from Microsemi Co.

рабочем диапазоне частот коэффициент усиления составил 19...21 дБ, при хорошем согласовании входа и выхода усилителя (обратные потери менее –10 дБ, т. е. КСВН будет менее 2). Уровень шума составил 3,8...5 дБ. Производитель не показывает топологию усилителя, ограничившись размерами кристалла — 1,55×0,73 мм. Ток потребления — 115...150 мА при рабочем напряжении питания 2,5 В.

Три малошумящих усилителя для диапазона 50...69 ГГц разработаны компанией *RF-LAMBDA* [7—9]. Производитель не показывает топологию и размеры усилителей, а также по какой технологии их изготавливали. Усилители имеют серийные номера *R50G69GSA*, *R50G69GSB* и *R50G69GSC*, но

для краткости будем называть их по последней букве А, В и С соответственно. Характеристики усилителя А показаны на рис. 7, он имеет самый низкий коэффициент усиления около 11 дБ, но и самый низкий уровень шума — 3,8 дБ (графики измерений шума отсутствуют для всех усилителей, значения указаны в текстовом виде), при этом хорошо согласован по входу и по выходу (обратные потери — менее -10 дБ, КСВН — менее 2). Ток потребления равен 220 мА при напряжении питания 5 В. Усилитель В имеет более высокий коэффициент усиления — около 21 дБ, но и возросший уровень шума — до 5...6 дБ, при хорошем согласовании входа и выхода, КСВН — менее 2 (рис. 8). Усилитель имеет самый низкий ток потребления — менее 160 мА при напряжении питания 5 В. Усилитель С имеет еще более высокий коэффициент усиления — до 40 дБ, при уровне шума 4 дБ (рис. 9). Недостатком является согласование входа и выхода —

обратные потери — более —10 дБ, значение КСВН составило около 2,6. Ток потребления составил 227 мА при напряжении питания 5 В.

В документации указано, что при работе усилителей необходим теплоотвод.

Два МШУ диапазона 57...65 ГГц доступны у компании *Ducommun* [10]. На сайте производителя отсутствуют данные о топологии и графики характеристик, доступны лишь текстовые спецификации. Усилители построены по технологии рНЕМТ, имеют одинаковый коэффициент шума (6 дБ) и работают при одинаковом напряжении питания (12 В), отличаются лишь коэффициентами усиления и токами потребления. Так, МШУ с коэффициентом усиления 15 дБ имеет ток потребления 100 мА, а МШУ с коэффициентом усиления 30 дБ имеет ток потребления 150 мА. КСВН усилителя по входу и выходу равен 2.

Необходимо упомянуть о наличии целого перечня усилителей у компании *Norden Millimeter* (более 10 шт.) [11], однако доступны лишь результаты измерений основных параметров на нескольких частотах, поэтому эти усилители не указаны в таблице. Усилители для диапазона 40...60 ГГц имеют коэффициент усиления 10...50 дБ, при этом все имеют хорошее согласование, значение КСВН входа и выхода не превышает 2,5. Напряжение питания не указано, известны лишь токи потребления 80...700 мА. Доступны также усилители для диапазонов 59...61 ГГц и 50...75 ГГц с коэффициентом усиления 10...30 дБ и уровнем шума 4,5...6 дБ.



Рис. 6. Малошумящий усилитель компании Hittite (Analog Devices): зависимости S-параметров (a, b, c) и коэффициента шума (d) от частоты Fig. 6. A low-noise amplifier from Hittite Co. (Analog Devices): dependences of

S-parameters (a, b, c) and noise factor (d) on frequency



Fig. 8. Dependences of S-parameters on frequency of RF-LAMBDA R50G69GSB amplifier

НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 18, № 12, 2016 —

763

Fig. 9. RF-LAMBDA R50G69GSC low-noise amplifier: diagrams of

dependences of S-parameters on frequency

Заключение

По результатам анализа усилителей, размещенных на сайтах производителей, можно сделать следующие выводы.

- В диапазоне 60 ГГц доступно крайне малое число усилителей, при этом российские аналоги отсутствуют, что свидетельствует о сложности разработки схем данного диапазона.
- Доминирующее положение в найденных усилителях занимает арсенид-галлиевая технология, что можно объяснить ее наибольшей развитостью и ведущим положением на рынке СВЧ электроники в целом.
- Характеристиками мирового уровня можно считать коэффициент усиления 10...20 дБ, уровень шума 4...6 дБ, при хорошем согласовании входа и выхода. Ток потребления — 100...200 мА при напряжении питания 2,5...8 В. Средние размеры МИС составили около 1,5×1,5 мм.

Отсутствие отечественных разработок и особенности диапазона 60 ГГц делают разработку МИС данного диапазона необходимым направлением развития российской СВЧ электроники. Перспективным направлением для улучшения характеристик является использование вместо арсенида галлия гетероструктур на нитриде галлия, что позволит повысить выходную мощность и снизить уровень шума.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (соглашение о предоставлении субсидии № 14.607.21.0087, уникальный идентификатор проекта RFMEFI60715X0087).

Список литературы

1. **TriQuint**, TGA4600, 60 GHz Low Noise Amplifier, Product Datasheet. URL: http://www.triquint.com/products/p/TGA4600 (дата обращения 01.05.2016).

2. **Sumitomo** Electric Device Innovations Inc., FMM5716X, 60 GHz Low Noise Amplifier, Product Datasheet. URL: http://www.sedi.co.jp/data.jsp?version=en&database=wireless& id=6634&class=01020400 (дата обращения 01.05.2016).

3. United Monolithic Semiconductors, CHA2159, 55—65 GHz Low Noise / Medium Power Amplifier, Product Datasheet. URL: http://www.ums-gaas.com/all-products-selectionguide.php (дата обращения 01.05.2016).

4. United Monolithic Semiconductors, CHA2157, 55—60 GHz Low Noise / Medium Power Amplifier, Product Datasheet. URL: http://www.ums-gaas.com/all-products-selection-guide.php (дата обращения 01.05.2016).

5. **Microsemi** Corporation, MMA034AA; MMA035AA; MMA036AA, MMIC Selection Guide, Product Datasheet. URL: http://www.microsemi.com/products/mmic/low-noise-amplifiers (дата обращения 01.05.2016).

6. Analog Devices, Inc., HMC-ALH382, GaAs HEMT LOW NOISE, Product Datasheet. URL: http://www.analog.com/ en/products/amplifiers/rf-amplifiers/hmc-alh382-die.html (дата обращения 01.05.2016).

7. **RF-LAMBDA**, R50G69GSA, Low Noise Amplifier 50—69 GHz NF: 3.8 dB, Product Datasheet. URL: http:// www.rflambda.com/product_list.jsp?catalog=67 (дата обращения 01.05.2016).

8. **RF-LAMBDA**, R50G69GSB, Low Noise Amplifier 50—69 GHz, Product Datasheet. URL: http:// www.rflambda.com/product_list.jsp?catalog=67 (дата обращения 01.05.2016).

9. **RF-LAMBDA**, R50G69GSC, Low Noise Amplifier 50—69 GHz NF: 3.8 dB, Product Datasheet. URL: http:// www.rflambda.com/product_list.jsp?catalog=67 (дата обращения 01.05.2016).

10. **Ducommun** Incorporated, ALN-61086015; ALN-61086030, Low Noise Amplifier, Product Datasheet. URL: http://www.ducommun.com/engineeredsolutions/millimeterwa ve/amplifiers.aspx (дата обращения 01.05.2016).

11. Norden Millimeter. URL: http://www.nordengroup.com/ products/amplifiers/ (дата обращения 01.05.2016).

D. V. Krapukhin, Engineer-researcher, d.krapukhin@gmail.com Institute of Microwave Frequency Semiconductor Electronics, RAS

Low-Noise Amplifiers for 60 GHz Band: Review of the Commercial Developments

The article presents an analysis of the modern state of the commercially available 60 GHz low-noise amplifiers. This band is characterized by a high degree of absorptivity in the atmosphere, but, notwithstanding good prospects for development of the devices for this band, at the moment the number of the available amplifiers is extremely small, at that, there are no Russian analogues at all, which testifies to the complexity of development of such MIC. The authors analyze the dominant position of the gallium-arsenide technology, which can be explained by its leading position in the microwave electronics in general, and the prospects for transition to the gallium nitride heterostructures. As a result of the analysis, characteristics of the modern low-noise amplifiers of this band were determined.

Keywords: HEMT, low-noise amplifiers (LNA), heterostructures, monolithic integrated circuits (MIC), millimeter-wave band, RF modules, noise figure

Introduction

The band of 60 GHz is characterised by a high absorbability in the atmosphere, which makes it possible to create networks not interacting with each other. In many countries it is recognised as a license-free band, and, according to the accepted standards (IEEE 802.11ad and ISO/IEC 13156) the local wireless networks will be created in it. Use of the low-noise amplifiers (LNA) is promising in the transmitter-receiver devices of the broadband indoor communication, ensuring a high-speed and security data transfer between the electronic devices.

Analysis of sources demonstrates presence on the sites of some manufacturers of LNA in the 60 GHz band. Development of circuits in this band is compli-

cated from the point of view of designing and production technologies, therefore, the number of corresponding developments is not great and they are presented by the following major producers of the microwave electronics: *TriQuint, United Monolithic Semiconductors, Microsemi, Hittite, Norden Millimeter, Sumitomo, RFlambda, Microsemi and Ducommun.*

Characteristics of the found 60 GHz samples are presented in the table. The specified heterostructure material of most amplifiers is gallium arsenide. By the characteristics of the other amplifiers it is possible to assume, that they, too, are made on gallium arsenide.

The basic values of the considered amplifiers are the low-signal amplification factor (S21) and the noise factor (NF). As the coordination characteristic we will consider the voltage standing-wave ratio (VSWR), which is connected with the level of the return loss by the following formula:

$$VSWR = \frac{1+10^{-\frac{RL}{20}}}{1-10^{-\frac{RL}{20}}}$$

where RL (Return Loss) — input or output return losses. In case of a good coordination less than 2, which corresponds to the level of the return loss less than -10.

Review of the low-noise amplifiers

In [1] the three-stage low-noise amplifier (TGA4600) is described from TriQuint Co. for the band of 57...65 GHz (fig. 1, see the 3-rd side of the cover), designed by 0.15 μ m pHEMT technology with the use of microstrips and three-layer metallization. The amplification factor reaches the level of 13...14 dB. The amplifier is well coordinated by the input — VSWR of input equals to 1.2 (by the level of the return loss of input –20 dB), but is worse co-ordinated by the output — VSWR of the output is about 3 (by the level of the return loss of output –6). The noise factor is nearby 4 dB in the working band. Current consumption is 41 mA at the power supply voltage of 3 V. The dimensions of the monolithic integrated circuit (MIC) are 1.62×0.84 mm.

The low-noise amplifier from Japanese company Sumitomo Electric Industries (SEI) for the band of 57...64 GHz is described in [2] (fig. 2). The amplifier has 3 stages, and it is based on the microstrip technology on a gallium arsenide heterostructure. The amplification factor is 20...22 dB in the working band and it has good input — output coordination (the input — output return losses are about — 10 dB, thus, the input output VSWR are less than 2). The noise factor is 4.5 dB. Current consumption is 30 mA at the working voltage of 3 V. Dimensions of the crystal are 1.54×0.7 mm.

Fig. 3 presents a schematic view of a four-stage amplifier from the French-German company United Monolithic Semiconductors [3]. It is built by pHEMT technology, has the gate length of 0.15 μ m and the working band of 55...65 GHz. The amplifier belongs to the low-noise category, but its manufacturer positions

it as a power amplifier. Its amplification factor is about 20 dB in the working band. The amplifier is well-coordinated by the output — VSWR of the output is less than 2.1 (the return loss is less than 9 dB), while input coordination is somewhat worse — VSWR of the input is equal to 2.1...3 (by the level of the return loss — from -6 up to -9 dB). The noise level declared by the manufacturer is 4...4.8 dB. At the working voltage of 3.5 V the current consumption is equal to 115-150 mA. The crystal dimensions are 2.35×1.11 mm.

United Monolithic Semiconductors Co. has one more amplifier built by pHEMT technology with the gate length of 0.15 μ m, but a two-stage one, working in the frequency band of 55...60 GHz [4] (fig. 4). A smaller number of stages had a positive influence on the size of the crystal $(1.71 \times 1.04 \text{ mm})$, but expectedly decreased its amplification factor — it is about 10 dB. At that, the amplifier has not so good coordination on the output (the return loss of the output is -8 dB, which corresponds to VSWR of the output equal to 2.3) and poor coordination on the input (the return loss is from -7 up to -4 dB, which corresponds to VSWR of the input of 2.6...4.4). The noise factor was improved, so in most part of the working band it equals to 3 dB and only on frequencies of 58...60 GHz it increases sharply up to 4.5 dB. And the current consumption is - 80...150 mA at the voltage of the power supply of 3.3...3.8 V.

Three samples of the broadband amplifiers working on frequencies of 0...65 GHz were produced by Microsemi Co. [5]. Characteristics available for a public are only for one amplifier, which works at the lowest voltage of power supply (4.5 V against 7...8 V in case of the two other amplifiers). It is positioned as a low-noise amplifier, and its characteristics are presented in fig. 5. Its amplification factor is not so high — about 11 dB, but it is well coordinated on the input and output in all the range of frequencies (the return loss of input and output is less than -10 dB, that is, VSWR of the input and output is less than 2). Unfortunately, the manufacturer did not present a diagram of the dependency of the noise level on frequency, but specified only the noise level on frequency of 20 GHz, which was equal to 2.3 dB.

