



XIII МОСКОВСКИЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ ИННОВАЦИОННЫЙ ФОРУМ

ТОЧНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ — ОСНОВА КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ

проводится в соответствии с распоряжением Правительства Российской Федерации от 5 апреля 2014 г. № 541-р

17-19 мая 2017 г., Москва, ВДНХ,

павильон 75, «Россия»



ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ

Консолидация усилий власти, науки и бизнеса в развитии отечественного приборостроения для обеспечения нужд промышленности и оборонного комплекса страны, а также повышение эффективности российской системы измерений, совершенствование нормативной базы метрологии с учетом международных тенденций в целях поддержки инноваций и их продвижения.

ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΦΟΡУΜΑ



METROLEXPO-2017

Метрология и Измерения 13-я выставка средств измерений, испытательного оборудования и метрологического обеспечения.



CONTROL&DIAGNOSTIC-2017

Контроль и Диагностика

6-я выставка промышленного оборудования и приборов для технической диагностики и экспертизы.

C	
C	フ

RESMETERING-2017

Учёт энергоресурсов

6-я выставка технологического и коммерческого учета энергоресурсов.



LABTEST-2017

Лабораторное оборудование

5-я выставка аналитических приборов и лабораторного оборудования промышленного и научного назначения.



PROMAUTOMATIC-2017 Автоматизация

5-я выставка оборудования и программного обеспечения для производственных процессов.



WEIGHT SALON 2017

Весовой салон Выставка весового оборудования.

Организаторы Поддержка Международные партнеры Bureau International des Poids et Mesures МИНПРОМТОРГ **OOMET** РОССТАНДАРТ РОССИИ Ключевые Стратегический Генеральный Устроитель и выставочный оператор партнеры выставки партнер спонсор **KEYSIGHT** 8 8 cmcmpou РОСНАНО TECHNOLOGIES КРЭТ

ДИРЕКЦИЯ ФОРУМА

129344, Москва, ул. Искры 31, корп. 1, Технопарк ВДНХ Тел./Факс: +7 (495) 937-40-23 (многоканальный) www.metrol.expoprom.ru E-mail: metrol@expoprom.ru

Том 19. № 3 🔶 2017

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫЙ ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ И ПРИКЛАДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Журнал включен в международные базы данных на платформе Web of Science: Chemical Abstracts Service (CAS), которая входит в Medline, и Russian Science Citation Index (RSCI).

Журнал индексируется в системе Российского индекса научного цитирования (РИНЦ) и включен в международную базу INSPEC

и в перечень научных и научно-технических изданий ВАК России по химическим и техническим наукам.

СОДЕРЖАНИЕ ____

Журнал выпускается при научно-методическом руководстве Отделения нанотехнологий и информационных технологий Российской академии наук Статьи имеют DOI и печатаются в журнале на русском и английском языках

DOI: 10.17587/issn1813-8586 ISSN 1813-8586

Издается с 1999 г.

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)

Релакционный совет:

Редакционный совет: Агеев О. А., д.т.н., проф., чл.-кор. РАН Аристов В. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РА Асеев А. Л., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Гапонов С. В., д.ф.-м.н., проф., акад. РА Грибов Б. Г., д.х.н., чл.-кор. РАН Каляев И. А., д.т.н., проф., акад. РАН Квардаков В. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. І Климов Д. М., д.т.н., проф., акад. РАН Ковальчук М. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. Ј. Дабунов В. А., д.ф.-м.н., проф., акад. НА Лабунов В. А., д.ф.-м.н., проф., акад. НА (Беларусь) Нарайкин О. С., д.т.н., проф., чл.-кор. Наранкин О. С., д.н.н., проф., чл.-кор. Никитов С. А., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. Рыжий В. И., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. I 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. РА Шевченко В. Я., д.х.н., проф., акад. РА Редакционная коллегия: Абрамов И. И., д.ф.-м.н., проф. (Беларуст 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. Викулин В. В., к.х.н., д.т.н., проф. Горнев Е. С., д.т.н., проф. Градецкий В. Г., д.т.н., проф. Кальнов В. А., к.т.н. 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. Леонович Г. И., 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 Рыжии М. В., к.ф.-м.н., проф. (7 Телец В. А., д.т.н., проф. Тимошенков С. П., д.т.н., проф. Тодуа П. А., д.т.н., проф. Хабибуллин Р. А., к.ф.-м.н. Шашкин В. И., д.ф.-м.н., проф. Шептунов С. 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., к.х.н. (ред. перевода) Щетинкин Д. А. (сайт) МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

	ПОДПИСКА: Адрес для переписки:		
	Аннотации и статьи на русском и английском языках доступны на сайте журнала (http://microsystems.ru; http://novtex.ru/nmst/) в разделе "Архив статей с 1999 г.".		
	Фетисов Л. Ю., Серов В. Н., Быковцев Ю. А., Маковкин С. А., Фетисов Ю. К., Казакевич И. С. Пороговый датчик магнитных полей на основе автогенератора с магнитоэлектрическим резонатором	18	
	Смолин В. К. Модификация свойств резистивных элементов термической обработкой	18	
	Козлов Д. В., Смирнов И. П., Жуков А. А., Болотник Н. Н. Микромеханические компоненты микроробототехнических устройств космического назначения	17	
	элементы мнст		
	МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ Старых А. А., Ковалев А. В. Конвейерное суммирование с использованием самосинхронных схем	16	
H	Юхневич А. В., Майер И. А., Усенко А. Е. К технологии изготовления НЭМС-устройств	15	
Н Б Н	Ковалевский А. А., Строгова А. С., Комар О. М. Исследование влияния чистоты поверхности подложек на процесс образования и трансформацию нано- кластеров кремний—германий	14	
Н	Непочатенко В. А., Непочатенко И. А. Определение температурной зависимости параметров кристаллической решетки в сегнетоэлектриках при фазовом переходе m3mF4mm	13	
[Мустафаев Г. А., Мустафаева Д. Г., Мустафаев М. Г. Получение однородных по структуре и равномерных по толщине диэлектрических покрытий при фор- мировании приборных структур	13	

Учредитель:

Издательство "Новые технологии"

по каталогу "Пресса России" (индекс 27849) в редакции журнала (тел./факс: (499) 269-55-10) Стромынский пер., д. 4 e-mail: nmst@novtex.ru

© Издательство "Новые технологии", "Нано- и микросистемная техника", 2017

INTERDISCIPLINARY, SCIENTIFIC, TECHNIQUE AND PRODUCTION JOURNAL

Journal of NANOand MICROSYSTEM TECHNIQUE NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEHNIKA

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

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:

Editorial council: Ageev O. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Cor.-Mem. RAS 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. (Tech.), Prof., Acad. RAS Kaljaev I. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Kaljaev I. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Kaljaev I. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Kovalchuk M. V., 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 Narajkin O. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Nikitov S. A., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS Shevchenko V. Ya, Dr. Sci. (Chem.), Prof., Acad. RAS Sigov A. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS

Editorial board:

Abramov I. I. (Belorussia), Dr. Sci. (Phys.-Math.), 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. Vikulin V. V., Cand. Chem. Sci., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Gornev E. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Gradetskiy V. G., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Kalnov V. A. Cand. Sci. (Tech.), Prof. Gradetskiy V. G., Dr. Sci. (1ecn.), Prof. Kalnov V. A., Cand. Sci. (Tech.) Karjakin A. A., Dr. Sci. (Chem.), Prof. Khabibullin R. A., Cand. Sci. (Phys.-Math.) Kolobov Ju. R., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Kuzin A. U., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Leonovich G. I., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Dencide A. E. Dr. Sci. (Tech.), Prof. Leonovich G. I., 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. Shashkin V. I., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Sheptunov S. 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., Cand. Sci. (Chem.) Shchetinkin D. A. (site)

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 international databases of the chemical sciences - Chemical Abstracts Service (CAS) and of the engineering sciences - INSPEC, and it is also indexed

in the Russian Science Citation Index (RSCI) based on the Web of Science platform.

Vol. 19

No. 3

2017

The Journal is included in the Russian System of Science Citation Index

and the List of Journals of the Higher Attestation Commission of Russia.

Its articles have DOI and are printed in the Journal in Russian and English languages.

The Journal is published under the scientific-methodical guidance of the Branch of Nanotechnologies and Information Technologies of the Russian Academy of Sciences.

CONTENTS

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS **OF MNST**

Mustafaev G. A., Mustafaeva D. G., Mustafaev M. G. Obtaining of Dielectric Coatings, Uniform by Their Structure and Thickness,

Nepochatenko V. A., Nepochatenko I. A. Determination of the Temperature Dependence of the Lattice Parameters in Ferroelectrics

Kovalevsky A. A., Strogova A. S., Komar O. M. Investigation of the Influence of Cleanliness of the Substrate Surface on Formation and Transformation of the Silicon–Germanium Nanoclusters 155

Yukhnevich A. V., Maier I. A., Usenko A. E. Concerning NEMS Production Technology

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

Starykh A. A., Kovalev A. V. Pipeline Addition Based on the Self-

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Kozlov D. V., Smirnov I. P., Zhukov A. A., Bolotnik N. N. Micromechanical Components for the Space Micro Robotic Devices . . . 177

Smolin V. K. Modification of the Properties of the Resistive Elements

Fetisov L. Yu., Serov V. N., Bukovtsev Yu. A., Makovkin S. A., Fetisov Yu. K., Kazakevich I. S. Threshold Magnetic Field Sensor Based on an Oscillator with a Magnetoelectric Resonator in the

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

УДК 621.386

DOI: 10.17587/nmst.19.131-136

Г. А. Мустафаев, д-р техн. наук, проф., Д. Г. Мустафаева, канд. техн. наук, доц., e-mail: dzhamilya79@yandex.ru, М. Г. Мустафаев, канд. техн. наук, ассистент ФГБОУ ВО "Северо-Кавказский горно-металлургический институт (Государственный технологический университет)", г. Владикавказ

ПОЛУЧЕНИЕ ОДНОРОДНЫХ ПО СТРУКТУРЕ И РАВНОМЕРНЫХ ПО ТОЛШИНЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ПРИБОРНЫХ СТРУКТУР

Поступила в редакцию 13.07.2016

Проведен анализ условий получения однородных по структуре диэлектрических покрытий на поверхности подложки. Рассмотрены вопросы получения диэлектрических покрытий при формировании приборных структур интегральной электроники, улучшения структурной однородности и снижения разброса по толщине диэлектрических покрытий. Определены условия формирования равномерных по толщине и однородных по структуре диэлектрических покрытий. Показано, что обеспечение качества и надежности диэлектрических покрытий достигается сочетанием материалов металлизации и диэлектрика, условий их получения и последующих термообработок, низкой плотностью микропор в межслойном диэлектрике, которая определяется качеством подготовки поверхности подложки и толщиной самого диэлектрика. Рассмотрены возможности получения качественных многоуровневых межсоединений в многослойных структурах с чередующимися слоями металла и диэлектрика. Показано, что свойства диэлектрических пленок зависят от условий их получения, свойств нижнего слоя межсоединений и определяются также материалом и режимами получения верхнего слоя межсоединений.