Hittite Co. (Analog Devices) developed a low-noise amplifier in the band of interest (fig. 6). It consists of four stages and it was manufactured on the gallium arsenide heterostructure with the working band of — 57...65 GHz [6]. The probe measurements on a crystal demonstrated that in the working range of frequencies the amplification factor was 19...21 dB, at a good coordination of the input and output of the amplifier (the return loss was less than -10 dB, i.e. VSWR would be less than 2). The noise level was 3.8...5 dB. The manufacturer did not present the topology of the amplifier, except for the dimensions of the crystal -1.55×0.73 mm. Current consumption was 115...150 mA at the working voltage of 2.5 V.

Three low-noise amplifiers for the band of 50...69 GHz were developed by RF-LAMBDA Co. [7–9]. The manufacturer does not show the topology

and sizes of the amplifiers, and the technology on the basis of which they were made. The amplifiers have serial numbers R50G69GSA, R50G69GSB and R50G69GSC, but for simplicity reason we will call them by their last letters: A, B and C. Characteristics of amplifier A are presented in fig. 7, it has the lowest amplification factor — about 11 dB, but the highest noise level -3.8 dB (diagrams of the noise measurements are not available for all the amplifiers, the values are presented in a text form), at that, it is very well coordinated by input and output (the return loss is less than -10 dB, VSWR is less than 2). The current consumption is equal to 220 mA at the power supply voltage of 5 V. Amplifier B has a higher amplification factor – nearby 21 dB, but also an increased noise level – up to 5–6 dB, at a good coordination of input and output, VSWR is less than 2 (fig. 8). It has the lowest current consumption - less than 160 mA at the power supply voltage of 5 V. Amplifier C has even higher amplification factor - up to 40 dB, at a noise level of 4 dB (fig. 9). Its drawback is the input and output coordination — the return loss exceeds -10 dB, VSWR is about 2.6, the current consumption is 227 mA at the power supply voltage of 5 V.

The documentation says that operation of the amplifiers requires a heat sink.

Two LNAs of 57...65 GHz band are available from Ducommun Co. [10]. On the site of the manufacturer there are no data about the topology and diagrams of characteristics, only text specifications are available. The amplifiers are based on pHEMT technology, have identical noise factor (6 dB) and work at the power supply voltage of 12 V, they differ only by the amplification factors and current consumption. Thus, LNA with the amplification factor of 15 dB has current consumption of 100 mA, while LNA with the amplification factor of 30 dB has current consumption of 150 mA. VSWR of the amplifier on the input and output is equal to 2.

It is necessary to mention a whole list of amplifiers from Norden Millimeter Co. (more than 10 pieces) [11], however, only the results of measurements of their key parameters on several frequencies are accessible, therefore, these amplifiers are not presented in the table. The amplifiers for the band of 40...60 GHz have amplification factor of 10...50 dB, at that, all of them have good coordination, VSWR of the input and output does not exceed 2.5. The voltage of the power supply is not specified, information is available only about the current consumption — 80...700 mA. There are also amplifiers for the bands of 59...61 GHz and 50...75 GHz with the amplification factor of 10...30 dB and noise level of 4.5...6 dB.

Conclusion

By the results of the analysis of the amplifiers placed on the manufacturers' sites it is possible to draw the following conclusions.

• In the band of 60 GHz very few amplifiers are available, while the Russian analogues are absent, which testifies to the complexity of development of the circuits for the given band.

- The dominant position is occupied by arsenide-gallium technology, which can be explained by its greatest development and the leading position in the market of the microwave electronics as a whole.
- It is possible to consider as characteristics of the world level the amplification factor of 10...20 dB, noise level of 4...6 dB, at a good coordination of the input and output, current consumption of 100...200 mA at the voltage of power supply of 2.5...8 V. Average dimensions of MIC are about 1.5 × 1.5 mm.

Absence of domestic developments and specific features of 60 GHz band make MIC of the given band an important direction in development of the Russian microwave electronics. A promising way to improve the characteristics is the use of gallium nitride heterostructures instead of gallium arsenide, which will allow us to raise the output power and to lower the noise level.

The work was done with the financial support of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (grant agreement $N_{\rm P}$ 14.607.21.0087, the unique project identifier — RFMEFI60715X0087).

References

1. **TriQuint**, TGA4600, 60 GHz Low Noise Amplifier, Product Datasheet, available at: http://www.triquint.com/products/p/TGA4600 (accessed 01.05.2016).

2. *Sumitomo Electric Device Innovations* Inc., FMM5716X, 60 GHz Low Noise Amplifier, Product Datasheet, available at: http://www.sedi.co.jp/data.jsp?version=en&database=wireless& id=6634&class=01020400 (accessed 01.05.2016).

3. United Monolithic Semiconductors, CHA2159, 55–65 GHz Low Noise / Medium Power Amplifier, Product Datasheet, available at: http://www.ums-gaas.com/all-products-selectionguide.php (accessed 01.05.2016).

4. United Monolithic Semiconductors, CHA2157, 55–60 GHz Low Noise / Medium Power Amplifier, Product Datasheet, available at: http://www.ums-gaas.com/all-products-selectionguide.php (accessed 01.05.2016).

5. *Microsemi* Corporation, MMA034AA; MMA035AA; MMA036AA, MMIC Selection Guide, Product Datasheet, available at: http://www.microsemi.com/products/mmic/low-noise-amplifiers (accessed 01.05.2016).

6. *Analog Devices, Inc., HMC-ALH382, GaAs HEMT LOW NOISE*, Product Datasheet, available at: http://www.analog.com/en/products/amplifiers/rf-amplifiers/hmc-alh382-die.html (accessed 01.05.2016).

7. *RF-LAMBDA*, *R50G69GSA*, Low Noise Amplifier 50– 69 GHz NF: 3.8 dB, Product Datasheet, available at: http:// www.rflambda.com/product_list.jsp?catalog=67 (accessed 01.05.2016).

8. *RF-LAMBDA*, *R50G69GSB*, Low Noise Amplifier 50– 69 GHz, Product Datasheet, available at: http://www.rflambda.com/product_list.jsp?catalog=67 (accessed 01.05.2016).

9. *RF-LAMBDA*, *R50G69GSC*, Low Noise Amplifier 50– 69 GHz NF: 3.8 dB, Product Datasheet, available at: http:// www.rflambda.com/product_list.jsp?catalog=67 (accessed 01.05.2016).

10. **Ducommun** Incorporated, ALN-61086015; ALN-61086030, Low Noise Amplifier, Product Datasheet, available at: http:// www.ducommun.com/engineeredsolutions/millimeterwave/amplifiers.aspx (accessed 01.05.2016).

11. *Norden Millimeter*, available at: http://www.norden-group.com/products/amplifiers/ (accessed 01.05.2016).

УДК 531.78.084.2

Р. М. Печерская, д-р техн. наук, проф.,
ФГБОУ ВПО "Пензенский государственный университет",
И. В. Волохов, канд. техн. наук, гл. технолог, e-mail: volohov@niifi.ru,
С. А. Гурин, нач. лаб., e-mail: teslananoel@rambler.ru,
Ф. А. Абдуллин, инженер-конструктор, e-mail: farhad_58@mail.ru
АО "Научно-исследовательский институт физических измерений", г. Пенза

SIC В КАЧЕСТВЕ ИЗОЛЯЦИОННОГО СЛОЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ЭЛЕМЕНТА ТЕНЗОМЕТРИЧЕСКОГО ДАТЧИКА ДАВЛЕНИЯ ДЛЯ ОСОБО ЖЕСТКИХ УСЛОВИЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ

Поступила в редакцию 27.04.2016

Рассматриваются механизмы возникновения дефектов в тонкопленочной структуре тензорезистивной пленки датчика давления, работающего в жестких условиях эксплуатации. Предложены новые конструктивно-технологические решения чувствительных элементов на основе новых функциональных слоев, позволяющие повысить стойкость тензорезисторов к перегрузкам. Представлены технология изготовления чувствительного элемента с изоляцией из карбида кремния и методика определения стойкости тензорезисторов к повышенным температурным нагрузкам.

Ключевые слова: тонкопленочная структура, технология изготовления, чувствительный элемент, особо жесткие условия эксплуатации, теплопроводность

Введение

Интегральные тензометрические металлопленочные датчики давления (ИТМДД) специального назначения получили широкое распространение в информационно-измерительных и управляющих системах для жестких условий эксплуатации [1]. Они обладают высокой линейностью функции преобразования и отличаются простотой конструкторских решений. В процессе эксплуатации ИТМДД наряду с воздействием основного измеряемого параметра — давления — подвергаются одновременному влиянию большого числа дестабилизирующих факторов (температура, термоудары, перепады давления, вибрация, изменение напряжения питания и т.п.), которые могут исказить истинную информацию о поведении объекта и вывести значение выходного сигнала за рамки, заданные в технических условиях. Такие воздействия приводят к параметрическим отказам, когда происходит неравномерное изменение электрофизических характеристик, и к катастрофическим отказам в случае выгораний элементов схемы и короткого замыкания. Одной из наиболее возможных и существенных причин отказа является разрушение пленочных элементов при протекании постоянного тока большой плотности вследствие электродиффузионных (электромиграционных) процессов. Именно поэтому актуальным является изучение свойств тонкопленочных гетерогенных структур, исследование их поведения при изготовлении и эксплуатации, а также поиск новых вариантов конструктивно-технологических решений чувствительных элементов (ЧЭ) на основе новых функциональных слоев, позволяющих повысить стойкость тензорезисторов к повышенным нагрузкам.

Теоретическая часть

На сегодняшний день массовое распространение для ЧЭ ИТМДД получила тонкопленочная гетерогенная структура "металл-диэлектрик-металл", где в качестве подложки выступает упругий элемент из металлического сплава определенной геометрической формы, диэлектриком служит моноокись кремния с адгезионным подслоем хрома, тензорезисторы изготавливают из сплава Х20Н75Ю, а контактные площадки выполнены на основе золота с подслоем ванадия [2]. Формирование резистивных пленок нанометровых размеров (порядка 80 нм) происходит в вакууме и носит неуправляемый характер, при этом напыление осуществляется за доли секунд. Структура полученных пленок во многом предопределяет стабильность выходных параметров ИТМДД, поэтому немаловажно учитывать технологические условия получения, зависящие от материалов пленки и подложки, температуры осаждения, наличия молекул остаточных газов в вакуумной камере. Исследования, посвяшенные поиску причин возникновения нестабильности параметров ИТМДД, раскрывают механизмы функционирования изменяющейся во времени внутренней структуры схемы, рекристаллизации тонких пленок, влияния подложки на морфологию и электрофизические параметры пленки. Так, нестабильность и локальные выгорания резистивных пленок значительно зависят от температуры, внутренних дефектов, степени развитости рельефа, включая наличие неоднородности поверхности подложки. При исследовании тонкопленочных гетероструктур их нельзя рассматривать как однородные идеально ровные прилегающие слои диэлектрика с тензорезисторами и контактными площадками. Поверхность полированного упругого элемента неоднородна. Это объясняется наличием в материале упругого элемента неметаллических включений в виде карбонитридов титана, имеющих твердость намного выше основного сплава. После полировки они либо выпадают полностью, оставляя за собой раковины, либо остаются в виде пиков. На рис. 1 (см. четвертую сторону обложки) представлено схематическое изображение дефектов подложки (рис. 1, *a*) и трехмерное изображение сканированной части поверхности подложки реального ЧЭ, выполненное на оптическом микроскопе Hirox 7700 (рис. 1, *b*).

Дефекты полированной поверхности запыляются диэлектрической пленкой, образуя места с утонениями и утолщениями, которые впоследствии заполняются тензорезистивным слоем (рис. 2). Это приводит к появлению неравномерного канала проводимости в последнем.

При воздействии на тензосхему повышенных токовых нагрузок наблюдается вскрытие этих дефектов в виде выгорания отдельных участков тензорезистора (рис. 3, см. четвертую сторону обложки).

Внешний вид дефектов в тензорезистивной пленке и контактной площадке показывает, что выгорание (испарение) тонких пленок происходит по окружности, так что обнажается диэлектрическая пленка. Толщина резистивной и контактной



Рис. 2. Характерные дефекты подложки из полированного сплава, проявляющиеся в тонкопленочной структуре: a — схематическое изображение; b — фотография, сделанная с помощью РЭМ *Fig. 2. Characteristic defects of a substrate from a polished alloy, revealed in a thin-film structure:* a — *scheme;* b — *photo made by means of REM*



Рис. 4. Схематическое изображение неоднородности (дефекта) в плоскости резистивного слоя: 1 — зона разогрева тонкой резистивной пленки; 2 — зона дефекта в пленке, $r_{\rm A}$ — текущая координата радиуса дефекта, E_1 — напряженность электрического поля в тонкой пленке в зоне дефекта

Fig. 4. Heterogeneity (of defect) in the plane of the resistive layer: 1 - z one of warming up of a thin resistive film; 2 - d effect zone in the film, $r_{\partial} - c$ urrent co-ordinate of the radius of defect, $E_1 - i$ intensity of the electric field in the thin film in the defect zone

пленок меньше толщины пленки диэлектрика, кроме того, температуры плавления и возгонки никель-хромового сплава, ванадия и золота значительно ниже, чем температура плавления SiO. Характер дефектов может свидетельствовать о значительном градиенте температур в местах утонений пленки между центром зоны разрушения и ее периферией.

Для определения причин выгорания частей тонкопленочного тензорезистора рассмотрим физическую модель, в которой дефект имеет цилиндрическую форму (рис. 4) с осью, перпендикулярной плоскости подложки [3]. Практический пример решения такой краевой задачи для эпитаксиальных слоев, в которых дефекты роста имеют цилиндрическую форму, хорошо представлен в работах [4—6]. Отсюда следует, что наличие в пленке дефектных по электрической проводимости областей приводит к возникновению между центром и границей дефекта перепадов температур, которые описываются следующим выражением:

$$T_{1}(r_{\rm d} - R_{\rm d}, \phi = 0) - T_{2}(r_{\rm d} = 0) = \frac{\sigma_{r} E_{1x}^{2} R_{\rm d}^{2}}{4\lambda_{1}} - \frac{\sigma_{r} - \sigma_{d}}{8\lambda_{1}} \left(\frac{2\sigma_{r}}{\sigma_{r} - \sigma_{d}} E_{1}\right)^{2} R_{\rm d}^{2} - \frac{\sigma_{d} R_{\rm d}^{2}}{2\lambda_{2}} \left(\frac{2\sigma_{r}}{\sigma_{d} - \sigma_{r}} E_{1}\right)^{2}, \quad (1)$$

где $R_{\rm d}$ — наибольший радиус дефекта; σ_r ; σ_d — электрические проводимости тонкой резистивной пленки и зоны дефекта; λ_1 , λ_2 — коэффициенты теплопроводности тонкопленочной гетероструктуры и зоны дефекта; E_1 , E_2 — напряженности электрического поля в первой и второй зонах дефекта соответственно; φ — текущая угловая координата.

Если под дефектом понимать неоднородность поверхности подложки, и связанный с этим ло-

кальный скачок толщины резистивной пленки в зоне дефекта аналогичен тому, что изображен на рис. 4, то можно допустить, что электрические проводимости пленки и дефектной зоны равны $\sigma_r = \sigma_d = \sigma_{of}$. В этом случае выражение (1) примет следующий вид:

$$T_1(r_{\rm p} - R_{\rm p}, \phi = 0) - T_2(r_{\rm p} = 0) = \frac{\sigma_r E_{1x}^2 R_{\rm p}^2}{2\lambda_1}.$$
 (2)

Локальные перепады температур в зонах дефективности тензорезистивной пленки, возникающие при повышенных удельных мощностях, в случае критических условий приводят к разрушению части тензорезистора. Это характеризует напряженный температурный режим в местах сильных утонений резистивной пленки. Эксплуатационные условия в виде изменения температурных потоков и деформации мембраны создают дополнительные факторы риска, влияющие на стабильность параметров.

Для совершенствования датчиков в целях получения нового класса приборов, эксплуатируемых в особо жестких условиях, необходимы решения, связанные с изменением тонкопленочной гетерогенной структуры, характеристики которой определяют характер изменения параметров датчика. Целью настоящей статьи является доказательство возможности применения альтернативного материала изоляционного слоя с определенными физическими свойствами, позволяющими обеспечить временную и температурную стабильность параметров интегральных тензорезисторных схем при особо жестких условиях эксплуатации.

Методика эксперимента

Основным диэлектрическим материалом в ИМТДД, подвергаемым значительным деформациям (до $2,0 \times 10^{-3}$) и другим влияющим эксплуатационным условиям, является моноокись кремния (SiO). В работах [7, 8] представлены преимущества тонких пленок диэлектрика из моноокиси кремния SiO при применении их в конструкции ИТМДД.

Недостатками SiO являются зависимость параметров пленок от термомеханических напряжений, существующих в них непосредственно после напыления, а также низкое значение теплопроводности (1,38 Вт/(м · K). Осаждение SiO на упругие элементы ИТМДД приводит к значительному снижению теплопроводности структуры. Так, в работе [9] отмечено, что путем глазурования керамики боросиликатным стеклом ее теплопроводность снижается на порядок. Для облегчения теплоотвода от элементов сформированной схемы при повышенных удельных мощностях электрических нагрузок, связанных с изменением напряжения питания, термоударами и другими воздействующими факторами, авторы предлагают использовать в качестве изолятора карбид кремния (SiC). SiC имеет высокую теплопроводность, радиационную стойкость (до 10^{16} нейтронов/см²), высокую химическую стойкость в кислотах и щелочах (до 450 °C), обусловливающую стойкость материала в агрессивных средах. Кроме того, высокие значения упругих свойств SiC немаловажны при использовании его в тензометрии.

Технология получения пленки SiC с заданными диэлектрическими параметрами реализована на установке вакуумного плазменного напыления *Amod* методом ВЧ магнетронного распыления с предварительной откачкой до глубокого вакуума, с обработкой поверхности подложки и самой растущей пленки ионным источником для увеличения ее сплошности [10].

Экспериментальные исследования осуществлены на образцах ЧЭ ИТМДД со сформированными диэлектрическими пленками SiC методом ВЧ магнетронного распыления и пленками SiO - методом термовакуумного испарения по стандартной технологии. Теплоотвод оценивали подбором оптимальных режимов подгонки тензорезисторов в целях выравнивания их номиналов для выполнения условия балансировки тензомоста ($U_0 \approx 0$ мВ). Подгонку осуществляли путем разогрева (выжигания) внешней части тонкопленочного тензорезитора сфокусированным лучом лазерного излучателя (рис. 5, см. четвертую сторону обложки) на автоматизированной установке лазерной подгонки тонкопленочных резисторов МЛ5-1, оснащенной лазерным излучателем RL-10Q с возможностью регулирования мощности.

Режимы лазерной подгонки для тензорезисторов с диэлектрическими пленками SiO и SiC представлены в таблице.

Видно, что при проведении подгонки тонкопленочных тензорезисторов с диэлектрической пленкой SiC требуются бо́льшая мощность и время воздействия, чем с диэлектрической пленкой SiO. Это свидетельствует о повышении устойчивости тензорезисторов к перегреву в связи с высокой теплопроводностью SiC.

Разница температур в тонкопленочной структуре тензорезистор — диэлектрическая пленка можно описать следующим выражением:

$$\Delta T = \frac{lQ}{\lambda S},$$

Технологические режимы лазерной подгонки Technological modes of laser adjustment

№ элемента	Диэлектриче-	Мощность	Время
<i>№ of the</i>	ский слой	лазера, Вт	воздействия, с
<i>element</i>	Dielectric layer	Laser power, W	Operating time, s
4544	SiO	0,5	5
4545	SiC	5	20

769

где Q = UI — мощность рассеяния; l — характерный размер структуры; S — площадь тензорезистора.

С учетом различия в теплопроводности между диэлектрическими слоями гетерогенной структуры и при равенстве всех прочих условий (геометрические размеры ЧЭ, электрические параметры), можно оценить, насколько отличаются перепады температур в той и другой структуре.

Заключение

Представленные исследования показывают возможность применения изоляционного слоя SiC в качестве материала, позволяющего повысить эксплуатационные характеристики датчиков, используемых для контроля параметров энергетических установок в особо жестких условиях.

Список литературы

1. Волохов И. В. Технологические методы повышения надежности тонкопленочных тензорезисторных датчиков давления // Сб. докл. научно-технической конференции "Актуальные проблемы ракетно-космического приборостроения и информационных технологий" 21—23 июня 2007 г. Москва. ФГУП "РНИИ КП".

2. Волохов И. В., Зеленцов Ю. А. Опыт разработки технологии тонкопленочных тензорезисторных датчиков давления // Приборы и системы управления. 1990. № 10. С. 41—42.

3. Волохов И. В. Технологические методики повышения стабильности параметров тонкопленочных тензорезисторных датчиков давления. Дисс. на соиск. уч. степ. канд. тех. наук. Пенза. 2008.

4. Симаков С. В. Критерии оценки работоспособности резистивных материалов при высоких удельных нагрузках // Сб. докл. МНТК "Материалы для пассивных радиоэлектронных компонентов", Пенза, 2005. С. 93—98.

5. Асриянц Г. С., Кравчун С. Н., Третьякова О. Н. Теплоперенос в тонкой пленке с изменяющимися тепловыми свойствами в условиях периодического нагрева // Электронный журнал "Труды МАИ". 2006. № 25.

6. Глушков Е. А., Резцов В. Ф., Тузовский А. М., Эркенов Н. Х. Задача о неоднородном распределения температуры на включениях при стационарном нагреве неоднородных полупроводниковых слоев током // Электронная техника. Сер. Материалы. 1985. Вып. 2 (201). С. 64—70.

7. Мокров Е. А., Педоренко Н. П., Семенов В. А. Особенности проектирования металлопленочных тензорезисторных датчиков давления // Радиотехника. 1995. № 10. С. 16—17.

8. **Тихоненков В. А., Тихонов А. И.** Теория, расчет и основы проектирования датчиков механических величин. Ульяновск: Изд-во Ульяновского гос. ун-та, 2000. 452 с.

9. Коледов Л. А., Волков В. А., Докучаев Н. И. и др. Конструирование и технология микросхем. Курсовое проектирование: учеб. пособие для вузов. М.: Высшая школа, 1984. 231 с.

10. Гурин С. А., Печерская Р. М. Особенности технологии получения структуры "нитрид алюминия на карбиде кремния" для чувствительного элемента // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2014. № 1. С. 46—53.

R. M. Pecherskya, D. Sc., Professor, Penza State University, **I. V. Volokhov**, Chief Technologist volohov@niifi.ru, **S. A. Gurin**, Chief of Laboratory, teslananoel@rambler.ru,

F. A. Abdullin, Design Engineer, farhad_58@mail.ru, Research Institute of Physical Measurements, Penza.

SiC as an Insulating Layer for the Sensitive Element of the Tensometric Pressure Sensors Operating in Severe Conditions

The authors examine the origin of defects in the structure of the piezoresistive thin-film pressure sensors operating in a harsh environment. They offer new design — technological solutions for the sensitive elements on the basis of new functional layers, which make it possible to increase the resistance of the tensoresistors to overstrains. They present a technology for manufacture of a sensitive element with insulation of silicon carbide and a method for determination of the resistance of the tensoresistors to high temperatures.

Keywords: thin film structure, manufacturing technology, sensitive element, severe operating conditions, stability

Introduction

Integrated tensometric metal-film pressure sensors (ITMPS) are widely applied in the information-measuring and control systems intended for operation in severe conditions [1]. They are distinguished by high linearity of the transformation function and simplicity of solutions. During operation of ITMPS, besides the influence of the key parameter — pressure — they are subjected to a big number of destabilizing factors (temperature, thermal blows, pressure differences, vibration, change of voltage of the power supply, etc.), which can deform information concerning behavior of an object and bring the value of the output signal beyond the limits set in the technical specifications. Such influences lead to parametrical failures, when a non-uniform change of the electrophysical characteristics takes place, and to catastrophic breakdowns in case of burning-out of the circuit elements and a short circuit. One of the possible causes of a failure is destruction of the film elements during passing of a direct current of high density due to the electrodiffusion (electromigratory) processes. Therefore, very topical is studying of the properties of the thin-film heterostructures, of their behavior during manufacturing and operation, search for new solutions concerning the sensitive elements (SE) based on new functional layers, allowing us to improve the tensoresistors' resistance to strains.

Theoretical part

In SE ITMPS most widely applied is the "metal-dielectric-metal" thin-film heterogeneous structure, in which the role of the substrate is played by an elastic element from a metal alloy of a certain geometrical form, the dielectric is silicon monoxide with an adhesive sublayer of chrome, the tensoresistors are made of X20H75U alloy, and the contact platforms are on the basis of gold with a sublayer of vanadium [2]. Formation of the resistive films of the nanometer sizes (about 80 nm) occurs in vacuum and has uncontrollable character, at that, a deposition is carried out in split of a second. The structure of the films in many respects predetermines the stability of the ITMPS output parameters, therefore, it is important to take into account the conditions of reception, depending on the materials of the film and the substrate, temperature of deposition, and presence of the residual gases in the vacuum chamber. The works devoted to the search for the reasons of instability of ITMPS parameters reveal the mechanisms of functioning of the changing in time scheme of the internal structure, of recrystallization of the thin films, influence of a substrate on their morphology and the electrophysical parameters. Thus, the instability and local burning out of the resistive films depend considerably on the temperature, internal defects, degree of development of the relief, including presence of the heterogeneity of the substrate surface. The thin-film heterostructures during their research cannot be considered as homogeneous, ideally equal adjoining layers of a dielectric with the tensoresistors and contact platforms. The surface of a polished elastic element is not uniform. This is explained by the presence in the material of an elastic element of nonmetallic inclusions in the form of titanium carbonitrides, which are much harder than the basic alloy. After polishing they drop out completely, leaving shells, or stay in the form of peaks. Fig. 1 (see the 4-th side of the cover) presents an image of the defects of a substrate (fig. 1, a) and a three-dimensional image of the scanned part of the substrate surface of a real SE, made on Hirox 7700 microscope (fig. 1, b).