Ключевые слова: структура, диэлектрик, пленка, процесс, термообработка, качество, надежность, толщина, дефект, материал, рельеф

Введение

Основные направления работ и усилия на производственных предприятиях направлены на решение задач повышения качества и надежности изделий. Повышенные требования к качеству и надежности изделий приборостроения вызывает необходимость их обеспечения с начала разработки — выбора исходных материалов, структуры, конструкции, принципов построения и проведения технологического процесса. Работы по обеспечению качества и надежности проводятся на всех стадиях изготовления изделий.

Для предприятий приборостроения характерны сложность, большое число физических и химических операций, большая чувствительность к отклонениям в проведении технологических процессов [1, 2]. Соответствие параметров интегральных элементов предъявляемым требованиям в технологическом процессе их изготовления можно обеспечить путем формирования равномерных по толщине и однородных по структуре диэлектрических покрытий и технологическими режимами проведения операций.

Анализ условий получения однородных по структуре диэлектрических покрытий на поверхности подложки

Надежность межсоединений приборных структур существенно зависит от качества диэлектриков, которые должны обладать высокой диэлектрической прочностью, низким механическим напряжением, хорошей адгезией, быть хорошо совместимы с другими материалами примыкающих к ним слоев многоуровневых межсоединений, быть технологичными при нанесении и последующей их обработке. Требование технологичности является особенно критичным для современных элементов интегральной электроники [3, 4], в которых число контактных окон между уровнями межсоединений к диффузионным областям достаточно велико. Высокое качество контактных окон может быть гарантировано при тщательном выполнении требований к процессам фотолитографии и последующего травления окон [5, 6]. Особое внимание при этом уделяют получению однородного по структуре и равномерного по толщине диэлектрического покрытия на поверхности подложки со сложным рельефом.

Осуществление данной технической задачи затруднено по следующим причинам. Во-первых, при использовании метода осаждения из газовой фазы, обеспечивающего высокую равномерность покрытия, неоднородность по толщине составляет около 20 %. Это может быть связано с трудностью управления потоками газообразных исходных веществ в зоне реакции большой протяженности, характерной для современных высокопроизводительных установок осаждения диэлектриков.

Во-вторых, скорость осаждения пленок на поверхности со сложным ступенчатым рельефом не является величиной постоянной на горизонтальных и вертикальных участках поверхности ступеней. Это явление не связано с химическими причинами при получении пленок и различием в температурах при металлизации и получением диэлектрического слоя. Комбинация этих факторов приводит к получению диэлектрической пленки, неоднородной по толщине и плотности.

В-третьих, на профиль диэлектрической пленки влияют материалы подложки и металлизации нижнего уровня межсоединений, профиль металлических дорожек, а также геометрия и толщина самой оксидной пленки.

Тонкие пленки хорошо покрывают ступени металлизации, однако их диэлектрическая прочность мала из-за высокой пористости. Проведенные исследования и анализ показывают, что при отношении толщин пленок диэлектрика и металлизации в пределах от 1 до 2 покрытие является сплошным, и такой профиль позволяет получить равномерный сплошной слой металлизации межсоединений. Кроме того, снижение скорости осаждения диэлектрика и предварительная обработка поверхности металлизации для сглаживания кромок ступеней также приводит к улучшению структурной однородности и снижению разброса по толщине диэлектрических покрытий.

Формирование равномерных по толщине и однородных по структуре диэлектрических покрытий

Обеспечение качества и надежности диэлектрических покрытий достигается сочетанием материалов металлизации и диэлектрика, условий их получения и последующих термообработок. Проблема растрескивания межслойного диэлектрика является одной из наиболее сложных при создании высоконадежных многоуровневых межсоединений.

Растрескивание диэлектрика зависит от скорости его охлаждения после процесса осаждения. При медленной скорости охлаждения в диапазоне температур 750...420 К растрескивание диэлектрика практически отсутствует. Для получения качественных многоуровневых межсоединений важным является обеспечение низкой плотности микропор в межслойном диэлектрике для исключения возможности замыканий между уровнями металлизации. Плотность микропор в диэлектрике определяется качеством подготовки поверхности подложки и толщиной самого диэлектрика.

Для разных материалов подложки критическая толщина различна, так для кремния она составляет около $0,6 \cdot 10^{-6}$ м, а диоксида кремния $(0,75...0,85) \cdot 10^{-6}$ м. Такое возрастание дефектности диэлектрика связано с процессами рекристаллизации и увеличением размера зерна алюминия во время процесса осаждения диэлектрика. По этой же причине возрастает дефектность диэлектрика при увеличении температуры его осаждения при малых толщинах пленок.

Тщательная подготовка поверхности подложки позволяет снизить пористость пленок при толщине оксида $0,2 \cdot 10^{-6}$ м. При некачественной обработке поверхности и малых толщинах оксида плотность микропор сильно возрастает. При толщине пленок около $0,4 \cdot 10^{-6}$ м пористость практически отсутствует.

Термообработка диэлектрических пленок после осаждения влияет на их характеристики вследствие изменения величины внутренних напряжений. Исследование внутренних напряжений диэлектрических пленок показало, что они вызываются главным образом термическими и структурными факторами.

Термические напряжения возникают во время осаждения пленки и распределены неравномерно по всей толщине системы пленка — подложка. Их значение максимально на границе раздела пленка подложка и минимально на внешней поверхности пленки. Оно определяется различием температурных коэффициентов расширения пленки и подложки, для многих диэлектрических пленок термические напряжения прямо пропорциональны толщине пленки. Следует отметить, что соотношение температурных коэффициентов расширения пленки и подложки не только влияют на величину, но и на знак термических напряжений.

Структурные напряжения в пленке диэлектрика возникают в процессе осаждения пленки и определяются условиями его проведения (температурой подложки, скоростью осаждения и т.д.). Например, при высоких парциальных давлениях кислорода в реакционной камере в пленках наблюдаются напряжения сжатия. По мере снижения концентрации кислорода величина напряжений уменьшается до нуля, и затем происходит переход в растягивающие напряжения, снижение которых наблюдается также при повышении температуры подложки. Вероятно, это связано с увеличением структурного совершенства пленки при ее осаждении вследствие повышения подвижности адсорбированных атомов.

Уменьшение структурных напряжений после термообработок связано со снижением плотности точечных дефектов и увеличением плотности пленок. Действие этого эффекта усиливается по мере увеличения температуры обработки в зависимости от природы материала диэлектрической пленки. Анализ показал, что термообработка диэлектрических пленок, склонных к кристаллизации при повышенных температурах, приводит к значительному увеличению плотности пор и микротрещин, нарушению связи между пленкой и подложкой.

Механизм возникновения структурных напряжений в диэлектрических пленках довольно сложен и определяется многими факторами: эффектами поверхностного натяжения в пленках, природой кристаллических дефектов, равномерностью кристаллической структуры по толщине пленки и т.д. Так, если пленка состоит из отдельных кристаллов, то наиболее вероятным является возникновение напряжений сжатия в пленке, которые вызваны поверхностным натяжением в отдельных кристаллах. Но если размеры пустот малы, т.е. кристаллы расположены достаточно близко, то между ними действуют силы взаимодействия, вызывающие появление в пленке напряжений растяжения. Таким образом, напряжения в диэлектрической пленке определяются соотношением напряжений сжатия и растяжения. Степень влияния сил взаимодействия на внутренние напряжения в пленке уменьшается при увеличении ее пористости.

В многослойных структурах с чередующимися слоями металла и диэлектрика свойства диэлектрических пленок существенным образом зависят не только от условий их получения и свойств нижнего слоя межсоединений, но определяются также материалом и режимами получения верхнего слоя межсоединений. Изменения свойств каждого отдельного слоя, даже незначительные по абсолютной величине, в многослойных структурах могут компенсироваться или складываться, приводя тем самым к отказу. Особенно в случае, когда внутренние напряжения в отдельных пленках системы имеют один знак независимо от того, являются ли они исходными собственными напряжениями или изменяют свою величину и знак под действием термообработок. В этой системе происходит складывание напряжений. В результате может быть превышен предел прочности соединения нижнего слоя с подложкой, и произойдет нарушение адгезии этого слоя.

Другим вариантом действия высоких внутренних напряжений является металлизация верхнего уровня в областях с максимальной концентрацией напряжений. Применение специальных технологических приемов, например, медленное охлаждение после процесса осаждения верхнего слоя межсоединений, приводит к значительному снижению внутренних напряжений, вызванных разницей в температурных коэффициентах расширения металлической и диэлектрической пленок. Особо важно проведение медленного охлаждения после любых термообработок алюминиевой металлизации. В этих условиях обеспечивается низкая скорость рекристаллизации и, следовательно, минимальное нарушение однородности поверхности металлизации, снижение внутренних напряжений в диэлектрической пленке.

Заключение

Для получения качественных многоуровневых межсоединений важным является обеспечение низкой плотности микропор в межслойном диэлектрике. Плотность микропор в диэлектрике определяется качеством подготовки поверхности подложки и толщиной самого диэлектрика. Структурные напряжения в пленке диэлектрика определяются условиями процесса осаждения пленки.

В многослойных структурах свойства диэлектрических пленок зависят от условий их получения и свойств нижнего слоя межсоединений, а также определяются материалом и режимами получения верхнего слоя межсоединений. Применение технологических приемов обеспечивает минимальное нарушение однородности поверхности металлизации, снижение внутренних напряжений в диэлектрической пленке.