The defects of the polished surface are dusted with a dielectric film, forming places with thinnings and thickenings, filled with a tensoresistive layer (fig. 2). This results in occurrence of a non-uniform channel of conductivity in the latter.

Under the influence of the heightened current loads on the tensocircuit these defects in the form of burning out of separate tensoresistor sites (fig. 3, see the 4-th side of the cover) are revealed.

Appearance of the defects in the tensoresistive film and contact platform testifies to the fact that burning out (evaporation) of the thin films occurs on a circle, exposing a dielectric film. Thickness of the resistive and contact films is less than that of the dielectric film, besides, the temperature of fusion and sublimation of the nickel-chromic alloy, vanadium and gold is much lower, than the temperature of fusion of SiO. The character of the defects may testify to a gradient of temperatures in the places of the films' thinnings between the centre of the destruction zone and its periphery.

For determination of the reasons for burning out of parts of a thin-film tensoresistor we will consider a model, in which a defect has a cylindrical form (fig. 4) with an axis perpendicular to the plane of the substrate [3]. A practical example of a solution to such edge problem for the epitaxial layers, in which the growth defects have cylindrical forms, is well presented in [4–6]. From here it follows, that presence in a film of the defective (by electric conductivity) areas leads to occurrence of the temperature differences between the centre and the border of the defect, which are described by the following expression:

$$T_1(r_{\pi} - R_{\pi}, \varphi = 0) - T_2(r_{\pi} = 0) = \frac{\sigma_r E_{1x}^2 R_{\pi}^2}{4\lambda_1} - \frac{\sigma_r - \sigma_d}{8\lambda_1} \left(\frac{2\sigma_r}{\sigma_r - \sigma_d} E_1\right)^2 R_{\pi}^2 - \frac{\sigma_d R_{\pi}^2}{2\lambda_2} \left(\frac{2\sigma_r}{\sigma_d - \sigma_r} E_1\right)^2, \quad (1)$$

where $R_{\rm m}$ — the greatest radius of defect, σ_r , σ_d — electric conductivities of the thin resistive film and defect zone; λ_1 , λ_2 — thermal-conductivity coefficients of the thin-film heterostructure and defect zone; E_1 , E_2 — intensities of the electric field in the first and second defect zones, accordingly; φ — the current angular coordinate.

If we understand a defect as heterogeneity of the substrate surface and the related local leap of the thickness of the resistive film in the defect zone is similar to the one presented in fig. 4, it is possible to assume, that the electric conductivities of the film and the defective zone are equal to $\sigma_r = \sigma_d = \sigma_{o6}$. In this case expression (1) will be the following:

$$T_1(r_{\rm p} - R_{\rm p}, \phi = 0) - T_2(r_{\rm p} = 0) = \frac{\sigma_r E_{1x}^2 R_{\rm p}^2}{2\lambda_1}.$$
 (2)

The local temperature differences in the zones of defectiveness of the tensoresistive films at higher specific powers in case of critical conditions lead to a partial destruction of the tensoresistor. This characterizes an intense temperature mode in the places of strong thinnings of the resistive film. The operational conditions in the form of the temperature change flows and membrane deformation create additional risks influencing the stability of the parameters.

For improvement of the sensors with a view to obtain a new class of the devices operated in severe conditions we need solutions connected with a change of the thin-film heterogeneous structure, the characteristics of which define the character of the change of the parameters of a sensor. The aim of the article is to prove feasibility of application of an alternative material for the insulation layer with certain physical properties, allowing to ensure time and temperature stability of the parameters of the integral tensoresistive circuits.

Methods of the experiment

The basic dielectric material in ITMPS, subjected to considerable deformations (up to 2.0×10^{-3}) and to other influencing operational conditions, is silicon monoxide (SiO). In [7, 8] the advantages of the thin films from SiO dielectric and of their application in ITMPS are presented.

The drawbacks of SiO are dependence of the films' parameters on the thermomechanical tensions in them directly after dusting, and also a low heat conductivity $(1.38 \text{ W/(m \cdot K)})$. Deposition of SiO on ITMPS elastic elements leads to a considerable decrease of the structure's heat conductivity. Thus, in [9] it was pointed out, that heat conductivity of the ceramics enameled by borosilicate glass decreases roughly 10 times. In order to make the heat sink of the elements of the formed scheme more efficient at the raised specific capacities of the electric loads connected with the changes of the power supply, thermal blows and other factors, the authors suggest to use silicon carbide (SiC) as an insulator. SiC has high heat conductivity, radiation resistance (up to 10^{16} neutrons/cm²), high chemical resistance in acids and alkalis (up to 450 °C), which determines firmness of the material in the hostile environments. Besides, high elastic properties of SiC are important for its use in strain metering.

The technology for obtaining of a SiC film with the set dielectric parameters was realized on *Amod* installation of vacuum plasma deposition by the method of RF magnetron sputtering with pre-pumped to high vacuum, with processing of the substrate surface of the growing film by an ion source for increasing of its continuity [10].

Experimental research was carried out on SE ITMPS samples with the dielectric SiC films formed by microwave magnetron sputtering and SiO films — by standard technology of thermal-vacuum evaporation. The heat-conducting path was estimated by selection of the optimal modes for adjustment of the tensoresistors with a view to level out their ratings for balancing of the tensobridge ($U_0 \approx 0$ mV). Adjustment was carried out by warming up (burning out) of the external part of the thin-film tensoresistor by a focused laser beam (fig. 5, see the 4-th side of the cover) on ML5-1 automated installation for laser adjustment of the thin-film resistors equipped with RL-10Q laser head with a power control.

Modes of laser adjustment for the tensoresistors with SiO and SiC dielectric films are presented in the table below.

It is visible, that during adjustment of the thin-film tensoresistors with SiC dielectric film the bigger power and longer operating time are required, than with a SiO film. This testifies to increase of stability of the tensoresistors to overheating due to high heat conductivity of SiC.

The difference of temperatures in the thin-film structure "tensoresistor — dielectric film" is possible to describe by the following expression:

$$\Delta T = \frac{lQ}{\lambda S},$$

where Q = UI – scattering power; l – characteristic size of a structure; S – area of a tensoresistor.

Considering the differences in heat conductivity between the dielectric layers of a heterogeneous structure and in case of equality of the other conditions (the geometrical sizes of SE, electric parameters), it is possible to estimate the degree of the differences in temperatures in this or that structure.

Conclusion

The research works demonstrate a possibility of application of SiC insulation layer as a material, allowing us to improve the operational characteristics of the sensors for control of the parameters of the power installations in severe conditions.

References

1. **Volohov I. V.** Tehnologicheskie metodyi povyisheniya nadezhnosti tonkoplenochnyih tenzorezistornyih datchikov davleniya, *Sbornik dokladov nauchno-tehnicheskoy konferentsii "Aktualnyie problemyi raketno-kosmicheskogo priborostroeniya i informatsionnyih tehnologiy", FGUP "RNII KP"*, 21–23 June, 2007, Moskow.

2. Volohov I. V., Zelentsov Yu. A. Opyit razrabotki tehnologii tonkoplenochnyih tenzorezistornyih datchikov davleniya, *Priboryi i sistemyi upravleniya*, 1990, no. 10, pp. 41–42.

3. Volohov I. V. Tehnologicheskie metodiki povyisheniya stabilnosti parametrov tonkoplenochnyih tenzorezistornyih datchikov davleniya, Diss. na soisk. uch. step. kand. teh. nauk. 2008.

4. **Simakov S. V.** Kriterii otsenki rabotosposobnosti rezistivnyih materialov pri vyisokih udelnyih nagruzkah, *Sb. dokl. MNTK "Materialyi dlya passivnyih radioelektronnyih komponentov*", Penza, 2005, pp. 93–98.

5. Asriyants G. S., Kravchun S. N., Tretyakova O. N., Teploperenos v tonkoy plenke s izmenyayuschimisya teplovyimi svoystvami v usloviyah periodicheskogo nagreva, *Elektronnyiy zhurnal "Trudyi MAI"*, 2006, no. 25.

6. Glushkov E. A., Reztsov V. F., Tuzovskiy A. M., Erkenov N. H., Zadacha o neodnorodnom raspredeleniya temperaturyi na vklyucheniyah pri statsionarnom nagreve neodnorodnyih poluprovodnikovyih sloev tokom, *Elektronnaya tehnika. Ser. Materialyi.*, 1985, no. 2 (201), pp. 64–70.

7. Mokrov E. A., Pedorenko N. P., Semenov V. A., Osobennosti proektirovaniya metalloplenochnyih tenzorezistornyih datchikov davleniya, *Radiotehnika*, 1995, no. 10, pp. 16–17.

8. **Tihonenkov V. A., Tihonov A. I.** *Teoriya, raschet i osnovyi proektirovaniya datchikov mehanicheskih velichin*, Ulyanovsk: Izd-vo Ulyanovskogo gos. universiteta, 2000. 452 p.

9. Koledov L. A., Volkov V. A., Dokuchaev N. I. i dr. Konstruirovanie i tehnologiya mikroshem. Kursovoe proektirovanie, Uchebnoe posobie dlya vuzov, Moskow, Vyisshaya shkola, 1984. 231 p.

10. Gurin S. A., Pecherskaya R. M. Osobennosti tehnologii polucheniya strukturyi "nitrid alyuminiya na karbide kremniya" dlya chuvstvitelnogo elementa, *Izvestiya vyisshih uchebnyih zavedeniy. Povolzhskiy region. Tehnicheskie nauki*, 2014, no. 1, pp. 46–53.

Системы на кристалле Sistems on Chip

УДК 51-7

А. В. Вишнеков¹, д-р техн. наук, проф., avishnekov@hse.ru,
В. Ерохин², канд. техн. наук, доц., vladimir.v.erokhin@gmail.com,
Е. М. Иванова¹, канд. техн. наук, доц., emivanova@hse.ru
¹Национальный исследовательский университет "Высшая школа экономики", Москва
²Научно-исследовательский институт микроэлектронной аппаратуры "Прогресс", Москва

ВЫБОР ІР-БЛОКА ПРИ РАЗРАБОТКЕ СИСТЕМЫ НА КРИСТАЛЛЕ

Поступила в редакцию 31.05.2016

Рассмотрены вопросы выбора наиболее рациональных вариантов IP-блоков при проектировании ChK (систем на кристалле) из имеющихся альтернативных вариантов, предлагаемых на сайтах производителей и поставщиков. Предложена методика выбора IP-блока на основе применения методов поддержки принятия решений, позволяющая использовать как опыт и знания экспертов в данной предметной области, так и мнение лица, принимающего решение (руководителя проекта, инженера, конструктора). Предложенная методика позволяет автоматизировать процесс выбора наиболее приемлемого варианта IP-блока с точки зрения заданных критериев и ограничений и сократить время на принятие решения.

Ключевые слова: *IP*-блок, *CнK*, *методы поддержки принятия решения*, *метод лексикографического полуупорядочения*, *метод аналитических иерархий*

Введение

Развитие методов проектирования СнК привело к возможности сокращения сроков и затрат на разработку на основе применения технологии повторного использования сложно-функциональных блоков (СФ-блоков или ІР-блоков). В настоящее время многие компании предлагают IP-блоки различного назначения. Причем ІР-блоки одного класса и назначения могут иметь различные функциональные, технико-эксплуатационные, проектные, стоимостные и технологические характеристики и число предлагаемых альтернативных вариантов может быть достаточно велико. В результате для разработчика встает сложный вопрос выбора альтернативного варианта IP-блока для использования в разрабатываемом изделии. Такая задача появляется, если не для любого ІР-блока, то достаточно часто, например, для выбора одного из альтернативных криптомодулей или для процессорных блоков (различных контроллеров).

Результаты психологических исследований показывают, что решение задачи выбора рационального варианта в случае, если число критериев оценки качества принимаемых решений больше 5—7, представляет для человека крайне трудоемкую задачу. Необходимо также учитывать, что число альтернативных вариантов IP-блоков может быть большим (>10) и это еще более усложняет задачу для конструктора. Для облегчения решения задачи выбора IP-блока в соответствии с требованиями и особенностями проекта СнК необходима разработка методики, позволяющей автоматизировать данный процесс с использованием опыта, знаний и предпочтений разработчика. В данной методике могут быть использованы методы поддержки принятия решений, позволяющие представить процедуру нахождения наиболее рационального решения в виде последовательности элементарных процедур принятия решений, при выполнении которых человек, как правило, не делает ошибок.

Постановка задачи

Задача выбора IP-блока является достаточно сложной многокритериальной задачей. Причем часть критериев носят взаимопротиворечивый характер, например такие, как стоимость и функциональность или сложность интеграции в конечное изделие. Общее число K всех критериев отбора велико (K > 10). Критерии носят как численный (цена, потребляемая мощность, производительность, площадь, занимаемая блоком на кристалле), так и лингвистический характер (архитектура, сложность интеграции в конечный продукт, схема оплаты). Число альтернативных вариантов компаний-поставщиков необходимого IP-блока может достигать значительного числа (N > 10).

Критерии выбора ІР-блока [1, 2].

1. Функциональность (перечень вложенных критериев зависит от конкретного назначения IP-блока).

2. Архитектура (для классов сложно-функциональной продукции таких, как процессорные IP-ядра [3]). Основные оценочные параметры:

- архитектура ЦП (RISC/CISC);
- система команд (полнота, оптимальность с точ-ки зрения данного приложения);
- разрядность АЛУ;
- число регистров общего назначения;
- наличие и объем кэш-памяти команд и данных;
- тактовая частота;
- время доступа к основной памяти в тактах синхронизации;
- разрядность шин данных и адреса.
 В ряде случаев могут приниматься во внимание дополнительные оценочные параметры:
- число стадий конвейера;
- расположение многобайтных чисел в памяти (Big/Little Endian);
- возможность реконфигурации параметров IP-блока;
- и другие.

3. Технико-эксплуатационные характеристики (перечень вложенных критериев зависит от конкретного назначения IP-блока).

- 4. Цена лицензии.
- 5. Вид поставки:
- открытый RTL-код Soft-IP;
- синтезированный код (netlist), привязанный к конкретной технологии Firm-IP;
- готовая топология Hard-IP.
 6. Репутация фирмы-поставщика IP-блока.
 7. Сложность интеграции в конечный продукт:
- наличие исчерпывающей документации;
- наличие и полнота тестового обеспечения;
- срок интеграции IP-блока в проект.
 8. Ценность и значимость IP-блока:
- режим его использования клиентом (число проектов с использованием блока);
- массовость тиража разрабатываемых продуктов (СНК).
 - 9. Схема оплаты.

10. Поддержка жизненного цикла ІР-блока:

- поддержка со стороны поставщика ІР-блока;
- возможность модификации под требования заказчика;
- портируемость на новый технологический процесс;
- возможность выполнения дополнительных договорных работ.

Дополнительные критерии выбора Soft-IP и Firm-IP блоков.

1. Выполненная поставщиком проверка в кремнии.

2. Тактовая частота для заданной технологии изготовления.

3. Предполагаемая производительность.

4. Потребляемая мощность (теоретическая или реальная).

5. Площадь, занимаемая блоком на кристалле.

6. Соответствие стандартным спецификациям (если необходимо).

- 7. Затраты на проверку в кремнии.
- 8. Средства поддержки разработки программ.
- 9. Технология изготовления (для Firm-IP).

Дополнительные критерии выбора Hard-IP блока.

- 1. Тактовая частота.
- 2. Производительность.
- 3. Потребляемая мощность.
- 4. Площадь, занимаемая блоком на кристалле.
- 5. Соответствие существующим стандартам.

6. Возможность выбора альтернативного поставщика на случай форс-мажора.

Этапы решения задачи выбора ІР-блока

Решение задачи выбора IP-блока можно разделить на несколько этапов.

Этап 1. Формирование списка критериев выбора IP-блока и их ранжирование. На первом шаге этапа 1 разделяем все множество критериев на следующие группы:

- функциональные критерии;
- технико-эксплуатационные критерии;
- проектные критерии;
- стоимостные и временные критерии;
- критерии поддержки и сопровождения продукта;
- технологические критерии;
- дополнительные критерии.

На втором шаге этапа 1 ранжируем группы критериев по степени важности на основе метода предпочтений [4] (если привлекаются эксперты), или используя процедуру метода аналитических иерархий [5] (если задачу решает ЛПР — лицо, принимающее решение).

Метод предпочтений позволяет рассчитать ценность критериев с учетом мнений экспертов, рассматривающих различные стороны задачи выбора IP-блока. Данный метод легко поддается автоматизации, однако при большом числе критериев требуется расчет коэффициента конкордации для проверки мнений экспертов на согласованность. Так как число групп критериев невелико (<10), вероятность получения согласованной оценки экспертов при их ранжировании достаточно большая.

На третьем шаге этапа 1 вычисляем веса критериев каждой группы. Так как общее число критериев равно 16—20, то в каждой подгруппе будет 3—4 критерия, и тогда их вес внутри группы можно рассчитать на основе метода аналитических иерархий, построив трехуровневую иерархическую систему критериев. В ней первый уровень иерархии составляют группы критериев, второй уровень простые или составные критерии внутри группы, третий уровень — вложенные критерии — для составных из второго уровня (см. рисунок).

На четвертом шаге этапа 1 рассчитываем итоговые веса всех критериев методом аналитических иерархий (если задачу решает ЛПР) или методом предпочтений (если привлекаются эксперты).

Этап 2. Поэтапное сокращение множества альтернативных IP-блоков. Так как число альтерна-



Иерархия критериев Hierarchy of criteria

тивных вариантов выбираемого IP-блока может быть значительным, то для его сокращения возможно использование метода лексикографического полуупорядочения [6]. Согласно методу сравниваем и отбираем приемлемые альтернативы последовательно по каждому критерию, начиная с наиболее важного критерия. Реализуем циклическую процедуру по всем критериям, пока список альтернатив не сократится до небольшого числа (<10).

При сравнении альтернатив по всем критериям ввиду слишком большого их числа вероятность того, что IP-блоки многих компаний-разработчиков удовлетворят всем поставленным критериям, невелика. Значит, применяя такой отбор, можно существенно сократить число альтернатив.

Этот процесс можно регулировать, изменяя границы интервалов допустимых значений критериев. Если критерии не числовые, а лингвистические, то для установления интервала оценок по ним вводятся вербальные шкалы значений критериев.

Этап 3. Выбор наиболее приемлемого IP-блока. Если число альтернатив сократилось до 10 и менее, то для окончательного определения наиболее удовлетворяющей всем критериям альтернативы используем метод аналитических иерархий, так как он позволяет провести наиболее детальное сравнение альтернатив с использованием заданной шкалы оценки предпочтительности при попарном сравнении альтернатив [5].

Пример решения задачи выбора IP-блока

Допустим, что группа экспертов или ЛПР решает задачу выбора Hard-IP-блока (например, контроллера DDR4-памяти). При этом были установлены ограничения на значения его характеристик, при нарушении которых IP-блок считается неподходящим для рассматриваемого проекта. К таким ограничениям можно отнести функциональные характеристики IP-блока (интерфейс с определенным типом шины, глубина буферизации входных и выходных данных и др.), технологический процесс изготовления (для Hard-IP) и др.

Предположим, что экспертная группа выбрала для сравнения следующий набор критериев оцен-

ки важности рассматриваемого IP-блока для заданного проекта.

<u>Группа 1 критериев</u> (технико-эксплуатационные).

К1.1. Технико-эксплуатационные характеристики. К1.1.1. Удельная потребляемая мощность.

К1.1.2. Площадь, занимаемая блоком на кристалле.

К1.1.3. Тактовая частота.

- К1.2. Архитектура.
 - К1.2.1. Система команд.

К1.2.2. Разрядность.

<u>Группа 2 критериев</u> (стоимостные и временные).

- К2.1. Цена лицензии.
- К2.2. Схема оплаты.
- К2.3. Сроки поставки.

Группа 3 критериев (проектные).

- КЗ.1. Сложность интеграции в конечный продукт.
 - К3.1.1. Наличие исчерпывающей документации.
 - КЗ.1.2. Наличие тестового обеспечения.
 - КЗ.1.3. Срок интеграции.

<u>Группа 4 критериев</u> (дополнительные).

К4.1. Репутация фирмы-производителя.

На первом этапе решения задачи следует определить веса критериев. При этом следует учесть иерархическую структуру системы критериев (см. рисунок), где для окончательного сравнения альтернативных IP-блоков используются критерии в концевых вершинах (листьях) этого иерархического графа. При расчете веса *W* критерия самого нижнего уровня иерархии его локальный вес в своей иерархической группе следует умножить на вес соответствующего составного критерия и/или вес группы критериев. Например, для веса критерия "K1.1.3. Тактовая частота" справедлива следующая формула:

$$W_{\text{K1.1.3}}^{\text{итог}} = W_{\text{K1.1.3}}^{\text{лок}} \times W_{\text{K1.1}}^{\text{лок}} \times W_{\text{rp1}}.$$

Рассмотрим пример групповой процедуры принятия решений для ранжирования групп критериев по степени важности. Используем метод предпочтений. Допустим в оценке участвуют три эксперта, каждый из которых оценивает группы 1—4 по значимости для проекта исходя из своего профессионального опыта (табл. 1). Максимальный балл получает наиболее важная группа критериев.

Далее эти оценки преобразуют по следующему правилу (согласно методу предпочтений): новую преобразованную оценку вычисляют как разность числа групп (в нашем случае — 4) и первоначальной экспертной оценки группы (табл. 2). Затем рассчитывают суммарную оценку каждой группы всеми экспертами и общую сумму *C* всех оценок $C_{\rm rpi}$ (табл. 2 — предпоследняя строка). Окончательные веса групп критериев вычисляют по формуле $W_{\rm rpi} = C_{\rm rpi}/C$ (табл. 2 — последняя строка).

Для расчета весов критериев всех последующих уровней иерархии применим ту же процедуру и рассчитаем итоговые веса критериев с учетом их иерархической вложенности. Затем проранжируем все критерии, находящиеся в концевых вершинах иерархической структуры (см. рисунок) по значению их весов: наиболее важным будет критерий с максимальным весом. Допустим, что в результате

Таблица 1

Оценки важности групп критериев, выставленные экспертами Table 1

Estimations of the importance of the groups of criteria, done by experts

Эксперты <i>Experts</i>	Важность группы <i>i</i> критериев Importance of group <i>i</i> of the criteria						
	Группа 1 <i>Group 1</i>	Группа 2 <i>Group 2</i>	Группа 3 Group 3	Группа 4 Group 4			
Эксперт 1 Export 1	1	2	4	3			
Expert 1 Эксперт 2	2	1	4	3			
Expert 2 Эксперт 3 Expert 3	1	3	2	4			

Таблица 2

Table 2

Преобразованные оценки важности групп критериев

Transformed estimations of importance of the groups of criteria

Эксперты	Преобразованная оценка группы i Transformed estimation of group i					
Experts	Группа 1 <i>Group 1</i>	Группа 2 <i>Group 2</i>	Группа 3 Group 3	Группа 4 Group 4	$C_{\mathrm{Tp}i}$)	
Эксперт 1	3	2	0	1	= Σ(
Expert 1 Эксперт 2	2	3	0	1	Ü	
Expert 2 Эксперт 3 Expert 3	3	1	2	0		
Суммарная	8	6	2	2	18	
Total estimation of group $C_{\rm rpi}$ Вес группы критериев Weight of group of criteria $W_{\rm rpi}$	0,45	0,33	0,11	0,11		

Таблица 3

Определение степени удовлетворения альтернативы критерию 5 Table 3

Definition of the degree of satisfaction of the alternatives by criterion 5

Альтер- натива <i>Alterna-</i> <i>tive</i>	Удельная потребляемая мощность (до 20 мкВт/МГц) Specific power consumption (up to 20 mcW/MHz)	Степень удовлетворения Degree of satisfaction
IP1	12,1	Удовлетворительная Satisfactory
IP2	10,5	Удовлетворительная Satisfactory
IP3	9,6	Удовлетворительная Satisfactory
IP4	17,3	Удовлетворительная Satisfactory
IP5	27,3	Неудовлетворительная Unatisfactory
IP6	24,0	Неудовлетворительная Unatisfactory

процедур экспертных оценок получены 12 критериев (k = 12) и следующее ранжирование критериев по важности для рассматриваемого проекта (1 — наиболее важный, 12 — наименее):

- 1 -наиоолее важный, 12 -наименее).
 - 1) разрядность не менее 32 (вес 0,21); 2) очете история PISC (рес 0,17);
 - 2) система команд RISC (вес 0,17);
- 3) тактовая частота от 600 МГц (вес 0,14);
- 4) цена лицензии до 500 000 руб. (вес 0,11);

5) удельная потребляемая мощность до 20 мкВт/МГц (вес 0,09);

6) площадь, занимаемая блоком на кристалле $0,8 \text{ мм}^2$ (вес 0,08);

7) схема оплаты: с постоплатой или с частичной (до 25 %) предоплатой (вес 0,06);

8) наличие исчерпывающей документации полностью в наличии или будет предоставлена в течение 2 мес. (вес 0,05);

9) сроки поставки до 2 мес. (вес 0,03);

10) наличие тестового обеспечения, определяемая экспертом шкала степени тестового покрытия (вес 0,03);

11) репутация фирмы-производителя без нареканий (вес 0,02);

12) срок интеграции до 3 мес. (вес 0,01).

Также эксперты определяют граничные значения оценочных шкал для каждого из критериев.

На втором этапе решения задачи выбора IP-блока среди множества альтернатив предложено использовать метод лексикографического полуупорядочения, согласно которому весь список альтернатив анализируют на предмет удовлетворения самому важному критерию (в нашем примере "Разрядность"). Степень удовлетворения определяется по следующему правилу:

- удовлетворительная альтернатива значение проверяемого параметра IP-блока находится в границах оценочной шкалы соответствующего критерия;
- неудовлетворительная альтернатива значение проверяемого параметра IP-блока выходит за границы оценочной шкалы соответствующего критерия.

Рассмотрим пример полуупорядочения шести альтернатив по критерию "Удельная потребляемая мощность до 20 мкВт/МГц" (табл. 3). Из примера видно, что критерию 5 удовлетворяют альтернативы IP1, IP2, IP3, IP4 (выделенные серым фоном строки табл. 3).

Аналогичные процедуры проводим для всех критериев, начиная с наиболее важного. После каждой процедуры полуупорядочения множество "удовлетворительных" альтернатив может значительно сократиться. Остановиться следует тогда, когда в этом множестве останется 10 и менее альтернатив.