Предложенные подходы и способы позволяют получить однородные по структуре и равномерные по толщине диэлектрические покрытия, обеспечивающие требуемое качество и надежность приборных структур на их основе, а также создать приборы высокого качества с требуемыми параметрами. При производстве изделий обеспечение качества требуемых параметров осуществляется путем контролирования и регулирования процессов, а также принятием мер по снижению дефектов структуры.

Список литературы

1. **Мустафаев М.** Г. Системный подход к обеспечению качества изделий // Автоматизация и современные технологии, 2007. № 1. С. 43-45.

2. Мустафаев М. Г. Влияние конструктивно-технологических факторов на характеристики надежности приборных структур // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения, 2010. Т. 10, № 4. С. 254—256.

3. Мустафаев М. Г. Некоторые проблемы при создании микроэлектронных приборных структур // Современные проблемы радиоэлектроники: сборник научных трудов. Красноярск: ИПК СФУ, 2009. С. 263—267.

4. **Мустафаев Г. А., Мустафаев М. Г.** Обеспечение качества и надежности пленочных приборных структур // Приборы. 2010. № 10. С. 49—53.

5. Коледов Л. А. Технология и конструкции микросхем, микропроцессоров и микросборок. М.: Лань, 2007. 400 с.

6. **Курносов А. И., Юдин В. В**. Технология производства полупроводниковых приборов и интегральных схем. М.: Высшая школа, 1986. 368 с.

G. A. Mustafaev, D. Sc., Professor, D. G. Mustafaeva, Ph. D., Associate Professor, dzhamilya79@yandex.ru, M. G. Mustafaev, Ph. D., Assistant

North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, 362021, Russian Federation

Corresponding author:

Mustafaeva Dzhamilya G., Associate Professor, North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, 362021, Russian Federation, e-mail: dzhamilya79@yandex.ru

Obtaining of Dielectric Coatings, Uniform by Their Structure and Thickness, During Formation of the Instrument Structures

Received on July 13, 2016 Accepted on August 22, 2016

An analysis was done of the conditions for obtaining of a homogeneous structure of the dielectric coatings on a substrate surface. The discussed problems concerned obtaining of dielectric coatings during formation of the integrated electronic device structures, improvement of the structural homogeneity and reduction of the thickness variations in the dielectric coatings. The conditions were determined for formation of the dielectric coatings with the uniform thicknesses and homogeneous structures. It was demonstrated that the quality and reliability of the dielectric coatings was achieved by a combination of the metallization materials and a dielectric, the conditions of their preparation and the subsequent heat treatment, low density of the micropores in the interlayer dielectric, which was determined by the quality of preparation of the substrate surface and the thickness of the dielectric itself. Opportunities were discussed for obtaining of high-quality multi-level interconnections in the multilayer structures with the alternating layers of a metal and a dielectric. It was demonstrated that the properties of the dielectric films depended on their production conditions, properties of the lower layer of the interconnections, and they were also determined by the material and the production modes of the upper layer of the interconnections.

Keywords: structure, dielectric, film, process, heat treatment, quality, reliability, thickness, defect, material, relief

For citation:

Mustafaev G. A., Mustafaeva D. G., Mustafaev M. G. Obtaining of Dielectric Coatings, Uniform by Their Structure and Thickness, During Formation of the Instrument Structures, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 121–136.

DOI: 10.17587/nmst.19.131-136

Introduction

The basic directions of work in the industrial enterprises are aimed to increase the quality and reliability of products. The quality and reliability of products demand, first of all, development of the initial materials, structure, design, principles of construction and carrying out of the technological processes. The works intended to ensure the products' quality and reliability are realized at all the production stages.

The instrument making enterprises are characterized by complexity, a big number of physical and chemical operations, and high sensitivity in carrying out of the technological processes [1, 2]. During the technological process manufacturing of the integrated elements it is possible to ensure conformity of their parameters to the requirements by formation of the uniform thicknesses and homogeneous structures of the dielectric coatings, and by the technological modes of operations.

Analysis of the conditions for obtaining of the dielectric coatings, homogeneous by their structure, on the substrate surface

Reliability of the interconnections of the instrument structures depends on the quality of the dielectrics, which should have a high dielectric durability, low mechanical stress, good adhesion, they should also be well compatible with the other materials of the adjoining layers of the multilevel interconnections, and be technological for deposition and the subsequent processing. The requirement for adaptability to manufacture is especially critical for the elements of the integrated electronics [3, 4], in which the number of the contact windows between the levels of the interconnections to the diffusion areas is great enough. High quality of the contact windows can be guaranteed, if the requirements to the photolithography and the subsequent etching of the windows [5, 6] are met. Special attention is given to reception of the homogeneous by structure and uniform by thickness dielectric coating on the substrate surface with a complex relief.

Realization of the technical task is complicated by the following reasons.

Firstly, if a deposition from the gas phase, ensuring high uniformity, is used, a coating with the heterogeneity of the thickness of about 20 % is needed. This can be connected with a problem of control of the flows of the gaseous substances in an extensive reaction zone, typical for the high-efficiency installations for deposition of the dielectrics.

Secondly, the speed of deposition of the films on the surface with a complex step relief is not a constant on the horizontal and vertical sites of the surface of the steps. This is not connected with the chemical reasons during reception of the films and different temperatures during metallization and reception of a dielectric layer. The combination of the factors leads to obtaining of a dielectric film, non-uniform by the thickness and density.

Thirdly, the profile of a dielectric film is influenced by the materials of the substrate and metallization of the bottom level of the interconnections, the profile of the metal paths, the geometry and thickness of the oxide film itself.

Thin films cover the metallization steps well enough, however, their dielectric durability is small because of high porosity. Research and analysis show, that at the correlation of the films' thickness of a dielectric and metallization within the limits from 1 up to 2 the coating is continuous and the profile allows us to receive a uniform continuous layer of metallization of the interconnections. Lowering of the speed of deposition of the dielectric and preliminary processing of the surface of metallization for smoothing of the edges of the steps, leads to improvement of the structural uniformity and a decrease of the spread of thickness of the dielectric coatings.

Formation of the dielectric coatings, uniform by their thickness and homogeneous by their structure

The quality of the dielectric coatings is reached due to a combination of the materials for metallization and dielectric, the conditions for reception and the subsequent heat treatments. The problem of alligatoring of the interlaminar dielectric is one of the most difficult in creation of the highly reliable multilevel interconnections.

Alligatoring of a dielectric depends on the speed of its cooling after the deposition. At a slow speed of cooling, within the range of 750...420 K, alligatoring of a dielectric is practically absent. For reception of the quality multilevel interconnections it is important to ensure a low density of the micropores in the interlaminar dielectric in order to eliminate a possibility of bridging between the metallization levels. The density of a micropore is determined by the quality of preparation of the surface of a substrate and thickness of the dielectric itself.

For different materials of the substrate the critical thickness varies, so for silicon it is about $0.6 \cdot 10^{-6}$ m, and for silicon dioxide (0.75...0.85) it equals to 10^{-6} m. Such an increase in defectiveness of a dielectric is connected with a recrystallization and increase in the size of the grain of aluminum during deposition of the dielectric. Due to the same reason the defectiveness of a dielectric increases with an increase of the temperature of its deposition at small films' thicknesses.

A thorough preparation of the surface of a substrate allows us to lower the porosity at the thickness of oxide of $0.2 \cdot 10^{-6}$ m. In case of a poor-quality processing of the surface and small thickness of the oxide the density of the micropores increases greatly. At the thickness of the films of about $0.4 \cdot 10^{-6}$ m the porosity is practically absent.

Heat treatment of the dielectric films after deposition influences their characteristics owing to the change of the internal stresses. Research of the internal stresses of the dielectric films demonstrated that they were caused mainly by the thermal and structural factors.

The thermal stresses arise during the deposition and they are distributed non-uniformly by the thickness of the film substrate system. They are maximal on the film — substrate border and minimal on the external surface of a film. It is determined by the difference in temperature coefficients of expansion of a film and a substrate, for many dielectric films the thermal stresses are directly proportional to the thickness of a film. It is necessary to point out, that the correlation of the temperature coefficients of expansion of a film and a substrate influence the value and the sign of the thermal stresses.

The structural stresses in a dielectric film arise during deposition of a film and they are determined by the conditions of its carrying out (substrate temperature, speed of deposition, etc.). For example, at high partial pressures of oxygen in the reactionary chamber the compression stresses are observed in the films. In the process of decrease of the concentration of oxygen the value of the stresses decreases down to zero, and then a transition occurs into the stretching stresses, which decrease, when the temperature of the substrate rises. Possibly, this is connected with a higher structural perfection of a film during its deposition due to the increase of mobility of the adsorbed atoms. Reduction of the structural stresses after the heat treatments is connected with a decrease of the density of the dot defects and increase of the density of the films. Action of the effect amplifies with an increase of the temperature of processing depending on the nature of the material of the dielectric film. An analysis demonstrated, that a heat treatment of the dielectric films inclined to crystallization at higher temperatures, leads to an increase of the density of the pores and microcracks, and disruption of the bonds between a film and a substrate.

The mechanism of the structural stresses in the dielectric films is complex and determined by many factors: effect of the surface tension in the films, the nature of the crystal defects, uniformity of the crystalline structure by the thickness of a film, etc. If a film consists of separate crystals, occurrence of the compression stresses in a film, caused by the surface tension in separate crystals, is the most probable. If the sizes of the cavities are small, i.e. the crystals are located close enough, there are forces of interaction between them causing occurrence of tensile stresses in a film. Thus, the stresses in a dielectric film are determined by a correlation of the compression stresses and the tensile stresses. The degree of the influence of the interaction forces in a film decreases, when its porosity is increased.

In the multilayered structures with the alternating layers of a metal and a dielectric the properties of the dielectric films depend not only on the conditions of their reception and the properties of the bottom layer of the interconnections, but they are also determined by the material and modes of reception of the top layer of the interconnections. Changes in the properties of each separate layer, even insignificant in the absolute value, in the multilayered structures can lead to a failure. Especially, when the internal stresses in separate films of the system have the same sign irrespective of the fact, whether are they are the initial own stresses or they change their value and sign under the influence of the heat treatments. In this system there is a summation of the stresses. As a result the limit of strength of the connection of the bottom layer with the substrate can be exceeded and the adhesion of this layer can be infringed.