Далее переходим к этапу 3 и покажем пример применения метода аналитических иерархий для выбора наиболее подходящего IP-блока из отобранных удовлетворительных. Отметим, что для применения метода аналитических иерархий критерии отбора могут пересматриваться (табл. 4), поскольку многие оставшиеся после применения метода полуупорядочения в списке рассмотрения "удовлетворительные" альтернативы уже соответствуют ранее сформулированным критериям. Так, например, критерий "Удельная потребляемая мощность до 20 мкВт/МГц" изменим на "<u>Минимальная</u> удельная потребляемая мощность (до 20 мкВт/МГц)". Это говорит о том, что среди всех удовлетворительных блоков (с мощностью до 20 мкВт/МГц) наиболее ценным для проекта будет IP-блок с минимальным потреблением энергии.

Пусть, например, нужно выбрать один из четырех (n = 4) показанных в табл. 4 альтернативных вариантов с указанными характеристиками при обозначенных обновленных критериях.

Рассмотрим пример применения метода аналитических иерархий для перечня альтернатив, заданных табл. 4. Метод аналитических иерархий позволяет рассчитать взвешенные оценки для каждой из альтернатив, с помощью которых можно будет выбрать наиболее удовлетворяющую выставленным требованиям (по максимальной взвешенной оценке) альтернативу. Сначала следует составить матрицы попарного сравнения IP-блоков. Сравнение будет проходить по каждому критерию отдельно. В матрице каждый элемент y_{ij}^l показывает взаимную ценность альтернативы IP*i* по отношению к альтернативе IP*j* по критерию *l* с использованием следующих сравнительных оценок: равнозначна — 1; умеренно лучше — 3; умеренно хуже — 1/3; существенно лучше — 5; существенно хуже — 1/5; значительно лучше — 7; значительно хуже — 1/7; во много раз лучше — 9; во много раз хуже — 1/9 [5].

Если составление таких матриц сложно для ЛПР, то следует привлекать группу экспертов, которые оценят взаимную важность альтернатив, используя описанный выше метод предпочтений или метод ранга [7].

Пусть, например, были получены следующие оценочные матрицы $Y^1 - Y^{12}$ при сравнении по каждому критерию отдельно:

	1	1/3	1/5	5		ſ	1	7	7	1/3	
$\mathbf{Y}^1 =$	3	1	1/3	7		$\mathbf{Y}^2 =$	1/7	1	3	1/7	
-	5	3	1	9	,	-	1/7	1/3	1	1/7	'
	1/5	1/7	1/9	1,)	(3	7	7	1 -)

Критерии	/характеристики*	альтернативных	ІР-блоков
inphi (phi)	Mapaniepherman	and opina indiada	II ONIOROD

Таблица 4 Table 4

Criteria/characteristics* of the alternative IP units								
Критерии Criteria			Значение характеристики альтернативы IPi Value of the characteristic of an alternative IPi					
№	Bec Weight W _l	Обновленное название Updated name	IP1	IP2	IP3	IP4		
K1	0,09	Минимальная удельная потребляемая мощность (до 20 мкВт/МГц) Minimal specific power consumption (up to 20 µW/MHz)	12,1	10,5	9,6	17,3		
K2	0,08	Минимальная площадь блока на кристалле (до 0,8 мm^2) Minimal area of the unit on a chip (up to 0.8 mm^2)	0,41	0,75	0,74	0,39		
K3	0,14	Максимальная тактовая частота (от 600 МГц) Maximal clock frequency (from 600 MHz)	610	885	951	600		
K4	0,17	Система команд RISC RISC instruction set	Да Yes	Да Yes	Да Yes	Да Yes		
K5	0,21	Разрядность не менее 32 Bit capacity not less than 32	Да Yes	Да Yes	Да Yes	Да Yes		
K6	0,11	Минимальная цена лицензии (до 500 тыс. руб.) Minimal license price (up to 500 thousand rubles)	370	340	480	250		
K7	0,06	Схема оплаты Payment scheme	Удовл. Satisfact.	Xop. <i>Good</i>	Xop. Good	Удовл Satisfact.		
K8	0,03	Минимальные сроки поставки (до 2 мес.) Minimal delivery time (up to 2 months)	1	1,5	1	1		
K9	0,05	Наличие документации Availability of documentation	Да Yes	Да Yes	Да Yes	Да Yes		
K10	0,03	Наличие тестового обеспечения Availability of the test support	Да Yes	Да Yes	Да Yes	Да Yes		
K11	0,01	Минимальный срок интеграции (до 3 мес.) Minimal integration time (up to 3 months)	2	1,5	1,5	2,5		
K12	0,02	Репутация производителя Reputation of the manufacturer	Удовл. Satisfact.	Удовл. Satisfact.	Удовл. Satisfact.	Удовл. Satisfact.		

* Данные цифры, да и сами критерии достаточно условны и взяты для примера. Они могут варьироваться в зависимости от типа IP-блока, от требований и возможностей заказчика. Например, требование "Максимальная тактовая частота" справедливо для выбора как статического, так и динамического IP-блока, тогда как для выбора динамического IP-блока актуально также требование "Минимальная тактовая частота".

* The given criteria are rather conditional and were taken for an example. They can vary, depending on the IP unit, requirements and resources of a customer. For example, "Maximal clock frequency" is fair for selection of a static and dynamic IP unit, whereas for selection of a dynamic IP unit "Minimal clock frequency" is also good.

777

Согласно методу аналитических иерархий на основании значений элементов этих матриц y_{ij}^l (i = 1, ..., n; j = 1, ..., n; n = 4) и весов критериев W_l (l = 1, ..., k; k = 12) рассчитывается ценность U_i каждой *i*-й альтернативы для реализации проекта по следующей формуле:

$$U_{i} = \sum_{l=1}^{k} \left[\frac{\eta \sqrt{\prod_{i} y_{ij}^{l}}}{\sum_{i}^{n} \eta \sqrt{\prod_{j} y_{ij}^{l}}} W_{l} \right].$$

Альтернатива с наивысшей ценностью и будет искомым решением. В нашем случае были получены следующие оценки: $U_1 = 0,20$; $U_2 = 0,24$; $U_3 = 0,30$; $U_4 = 0,26$. Откуда можно сделать вывод, что наиболее оптимальным выбором с учетом значимости всех критериев будет IP-блок IP3.

Заключение

Использование предлагаемой методики позволяет выбирать наиболее приемлемый IP-блок в реальных условиях, когда число и характер критериев оценки качества IP-блоков может варьировать конструктор в зависимости от условий выполнения проекта. Достоинством предлагаемой методики является также возможность рассмотрения на начальном этапе большого числа альтернативных вариантов IP-блоков, предлагаемых компаниямипоставщиками. Полученные с помощью данной методики результаты ранжирования предлагаемых IP-блоков по степени предпочтительности позволят конструкторам принимать более взвешенные решения.

Важным достоинством предлагаемой методики также является возможность автоматизации процесса выбора рационального решения с учетом особенностей конкретного проекта.

Список литературы

1. Игликов А., Алексеев М., Палташев Т. Виртуальные компоненты — шанс для России // Открытые системы. 2012. № 03. [Электронный ресурс]. URL: http://www.osp.ru/ os/2012/03/13015149/ (дата обращения: 11.04.2016).

2. Янг Дж., Макхесни Б. Оптимизация процессорных ядер // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2012. № 7. С. 126—136. URL: http://www.electronics.ru/journal/article/ 3466 (дата обращения: 19.04.2016).

3. **СКАН.** Сайт фирмы. [Электронный ресурс]. URL: http://www.scanru.ru/object.php?id=794 (дата обращения: 20.04.2016).

4. **Добанов А. А.** Метод предпочтений как инструмент поддержки принятия решений // Перспективы науки и образования. 2015. № 2 (14). С. 36—43.

5. **Саати Т.** Принятие решений. Метод анализа иерархий / Пер. с англ. Вачнадзе Р. Г. М.: Радио и связь, 1993. 278 с.

6. **Sadjadi S. J., Habibian M., Khaledi V.** A multi-objective decision making approach for solving quadratic multiple response surface problems // Intern. J. Contemp. Math. Sci. 2008. Vol. 3, N 32. P. 1595–1606.

7. **Иванова Е. М., Вишнеков А. В., Ерохин В. В.** Автоматизация процедуры выбора микроконтроллера // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 7. С. 14—21.

A. V. Vishnekov¹, D. Sc., Professor, avishnekov@hse.ru, V. V. Erokhin², Ph. D., Associate Professor, vladimir.v.erokhin@gmail.com, E. M. Ivanova¹, Ph. D., Associate Professor, emivanova@hse.ru ¹ National Research University Higher School of Economics,

² Progress Research Institute of Microelectronics, Moscow

Concerning the Question of Selection of an IP Unit for the System on Chip Development

The article is devoted to the questions concerning the selection of the most rational IP units for the SoC design from the alternative versions available on the sites of the manufacturers and suppliers. The aim of this work is to develop techniques for selection of an IP unit on the basis of the decision making methods. The proposed method employs the experience and knowledge of the experts in the given subject area and the opinion of the decision-makers (project managers, engineers and designers). The technique is based on an original combination of the lexicographic ordering method, the analytical hierarchy method and the method of preferences. The technique allows us to automate the process of selection of the most appropriate version of the IP units corresponding to the given criteria and constraints, and reduce the decision-making period.

Keywords: IP unit, SoC, decision making methods, lexicographic semi-ordering method, analytical hierarchy method, preferences method

Introduction

Advancement of SoC designing resulted in reduction of the time and costs for development of the complex-functional units (IP units) on the basis of the repeated usage technology. Many companies offer different-purpose IP units. At that, the IP units of one class and purpose can have various functional, technical-operational, design, cost and technical characteristics, and the number of the offered versions can be great enough. As a result, the developers face a complicated question of selection of an IP unit for a product to be developed. Such a problem appears frequently enough, if not with any IP unit, for example, with selection of one of the alternative cryptomodules or the processing units for various controllers.

The results of the research show, that a choice of a rational version, in case the number of the criteria for estimation of the quality of the taken decisions is more than 5-7, is an extremely labor-consuming problem. It is necessary to consider also the fact that the number of versions of the use of IP units can be bigger (>10), and this will complicate the problem for the designers even more. In order to simplify selection of an IP unit in accordance with the requirements and specific features of a SoC project a technique is necessary making it possible to automatize the process with the use of experience, knowledge and preferences of a developer. It can be based on the use of support for the decision-making, making it possible to present the procedure for finding of the most rational solution in the form of a sequence of the elementary procedures, during implementation of which a person, as a rule, makes no mistakes.

Problem statement

The problem of selection of an IP unit is rather complex and multicriterion. At that, some of the criteria have a contradictory and even mutually exclusive character, this refers, for example, to the factors of cost and functionality, or complexity of integration into the final product. The total number of *K* criteria for selection is great (K > 10). The criteria may have a computational character (price, power consumption, productivity, the area occupied by the unit on a chip) and a linguistic character (architecture, complexity of integration into the end-product, payment scheme). The number of versions from the companies-suppliers of the necessary IP units can be quite considerable (N > 10).

Criteria for selection of an IP unit [1, 2]:

1. Functionality (the list of the nested criteria depends on the purpose).

2. Architecture (for the classes of complex-functional products, such as processor IP cores [3]).

The basic estimation parameters are the following:

- architecture of CP (RISC/CISC);
- instruction set (completeness, optimality from the point of view of application);
- ALU Bit capacity;
- number of general purpose registers;

- availability and volume of the cache memory of instructions and data;
- clock frequency;
- access time to the main memory in the synchronization steps;
- bit width of the address and data buses.

In a number of cases additional parameters can be taken into consideration:

- number of stages of the conveyor;
- arrangement of the multibyte numbers in memory (Big/Little Endian);
- possibility of reconfiguration of the IP unit parameters;
- others.

3. Technical-operational characteristics (list of the nested criteria depends on a concrete purpose).

- 4. Licence price.
- 5. Kind of delivery:
- open RTL code Soft-IP;
- synthesized code (netlist), tied to a concrete technology — Firm-IP;
- ready topology Hard-IP.6. Reputation of the firm-supplier.
- 7. Complexity of integration into the end-product:
- availability of the exhaustive documentation;
- availability and completeness of the test support;
- time of integration into a project.
 8. Value and importance:
- mode of its use by a client (number of projects with the use of the unit);
- mass circulation of the developed products (SoC).
 9. Payment scheme.
 - 10. Life cycle support:
- support from the supplier of the IP unit;
- possibility of a tailor-made modification;
- portability to a new technological process;
- possibility of additional contractual works.
- Additional criteria for selection of Soft IP and Firm IP units
 - 1. A check done by the supplier in silicon.

2. Clock frequency for the set manufacturing technology.

- 3. Expected performance.
- 4. Power consumption (theoretical or real).
- 5. The area occupied by the unit on a chip.

6. Compliance with the standard specifications (if necessary).

- 7. Verification costs in silicon
- 8. Means for support of the program development.

9. Manufacturing technologies (for Firm-IP).

- Additional criteria for selection of a Hard IP unit
- 1. Clock frequency.
- 2. Performance.
- 3. Power consumption.
- 4. The area occupied by a unit on a chip.
- 5. Compliance with the existing standards.

6. Possibility of selection of an alternative supplier in a force majeure case.

Stages of selection of an IP unit

The process of solving the selection problem can be divided into several stages.

Stage 1. Formation of a list of the selection criteria and their ranging. At the first step of stage 1 all the numerous criteria can be divided into the following groups:

- Functional;
- Technical-operational;
- Design;
- Cost and time;
- Support and follow up of a product;
- Technological;
- Additional.

At the second step of stage 1 we range the groups of criteria by the degree of their importance on the basis of the method of preferences [4] (if experts are involved), using the procedure of the method of analytical hierarchies [5] (if the problem is solved by a decision making person, DMP).

The method of preferences allows us to calculate the values of the criteria taking into account the opinions of the experts, who consider various points of view concerning the selection of an IP unit. The given method can be automated easily, however, in case a big number of the available criteria a concordance factor should be calculated for checking the coordination of the experts' opinions. Since the number of the groups of criteria is not big (<10), the probability of reaching a coordinated opinion of experts during their ranging is rather high.

At the third step of stage 1 the weight of the criteria of each group is calculated. Since the total number of the criteria equals to 16-20, in each subgroup there will be 3-4 criteria, and then their weight within the group can be calculated on the basis of the method of analytical hierarchies, by constructing a three-level hierarchical system of criteria. Within the system the first level of the hierarchy will be of the groups of the criteria, the second level will be of simple or compound criteria within a group, the third level will be of the nested criteria for the compound ones of the second level (see figure).

At the fourth step of stage 1 we will calculate the total weight of all the criteria by the method of analytical hierarchies (the problem is solved by DMP) or the method of preferences (experts are involved).

Stage 2. Stage-by-stage reduction of a multitude of IP units. Since the number of versions of the selected IP units can be considerable, for its reduction it is possible to use the method of lexicographic semi-ordering [6]. According to the method, we compare and select the acceptable alternatives, consistently by each criterion, beginning with the most important ones. We realize the cyclic procedure for all the criteria, till the list of the alternatives is reduced to a small number (≤ 10).

During comparison of the alternatives by all the criteria, in view of their big number, the probability, that the IP units of many firms-developers will satisfy the set criteria, is insignificant. That means, by applying such a selection, it is possible to reduce essentially the number of the alternatives.

This process can be regulated by changing the borders of the intervals of the admissible values of the criteria. If the criteria are not numerical, but linguistic, then the verbal scales of the values of the criteria for them are introduced for establishment of an interval of estimations.

Stage 3. Selection of the most acceptable IP unit. If the number of the alternatives is reduced to 10 or less, then for a definitive determination of the alternative, most satisfying the criteria, we use the method of analytical hierarchies, because it allows us to undertake the most detailed comparison of the alternatives with the use of a set scale for estimation of preference in a pairwise comparison [5].

An example of solving the problem of selection of an IP unit

Let us assume that a group of experts or a DMP approaches the problem of selection of a HARD IP unit (for example, for DDR4-memory controller). At that, certain restrictions are set on the values of its characteristics, violation of which makes an IP unit improper for the project. Among such restrictions we can name the functional characteristics of the IP unit (interface with a certain type of bus, depth of buffering of the input and output data, etc.), technological process of manufacturing (Hard IP), etc.

Let us assume that the expert group has chosen for comparison the following set of criteria for estimation of importance of the considered IP unit for the set project.

Group 1 of criteria.

K 1.1. Technical-operational characteristics.

- K 1.1.1. Specific power consumption.
- K 1.1.2. The area occupied by the unit on a chip.
- K 1.1.3. Clock frequency.
- K 1.2. Architecture.
 - K 1.2.1. Instruction set.
 - K 1.2.2. Bit capacity.
 - Group 2 of criteria.
- K 2.1. License price.
- K 2.2. Payment scheme.
- K 2.3. Delivery time.
 - Group 3 of criteria.

K 3.1. Complexity of integration into the end-product. K 3.1.1. Availability of exhaustive documentation.

- K = 3 + 1 + 1 Availability of the test support
- K 3.1.2. Availability of the test support. K 3.1.3. Integration time.

Group 4 of criteria.

K 4.1. Reputation of the firm-manufacturer.

At the first stage of solving the problem it is necessary to determine the weights of the criteria. At that, it is necessary to take into account the hierarchical structure of the system of criteria (see figure), where for a final comparison of the alternative IP units the criteria in the end tops (leaves) of the hierarchical column are used. During calculation of weight W of a criterion of the lowest level of hierarchy its local weight in the hierarchical group should be multiplied by the weight of the corresponding compound criterion and/or weight of a group of criteria. For example, for criterion of weight "K 1.1.3. Clock frequency" the following formula is fair:

$$W_{\text{K1.1.3}}^{\text{MTOF}} = W_{\text{K1.1.3}}^{\text{MOK}} \times W_{\text{K1.1}}^{\text{MOK}} \times W_{\text{rp1}}.$$

Let us consider an example of the group procedure of decision-making for ranging of the groups of criteria by the degree of their importance. We will use the method of preferences. Let us assume that three experts participate in the estimation, each of which estimates groups 1-4 by their importance for the project, proceeding from his (hers) professional experience (table 1). The maximal point is given to the most important group of the criteria.

These estimations are transformed by the rule (according to the method of preferences): a new estimation is calculated as a difference of the number of groups (in our case – 4) and the initial expert estimation of the group (table 2). Then the total estimation is calculated of each group $C_{\text{rp}i}$ by all experts and the total sum *C* of all estimations (table 2 – the penultimate line). The final weights of the groups of criteria are calculated according to the formula $W_{\text{rp}i} = C_{\text{rp}i}/C$ (table 2 – the last line). For calculation of the weights of the criteria of the

For calculation of the weights of the criteria of the subsequent levels of the hierarchy we will apply the same procedure and calculate the total weight of the criteria with account of their hierarchical nesting. Then we will range the criteria, which are in the end tops of the hierarchical structure (see figure), by their weights: the most important is the criterion with the maximal weight. Let us assume that as a result of the expert estimations we received 12 criteria (k = 12) and the following ranging of the criteria by their importance for the project (1 — the most important, 12 — the least important).

1. Bit capacity not less than 32 (weight 0.21).

2. RISC instruction set (weight 0.17).

3. Clock frequency – from 600 MHz (weight 0.14).

4. License price — up to 500 000 rubles (weight 0.11).
5. Specific power consumption — up to 20 μW/MHz (weight 0.09).

6. The area occupied by the unit on a chip - 0.8 mm² (weight 0.08).

7. Payment scheme: with a post payment or with a partial (up to 25 %) advance payment (weight 0.06).

8. Availability of a comprehensive documentation: completely available or to be provided within 2 months (weight 0.05).

9. Time of delivery up to 2 months (weight 0.03).

10. Availability of the test support, the scale of degree of a test covering defined by an expert (weight 0.03).

11. Spotless reputation of the firm-manufacturer (weight 0.02).

12. Time of integration up to 3 months (weight 0.01). Also the experts determine the boundary values of the estimated scales for each criterion.

For the second stage of selection of an IP unit among the numerous alternatives the method of lexicographical semi-ordering is proposed, according to which the whole list of the alternatives is analyzed to see, if they satisfy the most important criterion (in our case — Bit capacity). The degree of satisfaction is defined by the following rule:

- A satisfactory alternative the checked parameter of the IP unit is within the limits of the scale of the criterion estimation;
- An unsatisfactory alternative the checked parameter of the IP unit is beyond the limits of the scale of the criterion estimation.

Let us consider an example of the semi-ordering of six alternatives by the criterion "Specific power consumption up to 20 μ W/MHz" (table 3). From the example it is visible, that criterion 5 is satisfied by alternatives IP1, IP2, IP3, IP4 (the set off lines).

Similar procedures are followed for all the criteria, beginning from the most important one. After each procedure of semi-ordering the number of "the satisfactory" alternatives can be reduced. We should stop, when there are 10 or less alternatives.

Then we transfer to stage 3 and demonstrate application of the method of analytical hierarchies for selection of the most suitable IP unit out of the selected satisfactory ones.

We should point out, that for the analytical hierarchies the criteria of selection may be reconsidered (table 4), because many of "the satisfactory" alternatives, which after application of the method of semi-ordering remained in the consideration list, already correspond to the criteria formulated above. Thus, we will replace the criterion "Specific power consumption up to 20 μ W/MHz" with the "*Minimal* specific power consumption (up to 20 μ W/MHz)". This means that among the satisfactory units (with power up to 20 μ W/MHz) the most valuable will be the IP unit with the minimal consumption of energy.

Let us assume that it is necessary to select one of the four (n = 4) (table 4) of the alternative variants with the specified characteristics at the designated updated criteria.

Let us consider application of the method of analytical hierarchies for the list of the alternatives presented in table 4. The method allows us to calculate the weighed estimations for each of the alternatives, with the help of which it will be possible to choose the alternative, meeting the set requirements most fully (by the maximal weighed estimation).

It is necessary to make up matrixes for a paired comparison of the IP units. The comparison will be done by each criterion separately. In a matrix each element y_{ij}^{I} shows mutual value of alternative IP*i* in relation to IP*j* by criterion *I* with the use of the comparable estimations: equivalent – 1, moderately better – 3, moderately worse – 1/3, essentially better – 5, essentially worse – 1/5, considerably better – 7, considerably worse – 1/7, many times better – 9, many times worse – 1/9 [5].

If making up of such matrixes is difficult for a DMP, it is necessary to involve a group of experts, who will es-

timate the mutual importance of the alternatives, using the method of preferences or the method of rank [7].

Let us assume that we got estimation matrixes $\mathbf{Y}^1 - \mathbf{Y}^{12}$ during a separate comparison by each criterion.

According to the method of analytical hierarchies on the basis of the values of the elements of these matrixes y_{ij}^l (i = 1, ..., n; j = 1, ..., n; n = 4) and weights of the criteria W_l (l = 1, ..., k; k = 12), for realization of the project value U_i of each i – alternative is calculated according to the formula:

$$U_{i} = \sum_{l=1}^{k} \left[\frac{n \sqrt{\prod_{i} y_{ij}^{l}}}{\sum_{i}^{n} n \sqrt{\prod_{i} y_{ij}^{l}}} W_{l} \right].$$

The alternative with the highest value will be the sought-for solution. In our case the following estima-

tions were received: $U_1 = 0.20$; $U_2 = 0.24$; $U_3 = 0.30$; $U_4 = 0.26$. Hence, it is possible to draw a conclusion, that the IP unit IP3 will be the optimal choice with the account of the importance of all the criteria.

Conclusion

Use of the technique allows us to choose the most acceptable IP unit in real conditions, when the number and character of the criteria for estimation of the quality of IP units can vary depending on the conditions. An advantage of the technique is a possibility of consideration at the initial stage of a big number of the alternative versions of the IP units offered by the firms-suppliers. The results of ranging of the IP units received by means of this technique by the preference degree will allow the designers to take more weighed decisions.

An important advantage of the offered technique is also a possibility of automation of selection of a rational decision taking into account the specific features of a concrete project.

References

1. **Iglikov A., Alekseev M., Paltashev T.** Virtual'nye komponenty — shans dlja Rossii, *Otkrytye sistemy*, 2012, no. 03. URL: http://www.osp.ru/os/2012/03/13015149/ (data obrashhenija: 11.04.2016).

2. Jang Dzh., Makhesni B. Optimizacija processornyh jader, *Jelektronika: Nauka, Tehnologija, Biznes*, 2012, no. 7, pp. 126–136. URL: http://www.electronics.ru/journal/article/3466 (data obrashhenija: 19.04.2016).

3. *Sajt firmy "SKAN"*, URL: http://www.scanru.ru/object.php?id = 794 (data obrashhenija: 20.04.2016).

4. **Lobanov A. A.** Metod predpochtenij kak instrument podderzhki prinjatija reshenij, *Perspektivy nauki i obrazovanija*, 2015, no. 2 (14), pp. 36–43.

5. **Saati T.** *Prinjatie reshenij. Metod analiza ierarhij*, per. s angl. Vachnadze R. G., Moscow, Radio i svjaz', 1993, 278 p.

6. Sadjadi S. J., Habibian M., Khaledi V. A multi-objective decision making approach for solving quadratic multiple response surface problems, *Intern. J. Contemp. Math. Sci.*, 2008, vol. 3, no. 32, pp. 1595–1606.

7. Ivanova E. M., Vishnekov A. V., Erohin V. V. Avtomatizacija procedury vybora mikrokontrollera, *Nano- i mikrosistemnaja tehnika*, 2014, no. 7, pp. 14–21.

УКАЗАТЕЛЬ СТАТЕЙ, ОПУБЛИКОВАННЫХ В ЖУРНАЛЕ "НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА" В 2016 г.