Another version of action of the high internal stresses is metallization of the top level in the areas with the maximal concentration of stresses. Application of special processing methods, for example, slow cooling after the deposition of the top layer of the interconnections, leads to a considerable decrease of the internal stresses caused by the difference in the temperature expansion coefficients of a metal and a dielectric film. Of special importance is a slow cooling after any heat treatment of the aluminum metallization. These conditions ensure a low speed of recrystallization and, hence, the minimal infringement of the uniformity of the surface of metallization, and a decrease of the internal stresses in the dielectric film.

Conclusion

For reception of the quality multilevel interconnections it is important to ensure a low density of the micropores in the interlaminar dielectric. This density in the dielectric is determined by the quality of preparation of the surface of the substrate and thickness of the dielectric. The structural stresses in the dielectric film are determined by the conditions of deposition of the film.

In the multilayered structures the properties of the dielectric films depend on the conditions of their reception and the properties of the bottom layer of the interconnections, and they are determined by the material and modes of reception of the top layer of the interconnections. Application of the technological methods ensures a minimal infringement of the uniformity of the surface of metallization, and a decrease of the internal stresses in a film.

The proposed approaches allow us to receive homogeneous by the structure and uniform by thickness dielectric coatings, which ensure quality and reliability of the instrument structures on their basis, and to create devices of high quality with the demanded parameters. During their manufacture the quality of the demanded parameters is ensured by control of the processes and adoption of measures aimed to decrease the defects in the structure.

References

1. **Mustafaev M. G.** Sistemnyj podhod k obespecheniju kachestva izdelij, *Avtomatizacija i sovremennye tehnologii*, 2007, no. 1, pp. 43–45 (in Russian).

2. **Mustafaev M. G.** Vlijanie konstruktivno-tehnologicheskih faktorov na harakteristiki nadezhnosti pribornyh struktur, *Fun-damental'nye problemy radiojelektronnogo priborostroenija*, 2010, vol. 10, no. 4, pp. 254–256 (in Russian).

3. **Mustafaev M. G.** Nekotorye problemy pri sozdanii mikrojelektronnyh pribornyh struktur, *Sovremennye problemy radiojelektroniki:* sbornik nauchnyh trudov. Krasnojarsk: IPK SFU, 2009, pp. 263–267 (in Russian).

4. **Mustafaev G. A., Mustafaev M. G.** Obespechenie kachestva i nadezhnosti plenochnyh pribornyh struktur, *Pribory*, 2010, no. 10, pp. 49–53 (in Russian).

5. Koledov L. A. Tehnologija i konstrukcii mikroshem, mikroprocessorov i mikrosborok, Moscow, Lan', 2007, 400 p. (in Russian).

6. Kurnosov A. I., Judin V. V. Tehnologija proizvodstva poluprovodnikovyh priborov i integral'nyh shem, Moscow, Vysshaja shkola, 1986, 368 p. (in Russian).

УДК 538.953; 538.911

DOI: 10.17587/nmst.19.136-148

В. А. Непочатенко, д-р физ.-мат. наук, доц., зав. каф., И. А. Непочатенко, аспирант, e-mail: vnepochatenko@gmail.com Белоцерковский национальный аграрный университет, Белая Церковь, 09117, Украина

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ ПАРАМЕТРОВ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКАХ ПРИ ФАЗОВОМ ПЕРЕХОДЕ m3mF4mm

Поступила в редакцию 07.10.2016

Из условия сохранения макросимметрии параэлектрической фазы в полидоменном кристалле предложен метод определения температурных зависимостей параметров кристаллической решетки сегнетоэлектриков со структурным фазовым переходом m3mF4mm. Получено три аналитических решения для фазового перехода второго рода. Предложен метод вычисления температур и температурного гистерезиса при фазовом переходе первого рода. Анализ полученных решений сделан на примере BaTiO₃.

Ключевые слова: сегнетоэлектрик, параметры кристаллической решетки, сохранение макросимметрии, BaTiO₃

Введение

При полиморфных фазовых переходах с понижением симметрии в сегнетоэластиках и многоосных сегнетоэлектриках образуется доменная структура с различными ориентационными состояниями (ОС) [1, 2]. В сегнетофазе существуют спонтанные повороты кристаллографических осей, обусловленные смещениями атомов и поворотами групп атомов (тетраэдров, октаэдров) при изменении спонтанной деформации [3—5]. В результате этого образуются близкие ориентационные состояния (субориентационные), которые отличаются направлением спонтанного поворота [5-7]. Разные ОС можно совместить с помошью элементов симметрии парафазы, которые утрачиваются, а субориентационные — не утрачиваются при структурном фазовом переходе [1, 2, 8]. Число возможных ОС определяется симметрией парафазы [8].

При структурном фазовом переходе m3mF4mm возможны 12 ориентационных состояний и 24 элект-

рических домена [3, 9]. В сегнетоэлектрической фазе параметрам решетки соответствуют определенные по значению и знаку спонтанные повороты кристаллографических осей смежных доменов. Значение угла и направление оси спонтанного поворота можно определить из уравнений доменных стенок, полученных в двух кристаллофизических системах координат, соответствующих параэлектрической и сегнетоэлектрической фазам [10, 11].

Ориентационное согласование между различными ОС в полидоменном кристалле будет выполняться при условии, когда спонтанные повороты, определяемые структурой доменной стенки, будут равны спонтанным поворотам кристаллографических осей смежных доменов при любой температуре сегнетоэлектрической фазы [12]. Поэтому в кристалле должны выполняться определенные соотношения между значениями параметров решетки, в противном случае полидоменный кристалл разрушится. В работе [13] предложен метод определения температурной зависимости параметров решетки при структурном фазовом переходе второго рода 4/mF2/m, основанный на условии сохранения макросимметрии параэластической фазы в полидоменном кристалле. Представляет интерес применение этого метода для сегнетоэлектрического фазового перехода m3mF4mm. В работе рассмотрено два варианта: фазовый переход второго рода и фазовый переход первого рода. Температура и температурный гистерезис фазового перехода первого рода определяли из анализа упругих деформаций, возникающих при когерентном согласовании решеток зародыша и исходной фазы. Анализ полученных решений сделан на примере BaTiO₃.

1. Определение температурных зависимостей параметров решетки в параэлектрической и сегнетоэлектрической фазах при структурном фазовом переходе m3mF4mm

Монокристалл ВаТіО₃ является многоосным сегнетоэлектриком, в котором при температуре (в зависимости от технологии получения кристалла) 120...130 °С наблюдается фазовый переход первого рода из параэлектрической кубической фазы (Pm3m) в тетрагональную сегнетоэлектрическую фазу (P4mm) [3, 14, 15]. В кубической фазе ориентация кристаллографической системы координат является стабильной, поскольку нет спонтанных поворотов кристаллографических осей. В тетрагональной фазе четыре типа субориентационных состояний отличаются как знаком угла, так и направлением оси спонтанного поворота α_с (вокруг одной из двух возможных осей симметрии 4-го порядка параэлектрической фазы) [3, 9, 16]. Величину α, можно определить из формулы [9, 16]:

$$\alpha_s = \pm \arccos(a_t + c_t) / \left(\sqrt{2} \sqrt{a_t^2 + c_t^2}\right), \qquad (1)$$

где a_t и c_t — параметры решетки тетрагональной фазы.

Выберем следующую кристаллофизическую систему координат: X_1 совпадает с направлением оси *с*; X_2 — с осью *b*; X_3 — с осью *a*. Тензоры теплового расширения, которые соответствуют четырем субориентационным состояниям (S_{11} , S_{12} , S_{13} , S_{14}), в системе координат парафазы имеют вид [9]:

$$E_{11} = \begin{pmatrix} e'_{11} & e'_{12} & 0 \\ e'_{22} & 0 \\ e_{22} \end{pmatrix}, \quad E_{12} = \begin{pmatrix} e'_{11} & -e'_{12} & 0 \\ e'_{22} & 0 \\ e'_{22} & 0 \\ e'_{22} \end{pmatrix},$$
$$E_{13} = \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & e'_{12} \\ e_{22} & 0 \\ e'_{22} \end{pmatrix}, \quad E_{14} = \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & -e'_{12} \\ e_{22} & 0 \\ e'_{22} \end{pmatrix}, \quad (2)$$



Рис. 1. Температурные зависимости параметров решетки a_t (зависимость 1), c_t (зависимость 2), a_u (зависимость 3), a_c (зависимость 4) в ВаТіО₃

Fig. 1. Temperature dependences of the lattice parameters a_t (dependence 1), c_t (dependence 2), a_u (dependence 3), a_c (dependence 4) in BaTiO₃

где $e'_{11} = \cos^2(\alpha_s)e_{11} + \sin^2(\alpha_s)e_{22}$; $e_{11} = c_t/a_c - 1$; $e'_{12} = \sin(\alpha_s)\cos(\alpha_s)(e_{22} - e_{11})$; $e_{22} = a_t/a_c - 1$; $e'_{22} = \cos^2(\alpha_s)e_{22} + \sin^2(\alpha_s)e_{11}$; a_c, a_t, c_t — параметры решетки кубической и тетрагональной фаз.

Тензоры теплового расширения остальных восьми ОС можно получить из (2), преобразуя их с помощью операций симметрии парафазы (поворот на 90° вокруг осей 4-го порядка парафазы, которые совпадают с направлением X_2 или X_3).

Из условия сохранения макросимметрии в полидоменном кристалле [17] для фазового перехода m3mF4mm получаем усредненный тензор теплового расширения *E*_µ для 12 возможных OC:

$$E_{u} = \frac{1}{12} \sum_{i=1}^{12} E_{i} =$$

$$= \begin{pmatrix} (e_{11} + 2e_{22})/3 & 0 & 0 \\ (e_{11} + 2e_{22})/3 & 0 \\ (e_{11} + 2e_{22})/3 & 0 \\ (e_{11} + 2e_{22})/3 \end{pmatrix}. (3)$$

Тензор *E_u* соответствует симметрии параэлектрической кубической фазы.

Из тензора E_u получаем температурную зависимость параметра a_u кубической решетки усредненного полидоменного кристалла:

$$a_u(t) = (c_t(t) + 2a_t(t))/3,$$
 (4)

где a_t и c_t — параметры тетрагональной решетки сегнетоэлектрической фазы.

Из экспериментальной температурной зависимости кристаллографических параметров решетки в BaTiO₃ [14] и вычисленных значений a_u (рис. 1), можно сделать вывод, что параметр кубической фазы a_c и усредненный параметр a_u имеют зависимость от температуры, близкую к линейной. В работе [13] предложено такую температурную зависимость описывать экспоненциальной функцией. Поэтому температурной зависимости этих параметров будут соответствовать следующие функции:

$$a_c(t) = k_0 \cdot \exp(k_1 t); \tag{5}$$

$$a_u(t) = k_2 \cdot \exp(k_3 t). \tag{6}$$

Для определения коэффициентов k_0 , k_1 , k_2 , k_3 необходимо знать экспериментальные значения a_c при двух произвольных температурах t_1 , t_2 (a_{c1} , a_{c2}) в параэлектрической фазе и c_t , a_t при температурах t_3 , t_4 (c_{f3} , c_{f4} , a_{f3} , a_{f4}) в пределах тетрагональной фазы. С учетом предложенных обозначений получаем:

$$k_{1} = \frac{\ln(a_{c2}) - \ln(a_{c1})}{t_{2} - t_{1}}; \quad k_{0} = \frac{a_{c1}}{\exp(k_{1}t_{1})};$$

$$k_{3} = \frac{\ln(a_{u2}) - \ln(a_{u1})}{t_{4} - t_{3}}; \quad k_{2} = \frac{a_{u1}}{\exp(k_{3}t_{3})}, \quad (7)$$

где $a_{u1} = (c_{t3} + 2a_{t3})/3, a_{u2} = (c_{t4} + 2a_{t4})/3.$

Параметр *a_v* псевдокубической решетки, соответствующий тетрагональной фазе, можно определить из условия сохранения объема кристаллической ячейки:

$$a_{\nu}(t) = \sqrt[3]{c_t(t) \cdot a_t(t)^2}$$
 (8)

Параметр $a_v(t)$ немного меньше соответствующих значений $a_u(t)$ в сегнетоэлектрической фазе, но они равны при температуре фазового перехода второго рода (или гипотетического фазового перехода второго рода). Поэтому его температурной зависимости также соответствует экспоненциальная функция, близкая к линейной:

$$a_{\nu}(t) = k_4 \cdot \exp(k_5 t), \tag{9}$$

где
$$k_5 = \frac{\ln(a_{v2}) - \ln(a_{v1})}{t_4 - t_3}; k_4 = \frac{a_{v1}}{\exp(k_5 t_3)};$$

 $a_{v1} = \sqrt[3]{c_{t3} \cdot a_{t3}^2}; a_{v2} = \sqrt[3]{c_{t4} \cdot a_{t4}^2}.$

Температуру фазового перехода второго рода (или гипотетического фазового перехода второго рода) *t*₀ определим из условия

$$a_{v}(t_{0}) = a_{u}(t_{0}). \tag{10}$$

Из (6), (9), (10) получаем

$$t_0 = (\ln(k_4) - \ln(k_2)/(k_3 - k_5).$$
(11)

Поскольку при фазовом переходе второго рода

$$a_{v}(t_{0}) = a_{u}(t_{0}) = a_{c}(t_{0}) = a_{0} = k_{0} \cdot \exp(k_{1}t_{0}),$$
 (12)

то сделаем небольшую коррекцию формул с учетом возможных экспериментальных неточностей параметров решетки при определении значений коэффициентов k_3 , k_5 :

$$k_3 = \frac{\ln(a_0) - \ln(a_{u1})}{t_0 - t_3}; \quad k_5 = \frac{\ln(a_0) - \ln(a_{v1})}{t_0 - t_3}.$$
(13)

Из (4), (6), (8), (9) и (13) получаем систему уравнений:

$$\begin{cases} (c_t(t) + 2a_t(t))/3 = a_u(t); \\ c_t(t) \cdot a_t^2(t) = a_v^3(t). \end{cases}$$
(14)

Поскольку

$$a_t(t) = (3a_u(t) - c_t(t))/2,$$
 (15)

то из (14) получаем кубическое уравнение:

$$c_t(t)^3 + ac(t)^2 + bc_t(t) + c = 0,$$
(16)

где $a = -6a_u(t); b = 9a_u^2(t); c = -4a_v^3(t).$

Используя тригонометрическое решение [18], получаем три корня, соответствующие температурным зависимостям тетрагонального параметра c_i :

$$c_{1t}(t) = 2\sqrt{-\frac{p}{3}}\cos\left(\frac{\alpha}{3}\right) - \frac{a}{3};$$
 (17)

$$c_{2l}(t) = -2\sqrt{-\frac{p}{3}}\cos\left(\frac{\alpha+\pi}{3}\right) - \frac{a}{3};$$
 (18)

$$c_{3t}(t) = -2\sqrt{-\frac{p}{3}}\cos\left(\frac{\alpha-\pi}{3}\right) - \frac{a}{3},$$
 (19)

где $p = -a^2/3 + b$; $\alpha = \arccos(-q/(2\sqrt{-(p/3)^3});$ $q = 2(a/3)^3 - ab/3 + c.$

Проведенный нами анализ полученных решений на примере температурных зависимостей параметров решетки BaTiO₃ ($T_c = 120$ °C) [14] показал, что температура гипотетического фазового перехода второго рода $t_0 = 136,41$ °C, все корни являются действительными, однако только второй корень (18) соответствует экспериментальным данным в тетрагональной фазе (см. рис. 1), а значит

$$a_t(t) = (3a_u(t) - c_{2t}(t))/2.$$
 (20)

В результате получим следующие значения параметров экспоненциальных функций для BaTiO₃: $k_0 = 4,00188$; $k_1 = 1,558 \cdot 10^{-5}$; $k_2 = 4,0058$; $k_3 = 8,356 \cdot 10^{-6}$; $k_4 = 4,00578$; $k_5 = 8,45 \cdot 10^{-6}$.

Если в кристалле реализуется фазовый переход первого рода, то температуру фазового перехода можно определить, применяя модель сложной фазовой границы, которая разделяет кубическую и тетрагональную фазы.

2. Определение температур и температурного гистерезиса фазового перехода первого рода m3mF4mm

Известно, что зародыши новой фазы существуют в монокристалле $BaTiO_3$ в довольно широком температурном интервале как выше, так и ниже T_c . Необходимо выяснить, почему рост зародыша новой фазы происходит при строго определенной

температуре, причем существует температурный гистерезис между прямым и обратным фазовыми переходами.

Выделим два основных условия, которые обеспечивают согласование двух фаз и рост зародыша новой фазы. Поскольку плотность новой фазы больше или меньше исходной фазы, то при образовании зародыша необходимо учитывать упругие напряжения, возникающие как в зародыше, так и в близлежащих ячейках исходной фазы. Вторым важным фактором является когерентное согласование кристаллических решеток новой и исходной фаз [19]. При больших несоответствиях параметров решеток двух фаз упругая энергия может значительно превосходить термодинамическую энергию образования зародыша новой фазы [19, 20].

В работах [21] и [22] предложены модели тонкой (бесструктурной) и сложной когерентных плоских фазовых границ. Между кубической и тетрагональной фазами возможна только сложная фазовая граница при наличии малых моноклинных искажений тетрагональной и кубических фаз в районе их контакта ($\varphi_1 = \varphi_2 = 10^{-9}$ рад) [23]. Сложная фазовая граница состоит из прослойки индуцированной моноклинной фазы, которая может иметь две структуры *A* и *B* [23]. Температурные зависимости кристаллографических параметров прослойки индуцированной фазы для структур *A* и *B* определяются из следующих формул:

$$c_A(t) = \sqrt{-(B(t) + KD(t))/2 \cdot A(t)};$$
 (21)

$$a_A(t) = F(t)/\sin(\varphi_A(t)); \qquad (22)$$

$$= \sqrt{\frac{c_A(t)^2 (a_t(t)^2 - a_c(t)^2) + a_c(t)^2 (c_t(t)^2 - a_t(t)^2)}{c_t(t)^2 - a_c(t)^2}}; (23)$$

 $b_A(t) =$

$$\varphi_A(t) = \operatorname{arctg}(F(t)/\sqrt{Q_1(t)}); \qquad (24)$$

$$c_{B}(t) = \sqrt{-(B(t) - KD(t))/2 \cdot A(t)};$$
 (25)

$$a_{B}(t) = F(t)/\sin(\varphi_{B}(t)); \qquad (26)$$

$$= \sqrt{\frac{c_B(t)^2 (a_t(t)^2 - a_c(t)^2) + a_c(t)^2 (c_t(t)^2 - a_t(t)^2)}{c_t(t)^2 - a_c(t)^2}}; (27)$$

$$\varphi_{B}(t) = \operatorname{arctg}(F(t)/\sqrt{Q_{2}(t)}), \qquad (28)$$

где $KD = \sqrt{B(t)^2 - 4A(t)M(t)};$ $A(t) = a_t(t)^2 - a_c(t)^2 - m(t)^2/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2);$ $B(t) = k(t) - l(t) + a_c(t)^2(c_t(t)^2 - a_t(t)^2) - 2m(t) \cdot n(t)/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2);$

$$\begin{split} M(t) &= -\left[\frac{n(t)^2}{c_t(t)^2 - a_c(t)^2} + c_t(t)^2 k(t) - a_c(t)^2 l(t)\right];\\ f(t) &= a_c(t)^2 / (c_t(t)^2 - a_c(t)^2)^2;\\ Q_1(t) &= \left[c_A(t)^4 a_c(t)^2 + (c_A(t)^2 m(t) + n(t))^2 f(t) - \right. \\ &- (c_A(t)^4 m(t) + c_A(t)^2 n(t)) h(t) - \\ &- c_A(t)^2 k(t)\right] / \left[c_A(t)^2 (c_A(t)^2 - a_c(t)^2)\right];\\ Q_2(t) &= \left[c_B(t)^4 a_t(t)^2 + (c_B(t)^2 m(t) + n(t))^2 p(t) - \right. \\ &- (c_B(t)^4 m(t) + c_B(t)^2 n(t)) q(t) - \\ &- (c_B(t)^2 l(t)\right] / \left[c_B(t)^2 (c_B(t)^2 - c_t(t)^2)\right];\\ m(t) &= \sin(\varphi_1) (c_t(t) \cdot a_t(t) - a_c(t)^2);\\ n(t) &= \sin(\varphi_1) a_c(t)^2 (c_t(t)^2 - a_c(t)^2);\\ h(t) &= 2a_c(t)^2 \sin(\varphi_1) / (c_t(t)^2 - a_c(t)^2);\\ p(t) &= c_t(t)^2 / (c_t(t)^2 - a_c(t)^2)^2;\\ k(t) &= a_c(t)^4 \cos(\varphi_1)^2;\\ q(t) &= 2c_t(t) \cdot a_t(t) \sin(\varphi_1) / (c_t(t)^2 - a_c(t)^2);\\ l(t) &= c_t(t)^2 a_t(t)^2 \cos(\varphi_1)^2. \end{split}$$