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ

Васильев В. Ю. Тренды развития технологий и производства компонентов и узлов микросистемной техники № 7

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

- **Булярский С. В., Булярская С. А., Павлов А. А.** Термодинамика легирования азотом углеродных нанотрубок № 2
- Глушков Г. И., Тучин А. В., Битюцкая Л. А., Лямичев А. В., Бормонтов Е. Н. Управление спиновой поляризацией электронов электрическим полем в одностенных ультракоротких углеродных нанотрубках (0, 9) № 9
- Залуцкая А. А., Савинский Н. Г., Проказников А. В. Селективное резонансное поглощение электромагнитного излучения наноструктурированными системами...... № 3
- **Ларионов Ю. В.** Вариация изображения выступа в ходе его многократного сканирования в низковольтном РЭМ... № 11

- **Ларионов Ю. В.** Зависимость контаминации рельефной структуры от режима сканирования РЭМ № 8
- **Леонтьев В. Л., Булярский С. В., Павлов А. А.** Резонансные детекторы и антенны на основе углеродных нанотрубок, упруго закрепленных на обоих концах№ 10
- Пронин И. А., Якушова Н. Д., Карманов А. А., Кононова И. Е., Аверин И. А., Мошников В. А. Особенности золь-гель фрактальных нанообъектов, полученных при дополнительной операции закалки золя ниже температуры замерзания № 6

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

- Блум К. Е., Остертак Д. И. Расчет емкости гребенчатого переменного конденсатора для электростатического вибрационного генератора энергии с учетом краевых эффектов.......№ 7
- Голиков А. В., Панкратов В. М., Панкратова Е. В. Тепловые процессы в бухте волоконно-оптического гироскопа на основе микроструктурированного оптоволокна с углеродными нанотрубками№ 10
- Каленов В. Е., Корляков А. В., Кротов С. В. Создание автоколебательного режима работы в микромеханических системах на основе емкостного преобразователя№ 5
- Мустафаев М. Г., Мустафаева Д. Г. Моделирование и алгоритмизация неравновесных процессов при создании микроэлектронных приборных структур№ 6

- Суханов А. В., Иванов А. В. Использование радиохарвестера для создания миниатюрного источника питания сенсорного узла.....№ 9
- Чернов А. С., Самородов А. Л., Хабаров С. П., Гридчин В. А. Фоточувствительный элемент для сенсора давления с оптической пространственной модуляцией№ 7
- Шукевич Я. И., Баркалин В. В., Таратын И. А., Реутская О. Г. Моделирование динамики работы СВЧ МЭМС-переключателя.....№ 11

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

- Абдуллаев Д. А., Воротилов К. А., Зубкова Е. Н., Серегин Д. С., Сигов А. С. Реактивно-ионное травление пленок цирконата-титаната свинца№ 12
- Барулина М. А., Панкратов В. М. Аналитическое решение плоской нестационарной задачи теплопроводности для фотонно-кристаллического волокна с воздушным сердечником......№ 11
- Васильев В. Ю. Сверхтонкие пленки металлов платиновой группы для применения в нано- и микротехнологиях№ 7
- Данилина Т. И., Чистоедова И. А., Попов А. А. Формирование микрорельефа и исследование его влияния на коэффициент оптического вывода светодиода на основе GaN.....№ 11
- **Игнатов И. И., Мосин О. В.** Исследование структурно-функциональных свойств фуллеренсодержащего минерала шун-

гита и микрокристаллического алюмосиликата цеолита методами элементного анализа, ПЭМ, ИК и ДНЭС-спектроскопии№ 6

- Исмаилов А. М., Степуренко А. А., Шапиев И. М., Гумметов А. Э., Алиев И. Ш. Динамические вольт-амперные характеристики вискеров теллура № 9
- Корляков А. В., Лучинин В. В., Хмельницкий И. К., Бройко А. П., Верещагина Л. О., Каленов В. Е., Крот А. И., Рыжкова А. В. Актюаторы на основе ионных полимер-металлических композитов......№ 5
- Красников Г. Я., Зайцев Н. А., Дайнеко А. В. Физико-технологические особенности формирования сегнетоэлектрической пленки для ячейки запоминающих устройств . . . № 8
- Крутов В. В., Сигов А. С., Щука А. А. Создание микро- и нанодоменных структур в сегнетоэлектриках с использованием интерферирующего гиперзвука № 1
- **Лучинин В. В.** Технологии превосходства. Карбид кремния. Научно-технологический статус ЛЭТИ № 5
- Макеев М. О., Мешков С. А., Иванов Ю. А. Исследования коэффициентов диффузии Аl и Si в AlAs/GaAs резонанснотуннельных гетероструктурах..... № 8
- Мальцев П. П., Редькин С В., Глинский И. А., Побойкина Н. В., Духновский М. П., Федоров Ю. Ю., Смирнова А. К., Куликов Е. Н., Щербаков С. В., Леонтьев И. А., Кудряшов О. Ю., Скрипниченко А. С. Теплоотводы на поликристаллическом алмазе для мощных СВЧ монолитных интегральных схем № 4
- Мартинович В. А., Хорунжий И. А., Русецкий М. С., Казючиц Н. М. Теплоотвод на основе алмаза со встроенным датчиком температуры№ 4
- **Мефтахутдинов Р. М.** Электронные и оптические свойства силиценовых *sp*²-наноаллотропов № 1
- Мустафаев Г. А., Мустафаева Д. Г., Мустафаев М. Г. Технологические особенности получения соединений халькогенидов элементов первой группы и тонких пленок на их основе заданного состава № 8
- Павлов В. Ю., Павлов А. Ю. Технологии формирования сплавных и несплавных омических контактов к гетероструктурам на основе GaN. Обзор. № 10
- Пронин И. А., Якушова Н. Д., Карманов А. А., Аверин И. А., Мошников В. А. Модель сборки нанокомпозитных и иерархических наноструктур в золь-гель-процессах № 8
- Пучнин К. В., Рыбачек Е. Н., Кузнецов Е. В., Кузнецов А. Е. Формирование и селективное травление самособирающихся гидрофобных пленок на поверхности SiO₂ и Ta₂O₅ № 9
- Рискин Д. Д., Жукова С. А., Обижаев Д. Ю., Турков В. Е. Измерение прочностных свойств адгезионных соединений, полученных методом термокомпрессионного сращивания пластин при изготовлении МЭМС № 3
- Рубан О. А. Исследование поляризации в гетероструктурах с квантовой ямой AlGaN/GaN методом вольт-фарадных характеристик.....№ 11
- Самойлович М. И., Белянин А. Ф., Ринкевич А. Б., Бовтун В., Кемпа М., Нужный Д., Савинов М. Строение, магнитные и диэлектрические свойства нанокомпозитов: опаловые матрицы — ванадаты редкоземельных элементов № 2
- Сауров А. Н., Булярский С. В., Кондратьев П. К., Скворцов А. А., Павлов А. А., Милованов Р. А., Кищок Е. П. Конструкция и технология изготовления тестовых кристаллов с композитными проводниками на основе углеродных нанотрубок и металлов № 10
- Слаповский Д. Н., Павлов А. Ю., Бугаев А. С., Мальцев П. П., Хабибуллин Р. А., Пономарев Д. С. Низкотемпературная технология формирования омических контактов к гетероструктурам, содержащим In, Al, Ga и As..... № 8 Смолин В. К. Пористый кремний: современное состояние и перспективы развития..... № 6

Тарасов С. А., Михайлов И. И., Степанов Е. М., Вылегжанин Д. В., Гуревич М. О., Козлович Л. И., Корнеева А. В., Тадтаев П. О., Соломонов А. В. Люминесцентные свойства структур, содержащих массивы коллоидных квантовых точек CdS, CdSe/ZnS и CdZnSeS/ZnS...... № 9

Тополов В. Ю., Ермаков И. А. Пьезоэлектрические свойства и гидростатические параметры нового 2—0—2-композита на основе кристалла релаксора-сегнетоэлектрика......№ 11

Федоров Ю. В., Михайлович С. В. Перспективы замены арсенидных МИС на нитридные № 4

Чуб Д. С., Фарберович О. В., Солдатов А. В. Динамика спинового кроссовера в молекулярных магнитах октаэтилпорфирина кобальта в терагерцевом импульсном магнитном поле№ 10

Шерченков А. А., Козюхин С. А., Лазаренко П. И., Тимошенков С. П., Бабич А. В., Якубов А. О., Калугин В. В. Электрофизические свойства тонких пленок материалов фазовой памяти на основе халькогенидных полупроводников системы Ge—Sb—Te № 9

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Александров П. А., Бударагин В. В., Горемыкин А. М., Жук В. И., Литвинов В. Л. О построении дублированных логических элементов для повышения отказоустойчивости микросхем при облучении...... № 4

Александров П. А., Бударагин В. В., Жук В. И., Литвинов В. Л., Стельмак С. Е. Сравнительные оценки отказоустойчивости мажоритарно резервированных и покомпонентно дублированных микросхем при облучении...... № 3

Алексеева Л. Г., Иванов А. С., Лучинин В. В., Петров А. А., Романов А. А., Чигирев Д. А., Chikyow T., Nabatame T. Новая электронная компонентная база. Мемристор...... № 5

Афанасьев А. В., Ильин В. А., Решанов С. А., Романов А. А., Сергушичев К. А., Серков А. В., Чигирев Д. А. Карбидокремниевые фотодиоды УФ диапазона для экстремальных условий эксплуатации № 5

Багинский И. Л., Косцов Э. Г., Буханец Д. И. Оценка максимальной удельной мощности емкостных электростатических микрогенераторов...... № 8

Булярский С. В., Лакалин А. В., Абанин И. Е., Амеличев В. В., Светухин В. В. Напряжение холостого хода бета-батарей на основе кремниевых *p-i-n*-диодов № 6

Кранухин Д. Б. Малошумящие усилители диапазона об 11 ц. Обзор мировых коммерческих разработок № 12 Кузнецов Е. В., Сивченко А. С., Кессаринский Л. Н. Оценка ос-

новных характеристик надежности и радиационной стойкости КМОП ИС с помощью тестовых структур в составе пластин.......№ 9 Кутвицкий В. А., Маслов Л. П., Миронова Е. В., Борисова Е. Я., Несговорова Э. А., Муштанов А. В., Ходин М. А. Формирование сенсорного элемента для определения влажности воздуха на основе электропроводящего полимера № 12 Лагош А. В., Корляков А. В. Механизмы деградации ВЧ Лобач О. В. Беспроводная система мониторинга тепловых потерь на основе МЭМС-сенсора теплового потока № 7 Лысенко И. Е., Ежова О. А. Исследование влияния параметров элементов подвесов на собственную частоту конструкции микромеханического сенсора линейных ускорений . . . № 6 Мальцев П. П., Федоров Ю. В., Гнатюк Д. Л., Матвеенко О. С., Путинцев Б. Г., Зуев А. В. Монолитная интегральная схема Мустафаев Г. А., Мустафаева Д. Г. Прогнозирование надежности пленочных преобразователей по изменению парамет-Обухов И. А., Смирнова Е. А. Нанопровод как активный элемент генератора СВЧ излучения № 8 Парфенов Н. М. Аналитические исследования интегральных МЭМС-акселерометров № 2 Печерская Р. М., Волохов И. В., Гурин С. А., Абдуллин Ф. А. SiC в качестве изоляционного слоя чувствительного элемента тензометрического датчика давления для особо жестких условий эксплуатации № 12 Печерская Р. М., Соловьев В. А., Ракша С. В., Николаев К. О., Кондрашин В. И. Сенсибилизированные красителем солнечные элементы: современное состояние и перспективы развития № 2 Смолин В. К. Высокочастотная микроэлектроника на структурах с кремниевыми подложками № 11 Смолин В. К., Шоболов Е. Л. Вакуумная микроэлектроника перспективный путь создания элементной компонентной базы для эксплуатации в экстремальных условиях . . . № 4 Тимошенков В. П., Родионов Д. В., Хлыбов А. И., Мусаткин А. С., Вертянов Д. В. Исследования 3D СВЧ сборок на полиимидном шлейфе для систем в корпусе № 10 Уваров И. В., Наумов В. В., Королева О. М., Ваганова Е. И., Амиров И. И. Бистабильный МЭМС-переключатель с механизмом активного размыкания электродов № 9 Чесноков В. В., Чесноков Д. В., Райхерт В. А. Акустооптические тонкопленочные устройства на изгибных упругих волнах....№ 2 Шиколенко Ю. Л., Лапин Д. Г., Антонович А. Н. Исследование деградационных процессов в ячейках энергонезависимой памяти методикой контактной сканирующей емкостной микроскопии.....№ 2 Шлемин Д. Л., Лебедев Ю. П., Лысь В. Д. Обзор опыта разработки субмикронных интегральных микросхем в ООО БИОЭЛЕКТРОНИКА Абрамов И. И. Перспективы использования наноэлектроники, наноматериалов и нанотехнологий в исследовании и медицине мозга человека № 1 ПРИМЕНЕНИЕ НМСТ

Куцова Д. С., Богатиков Е. В., Шебанов А. Н., Смирнова К. Г., Глушков Г. И. Анализ состава сложной газовой смеси сенсором на основе цеолита № 9

СИСТЕМЫ НА КРИСТАЛЛЕ

Вишнеков А. В., Ерохин В. В., Иванова Е. М. Выбор IP-блока при разработке системы на кристалле..... № 12

Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Стромынский пер., 4. Телефон редакции журнала (499) 269-5510. E-mail: nmst@novtex.ru Журнал зарегистрирован в Федеральной службе по надзору за соблюдением законодательства в сфере массовых коммуникаций и охране культурного наследия. Свидетельство о регистрации ПИ № 77-18289 от 06.09.04.

Технический редактор Т. А. Шацкая. Корректор Е. В. Комиссарова.

Сдано в набор 21.10.2016. Подписано в печать 22.11.2016. Формат 60×88 1/8. Заказ МС1216. Цена договорная

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