Из (5), (18), (20—28) можно определить температурные зависимости объемов ячеек кубической $V_c(t)$, тетрагональной $V_t(t)$ и индуцированных фаз $V_A(t)$ или $V_B(t)$). Нами получено, что объем ячейки *А*-структуры индуцированной фазы $V_A(t)$ больше, а *B*-структуры $V_B(t)$ меньше объемов ячеек кубической и тетрагональной фаз для всех температур меньше температуры гипотетического фазового перехода второго рода (рис. 2).

Плотность зародыша зависит от соотношения числа ячеек новой и индуцированной фазы (*r*). Интенсивный рост зародыша будет происходить



Рис. 2. Температурная зависимость объемов кристаллических ячеек: V_c (кривая 1), V_t (кривая 2), V_A (кривая 3), V_B (кривая 4) Fig. 2. Temperature dependence of the volumes of the crystal cells: V_c (curve 1), V_t (curve 2), V_A (curve 3), V_B (curve 4)

– НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 3, 2017 –



Рис. 3. Температурная зависимость величины r_A Fig. 3. Temperature dependence of value r_A

при равенстве объема зародыша и части объема исходной фазы, из которой он образовался.

Поскольку $V_t(t) > V_c(t)$, то *A*-структура индуцированной фазы будет формироваться при фазовом переходе из тетрагональной в кубическую фазу, а *B*-структура — при обратном фазовом переходе, так как для этих структур плотность зародыша при определенном соотношении объемов индуцированной и новой фаз будет равна плотности исходной фазы.

Обозначим температуру возможного фазового перехода первого рода из кубической фазы в тетрагональную t_{rB} , а температуру, соответствующую обратному фазовому переходу, t_{rA} . Эту температуру для конкретного r можно определить численным методом из следующих уравнений:

$$V_{t}(t_{rA}) - \frac{V_{A}(t_{rA}) + r(t_{rA})V_{c}(t_{rA})}{1 + r(t_{rA})} = 0;$$

$$V_{c}(t_{rB}) - \frac{V_{B}(t_{rB}) + r(t_{rB})V_{t}(t_{rB})}{1 + r(t_{rB})} = 0,$$
 (29)

где r(t) = m/n; m — число ячеек новой фазы; n — число ячеек индуцированной фазы в объеме зародыша.

Нами получено, что при увеличении относительной доли новой фазы в зародыше по сравнению с индуцированной фазой (r), температура возможного фазового перехода первого рода повышается (рис. 3). Вычисленные из (29) значения r(t)хорошо аппроксимируются модифицированной гиперболической регрессией:

$$r_A(t) = k_6 + k_7/(t_0 - t),$$
 (30)

где $k_6 = 2,446, k_7 = 17,026.$

Для структур *A* и *B* эти регрессии почти совпадают ($\Delta t = t_{rB} - t_{rA} < 0.04$ °C). Для определения температур реальных фазовых переходов рассмотрим упругие деформации ячеек зародыша и близлежащих ячеек исходной фазы для различных значений r_A и r_B .

Определим упругую энергию $W_{dc}(t)$ деформации ячеек зародыша кубической фазы. Поскольку размеры ячеек новой фазы отличаются от ячеек тетрагональной фазы, то будет происходить деформация как ячеек зародыша, так и соседних с зародышем ячеек исходной фазы.

Обозначим σ_i^c , e_i^c , C_{ij}^c и σ_i^t , e_i^t , C_{ij}^t соответственно компоненты тензоров упругих напряжений, упругих деформаций, коэффициентов жесткостей кубической и тетрагональных фаз. Поскольку при однородной деформации

(31)

 $\sigma_i^c = C_{ij}^c e_j^c, \quad \sigma_i^t = C_{ij}^t e_j^t,$

то

$$\begin{aligned} \sigma_{1}^{c}(t) &= C_{11}^{c} e_{1}^{c}(t) + C_{12}^{c} e_{2}^{c}(t) + C_{13}^{c} e_{3}^{c}(t);\\ \sigma_{2}^{c}(t) &= C_{21}^{c} e_{1}^{c}(t) + C_{22}^{c} e_{2}^{c}(t) + C_{23}^{c} e_{3}^{c}(t);\\ \sigma_{3}^{c}(t) &= C_{31}^{c} e_{1}^{c}(t) + C_{32}^{c} e_{2}^{c}(t) + C_{33}^{c} e_{3}^{c}(t);\\ \sigma_{1}^{t}(t) &= C_{11}^{t} e_{1}^{t}(t) + C_{12}^{t} e_{2}^{t}(t) + C_{13}^{t} e_{3}^{t}(t);\\ \sigma_{2}^{t}(t) &= C_{21}^{t} e_{1}^{t}(t) + C_{22}^{t} e_{2}^{t}(t) + C_{23}^{t} e_{3}^{t}(t);\\ \sigma_{3}^{t}(t) &= C_{31}^{t} e_{1}^{t}(t) + C_{32}^{t} e_{2}^{t}(t) + C_{33}^{t} e_{3}^{t}(t);\\ \end{aligned}$$

В результате упругой деформации произойдет аккомодация решеток зародыша и соседних решеток исходной фазы, а следовательно, станут одинаковыми соответствующие параметры этих решеток (c_d , b_d и a_d). Поэтому

$$e_{1}^{c}(t) = \frac{c_{d}(t) - a_{c}(t)}{a_{c}(t)}; \quad e_{2}^{c}(t) = \frac{b_{d}(t) - a_{c}(t)}{a_{c}(t)};$$
$$e_{3}^{c}(t) = \frac{a_{d}(t) - a_{c}(t)}{a_{c}(t)}; \quad (34)$$

$$e_{1}^{t}(t) = \frac{c_{d}(t) - c_{t}(t)}{c_{t}(t)}; \quad e_{2}^{t}(t) = \frac{b_{d}(t) - a_{t}(t)}{a_{t}(t)};$$
$$e_{3}^{t}(t) = \frac{a_{d}(t) - a_{t}(t)}{a_{t}(t)}.$$
(35)

Поскольку при упругом взаимодействии решеток

$$\sigma_i^c = -\sigma_i^t, \tag{36}$$

то из (32)—(35) получим систему трех уравнений с тремя неизвестными ($c_d(t)$, $b_d(t)$ и $a_d(t)$):

$$\begin{cases} \sigma_{1}^{c}(t) + \sigma_{1}^{t}(t) = 0, \\ \sigma_{2}^{c}(t) + \sigma_{2}^{t}(t) = 0, \\ \sigma_{3}^{c}(t) + \sigma_{3}^{t}(t) = 0. \end{cases}$$
(37)

Из (37) получаем методом Крамера:

$$c_d(t) = \frac{\Delta_x}{\Delta}; \quad b_d(t) = \frac{\Delta_y}{\Delta}; \quad a_d(t) = \frac{\Delta_z}{\Delta},$$
 (38)

$$\begin{split} \text{где} \ \Delta &= \begin{vmatrix} A_1(t) \ B_1(t) \ C_1(t) \\ A_2(t) \ B_2(t) \ C_2(t) \\ A_3(t) \ B_3(t) \ C_3(t) \end{vmatrix}; \Delta_x = \begin{vmatrix} M_1 \ B_1(t) \ C_1(t) \\ M_2 \ B_2(t) \ C_2(t) \\ M_3 \ B_3(t) \ C_3(t) \end{vmatrix}; \\ \Delta_y &= \begin{vmatrix} A_1(t) \ M_1 \ C_1(t) \\ A_2(t) \ M_2 \ C_2(t) \\ A_3(t) \ M_3 \ C_3(t) \end{vmatrix}; \\ \Delta_z &= \begin{vmatrix} A_1(t) \ B_1(t) \ M_1 \\ A_2(t) \ B_2(t) \ M_2 \\ A_3(t) \ B_3(t) \ M_3 \end{vmatrix}; \\ A_1(t) &= \frac{C_{11}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{11}^t}{c_t(t)}; \\ B_1(t) &= \frac{C_{12}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{12}^t}{a_t(t)}; \\ C_1(t) &= \frac{C_{12}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{13}^t}{a_t(t)}; \\ A_2(t) &= \frac{C_{21}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{21}^t}{a_t(t)}; \\ B_2(t) &= \frac{C_{22}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{22}^t}{a_t(t)}; \\ C_1(t) &= \frac{C_{31}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{31}^t}{c_t(t)}; \\ B_1(t) &= \frac{C_{32}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{31}^t}{c_t(t)}; \\ A_3(t) &= \frac{C_{33}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{31}^t}{a_t(t)}; \\ B_3(t) &= \frac{C_{32}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{32}^t}{a_t(t)}; \\ M_1 &= C_{11}^c + C_{12}^c + C_{11}^t + C_{12}^t + C_{13}^c + C_{13}^t; \\ M_2 &= C_{21}^c + C_{22}^c + C_{23}^c + C_{21}^t + C_{21}^t + C_{22}^t + C_{23}^t; \\ M_3 &= C_{31}^c + C_{32}^c + C_{33}^c + C_{31}^t + C_{31}^t + C_{31}^t + C_{32}^t + C_{33}^t. \end{split}$$

Из (38) и (34), (35) можно определить компоненты тензоров деформации ячеек кубической и тетрагональной фаз. Плотность энергии упругой деформации $W_{dc}(t)$ ячеек зародыша кубической фазы определяем по формуле:

$$W_{dc}(t) = 0.5 C_{ij}^c e_i^c(t) e_j^c(t).$$
(39)

Аналогично определяем плотность энергии упругой деформации $W_{dt}(t)$ ячеек зародыша тетрагональной фазы при обратном фазовом переходе

$$W_{dt}(t) = 0.5 C_{ij}^{t} e_{i}^{t}(t) e_{j}^{t}(t).$$
(40)

За счет упругой деформации $W_{dc}(t)$, как альтернатива, образуется из ячеек кубической фазы зародыша индуцированная фаза, которая при определенном соотношении объемов фаз (*r*) обеспечивает согласование объема зародыша, когерентность решеток на границе раздела зародыша и исходной фазы. Плотность упругой энергии $W_{dA}^c(t)$ индуцированной фазы с *А*-структурой при образовании зародыша кубической фазы имеет вид:

$$W_{dA}(t) = 0.5 C_{ij}^{c} e_{iA}(t) e_{jA}(t), \qquad (41)$$

The
$$e_{1A}(t) = \frac{c_A(t) - a_c(t)}{a_c(t)}; e_{2A}(t) = \frac{b_A(t) - a_c(t)}{a_c(t)};$$

 $e_{3A}(t) = \frac{a_A(t) - a_c(t)}{a_c(t)}.$

Аналогично определяем плотность упругой энергии $W_{dB}(t)$ индуцированной фазы с *B*-структурой при образовании зародыша тетрагональной фазы

$$W_{dB}(t) = 0.5 C_{ij}^{t} e_{iB}(t) e_{jB}(t), \qquad (42)$$

где
$$e_{1B}(t) = \frac{c_B(t) - c_I(t)}{c_I(t)}; e_{2B}(t) = \frac{b_B(t) - a_I(t)}{a_I(t)};$$

 $e_{3B}(t) = \frac{a_B(t) - a_I(t)}{a_I(t)}.$

Согласно нашего предположения, реальный фазовый переход из кубической в тетрагональную фазу будет при температуре t_{rB} , когда будут равны упругая энергия деформации зародыша упругой энергии индуцированной фазы в составе зародыша:

$$W_{dt}(t_{rB}) \cdot V_{zt} = W_{dB}(t_{rB}) \cdot V_{IB}, \qquad (43)$$

где V_{zt} — объем зародыша тетрагональной фазы; V_{IB} — объем индуцированной фазы.

$$V_{7t} = V_{IB}(r+1), (44)$$

то (43) примет следующий вид:

Поскольку

$$W_{dt}(t_{rB})(r+1) = W_{dB}(t_{rB}),$$
 (45)

где *r* характеризует отношение суммарных объемов ячеек тетрагональной и индуцированной фаз в зародыше.

Обратный фазовый переход (из тетрагональной в кубическую фазу) будет при температуре *t_{rA}*, при которой

$$W_{dc}(t_{rA})(r+1) = W_{dA}(t_{rA}).$$
 (46)

Обозначим относительную плотность упругой энергии деформаций зародыша тетрагональной фазы $W_t(t) = W_{dt}(t_{rB})(r+1)$ и зародыша кубической фазы $W_c(t) = W_{dc}(t_{rA})(r+1)$. Используя полученную температурную зависимость параметров решетки (18), (20) и значения упругих жесткостей в тетрагональной и кубической фазах BaTiO₃ [24], нами определены плотности упругих энергий деформации зародышей. На рис. 4 и рис. 5 показаны зависимости от температуры плотности упругих энергий $W_t(t)$, $W_{dB}(t)$ и $W_c(t)$, $W_{dA}(t)$. Из равенства соответствующих упругих энергий можно численным методом определить температуры базового перехода t_{rB} и t_{rA} и температурный гистерезис $\Delta t = t_{rA} - t_{rB}$

- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 3, 2017 –



Рис. 4. Температурные зависимости плотностей упругих энергий деформации ячеек зародыша кубической фазы $W_c(t)$ (1), $W_{dA}(t)$ (2) Fig. 4. Temperature dependences of the density of the elastic energies of deformation of the nucleus cells of the cubic phase $W_c(t)$ (1), $W_{dA}(t)$ (2)



Рис. 5. Температурные зависимости плотностей упругих энергий деформации ячеек зародыша тетрагональной фазы $W_t(t)$ (1), $W_{dB}(t)$ (2)

Fig. 5. Temperature dependences of the density of the elastic energies of deformation of the nucleus cells of the tetragonal phase $W_t(t)$ (1), $W_{dB}(t)$ (2)

 $(t_{rB} = 118,52 \text{ °C}, t_{rA} = 128,79 \text{ °C}, \Delta t = 10,27 \text{ °C}).$ Фазовый переход из тетрагональной в кубическую фазу происходит при отношении объемов в зародыше новой и индуцированной фаз $r_A = 5,169$, обратный фазовый переход — при отношении объемов $r_B = 3,097$.

Заключение

Предложенный метод определения аналитического вида температурных зависимостей параметров кристаллической решетки при структурном фазовом переходе m3mF4mm основан на условии сохранения макросимметрии, если известны параметры решетки при двух произвольных температурах в каждой фазе. Получено, что температурную зависимость тетрагональных параметров a_t и c_t можно представить суммой двух функций: первая соответствует увеличению расстояния между атомами при тепловом расширении, вторая — перераспределению деформаций между параметрами решетки, обусловленному поворотами групп атомов при изменении спонтанной деформации. Предлагаемый метод позволяет определить температуру фазового перехода второго рода или гипотетического фазового перехода второго рода.

Получено три аналитических решения, одно из которых соответствует экспериментальным результатам для фазового перехода m3mF4mm в BaTiO₃.

Предложен метод вычисления температуры и температурного гистерезиса фазового перехода первого рода, основанный на условии когерентного согласования кристаллических ячеек зародыша и исходной фазы. На границе зародыша образуется индуцированная фаза, соответствующая структуре сложной фазовой границы. Температурный гистерезис обусловлен существованием двух возможных структур индуцированной фазы, плотность которых позволяет согласовать объемы зародышей с исходной фазой при прямом и обратном фазовых переходах. Сделано предположение, что интенсивный рост зародыша происходит при температуре, когда плотность упругой энергии индуцированной фазы равна плотности упругой энергии деформации всех ячеек зародыша.

Полученное значение температуры фазового перехода первого рода из кубической в тетрагональную фазу в $BaTiO_3$ хорошо согласуется с экспериментальными данными (118,52 и 119 °C), а температура обратного фазового перехода на 8 °C выше (128,79 и 120 °C). В зародыше кубической фазы объем новой фазы примерно в 5 раз больше объема индуцированной фазы, в зародыше тетрагональной фазы — в 3 раза. Для повышения точности вычисленных значений необходимо учитывать температурную зависимость упругих модулей.

Список литературы

1. Шувалов Л. А. Кристаллографическая классификация сегнетоэлектриков, сегнетоэлектрические фазовые переходы и особенности доменной структуры и некоторых физических свойств сегнетоэлектриков разных классификационных классов // Кристаллография. 1968. Т. 8. № 4. С. 617—624.

2. Aizu K. Possible species of ferromagnetic, ferroelectric and ferroelastic crystals // Phys. Rev. B. 1970. Vol. 2, N 3. P. 754–772.

3. Шабельников Л. Г., Шехтман В. Ш., Царев О. М. Рентгендифрактометрическое наблюдение структурных изменений в кристаллах титаната бария // ФТТ. 1976. Т. 18, № 6. С. 1529—1537.

4. David W. I. F., Wood I. G. Ferroelastic phase transition in $BiVO_4$: VI. Some comments on the relationship between spontaneous deformation and domain walls in ferroelastics // J. Phys. C: Solid State Phys. 1983. Vol. 16. P. 5149–5166.

5. Непочатенко В. А., Дудник Е. Ф. Сегнетоэластические доменные стенки в BiVO₄ // Кристаллография. 2005. Т. 50, № 1. С. 109—114.

142

6. Shuvalov L. A., Dudnik E. F., Vagin S. V. Domain structure geometry of real ferroelastics // Ferroelectrics. 1985. Vol. 65. P. 143–145.

7. **Nepochatenko V. A.** Forming of Equilibrium and Non — Equilibrium Domain Walls in Ferroelastic Lead Orthophosphate // Ferroelectrics. 2007. Vol. 359, N. 1–4. P. 242–244.

8. **Непочатенко В. А., Поздеев В. Г.** Количество возможных ориентационных состояний в сегнетоэластиках и многоосных сегнетоэлектриках при полиморфных фазовых переходах // Изв. РАН. Сер. физ. 2013. Т. 77, № 8. С. 1131–1133.

9. Nepochatenko V. A. Structure of Thin Pseudo -90° Domain Walls in BaTiO₃ // Ferroelectrics. 2006. Vol. 341. P. 97–102.

10. **Непочатенко В. А.** Сравнительный анализ двух методов расчета ориентации доменных стенок в сегнетоэластиках // Кристаллография. 2004. Т. 49, № 5. С. 917—920.

11. **Непочатенко В. А., Кудзин А. Ю.** Уравнения доменных стенок в системе координат сегнетофазы // ФТТ. 2006. Т. 48, № 6. С. 1071—1072.

12. Непочатенко В. А. Анализ ориентационного соответствия 90-градусных доменов в $BaTiO_3$ и $PbTiO_3$ // Изв. РАН. Сер. физ. 2010. Т. 74, № 9. С. 1263—1265.

13. Nepochatenko V. A., Nepochatenko I. A Determination of the Temperature Dependence of Lattice Parameters in Ferroelastics at 4/mF2/m Phase Transition // Ferroelectrics. 2016. Vol. 501, N. 1. P. 91–99.

14. **Kay H. F., Vousden P.** Symmetry Changes in Barium Titanate at Low Temperatures and their Relation to its Ferroelectric Properties // Philos. Mag. ser. 7. 1949. Vol. 40. P. 1019–1039. 15. **Сидоров Т. А.** Особенности структуры и сегнетоэлектричество фаз ВаТіО₃ // Кристаллография. 2004. Т. 49, № 4. С. 697—703.

16. **Непочатенко В. А.** Уравнения 90-градусных доменных стенок в системе координат тетрагональной фазы BaTiO₃ // Нано- и микросистемная техника. 2006. № 6. С. 31—34.

17. **Шувалов Л. А.** Сегнетоэластики // Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1979. Т. 43, № 8. С. 1554—1560.

18. Корн Г., Корн Т. Справочник по математике для научных работников и инженеров. М.: Наука, 1974. 832 с.

19. Курдюмов Г. В. Явления закалки и отпуска стали. М.: Металлургиздат, 1966. 463 с.

20. **Кукушкин С. А., Осипов А. В.** Фазовый переход первого рода через промежуточное состояние // ФТТ. 2014. Т. 56. С. 761—768.

21. **Непочатенко В. А., Непочатенко I. А.** Тонкі фазові межі при поліморфних фазових переходах для фаз із симетрією, не нижчою за моноклінну // Укр. фіз. журн. 2005. Т. 50, № 1. С. 64—67.

22. **Непочатенко В.** А. Складна фазова межа між двома моноклінними фазами Укр. фіз. журн. 2008. Т. 53, № 11. С. 1087—1093.

23. Непочатенко В. А., Дуда В. М., Непочатенко И. А. Плоская сложная фазовая граница в ВаТіО₃ // ФТТ. 2009. Т. 51, № 7. С. 1287—1291.

24. Li Z., Grimsditch M., Chan S. K. The elastic and electromechanical properties of $BaTiO_3$ single crystal through the ferroelectric transition // Ferroelectrics. 1994. Vol. 159. P. 121–126.

V. A. Nepochatenko, D. Sc., Associate Professor, Head of Chair, I. A. Nepochatenko, Postgraduate Student, vnepochatenko@gmail.com

Belaya Tserkov National Agrarian University, Belaya Tserkov, 09117, Ukraine

Corresponding author:

Nepochatenko Victor A., D. Sc., Associate Professor, Head of Chair, Belaya Tserkov National Agrarian University, Belaya Tserkov, 09117, Ukraine, e-mail: vnepochatenko@gmail.com

Determination of the Temperature Dependence of the Lattice Parameters in Ferroelectrics Under m3mF4mm Phase Transition

Received on October 07, 2016 Accepted on November 03, 2016

On the basis of the condition for preservation of the macrosymmetry of the paraelastic phase in a polydomain crystal, a method for determination of the temperature dependences of the lattice parameters in the ferroelectrics with the m3mF4mm structural phase transition was suggested. Three solutions for the phase transition of the second order were obtained. A method for calculation of the temperatures and of the temperature hysteresis during the phase transition of the first order was suggested. An analysis of the solutions was done on the example of $BaTiO_3$.

Keywords: ferroelectric, lattice parameters, preservation of macrosymmetry, BaTiO₃

For citation:

Nepochatenko V. A., Nepochatenko I. A. Determination of the Temperature Dependence of the Lattice Parameters in Ferroelectrics Under m3mF4mm Phase Transition, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 136–148.

DOI: 10.17587/nmst.19.136-148

Introduction

Under the polymorphic phase transitions with a lowering symmetry, a domain structure with the orientation states (OS) [1, 2] is formed in the ferroelastics and multiaxial ferroelectrics. In the ferrophase there are spontaneous turns of the crystallographic axes, caused by displacements of the atoms and turns of the groups of atoms (tetra- and octahedrons) during a change of the spontaneous deformation [3–5]. As a result close orientation (suborientation) states are formed, which differ by the di-

rection of a spontaneous turn [5-7]. Different OS can be combined with the help of the elements of the paraphase symmetry, which are lost, while the suborientation ones are not lost during a phase transition [1, 2, 8]. The number of possible OS is determined by the symmetry of a paraphase [8].

Under a structural m3mF4mm phase transition 12 states and 24 electric domains are possible [3, 9]. In the ferroelectric phase the spontaneous turns of the crystallographic axes of the adjacent domains, determined by the values and signs, correspond to the lattice parameters. An angle and direction of an axis of a spontaneous turn can be determined from the equations of the domain walls received in two crystallographic systems of coordinates, corresponding to the paraelectric and ferroelectric phases [10, 11].

The orientation coordination between OS in a polydomain crystal will be carried out, when the spontaneous turns, determined by the structure of a domain wall, are equal to the spontaneous turns of the crystallographic axes of the adjacent domains at any temperature of the ferroelectric phase [12]. Therefore, certain correlations between the lattice parameters should be preserved in a crystal, otherwise the polydomain crystal will disintegration.

In [13] it is proposed to determine the temperature dependence of the lattice parameters during the structural 4/mF2/m phase transition of the second order on the basis of the condition of preservation of the macrosymmetry of the paraelastic phase in a polydomain crystal. Application of this method is also of interest for m3mF4mm ferroelectric phase transition. Two versions are considered in the work: the phase transition of the second order and the phase transition of the first order. The temperature and the temperature hysteresis of the phase transition of the elastic deformations during the coherent matching of the lattices of the nucleus and of the initial phase. The analysis of the solutions was made on the example of BaTiO₃.

1. Determination of the temperature dependences of the lattice parameters in the paraelectric and ferroelectric phases under the m3mF4mm structural phase transition

BaTiO₃ monocrystal is a multiaxial ferroelectric, in which (depending on the technology for obtaining of the crystal) at 120...130 °C the phase transition of the first order from the paraelectric cubic phase (Pm3m) into the tetragonal ferroelectric phase (P4mm) [3, 14, 15] is observed. In the cubic phase the orientation of the crystallographic system of coordinates is stable, because there are no spontaneous turns of the suborientation states differ by the sign of the angle and by the direction of the axis of the spontaneous turn α_s (around one of the two possible axes of symmetry of the 4th order of the paraelectric phase) [3, 9, 16]. It is possible to determine α_s from the following formula [9, 16]:

$$\alpha_s = \pm \arccos(a_t + c_t) / (\sqrt{2} \sqrt{a_t^2 + c_t^2}), \qquad (1)$$

where a_t and c_t are the parameters of the tetragonal phase.

Let us select a crystal-physical system of coordinates: X_1 coincides with the axis direction c, X_2 — with axis b, and X_3 — with axis a. The tensors of the thermal expansion, corresponding to the four suborientation states (S_{11} , S_{12} , S_{13} , S_{14}) in the paraphase system of coordinates [9]:

$$E_{11} = \begin{pmatrix} e'_{11} & e'_{12} & 0 \\ e'_{22} & 0 \\ e_{22} \end{pmatrix}, \quad E_{12} = \begin{pmatrix} e'_{11} & -e'_{12} & 0 \\ e'_{22} & 0 \\ e_{22} \end{pmatrix},$$
$$E_{13} = \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & e'_{12} \\ e_{22} & 0 \\ e'_{22} \end{pmatrix}, \quad E_{14} = \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & -e'_{12} \\ e_{22} & 0 \\ e'_{22} \end{pmatrix}, \quad (2)$$

where $e'_{11} = \cos^2(\alpha_s)e_{11} + \sin^2(\alpha_s)e_{22}$; $e_{11} = c_t/a_c - 1$; $e'_{12} = \sin(\alpha_s)\cos(\alpha_s)(e_{22} - e_{11})$; $e_{22} = a_t/a_c - 1$; $e'_{22} = \cos^2(\alpha_s)e_{22} + \sin^2(\alpha_s)e_{11}$; a_c, a_t, c_t — are the lattice parameters of the cubic and tetragonal phases.

It is possible to receive the tensors of the thermal expansion of the other eight OS from (2), transforming them by means of the paraphase symmetry operations (a turn by 90° around the axes of the 4th order of the paraphrase, which coincide with directions X_2 or X_3).

From the condition of preservation of the macrosymmetry in a polydomain crystal [17] for the m3mF4mm phase transition we get an averaged tensor of thermal expansion E_u for 12 possible OS:

$$E_{u} = \frac{1}{12} \sum_{i=1}^{12} E_{i} =$$

$$= \begin{pmatrix} (e_{11} + 2e_{22})/3 & 0 & 0 \\ (e_{11} + 2e_{22})/3 & 0 \\ (e_{11} + 2e_{22})/3 & 0 \\ (e_{11} + 2e_{22})/3 \end{pmatrix}.$$
 (3)

Tensor E_u corresponds to the symmetry of the paraelectric cubic phase.

From tensor E_u we get the temperature dependence of parameter a_u of the cubic lattice of the averaged polydomain crystal:

$$a_u(t) = (c_t(t) + 2a_t(t))/3,$$
 (4)

where a_t and c_t – parameters of the tetragonal lattice of the ferroelectric phase.

From the experimental temperature dependence of the crystallographic parameters of the lattice in BaTiO₃ [14] and the calculated values of a_u (fig. 1) it is possible to draw a conclusion, that the parameter of the cubic phase a_c and the averaged parameter a_u have a dependence on temperature, close to a linear one. In [13] it is proposed to describe such a temperature dependence as an exponential function. Therefore, the following functions will correspond to the temperature dependence of the parameters:

$$a_c(t) = k_0 \cdot \exp(k_1 \cdot t); \tag{5}$$

$$a_u(t) = k_2 \cdot \exp(k_3 \cdot t). \tag{6}$$

In order to determine coefficients k_0 , k_1 , k_2 , k_3 it is necessary to know the experimental values of a_c at two arbitrary temperatures of t_1 , t_2 (a_{c1} , a_{c2}) in the paraelectric phase and of c_t , a_t at temperatures of t_3 , t_4 (c_{t3} , c_{t4} , a_{t3} , a_{t4}) within the limits of the tetragonal phase. With account of the proposed notation we get:

$$k_{1} = \frac{\ln(a_{c2}) - \ln(a_{c1})}{t_{2} - t_{1}}; \quad k_{0} = \frac{a_{c1}}{\exp(k_{1}t_{1})};$$

$$k_{3} = \frac{\ln(a_{u2}) - \ln(a_{u1})}{t_{4} - t_{3}}; \quad k_{2} = \frac{a_{u1}}{\exp(k_{3}t_{3})}, \quad (7)$$

where $a_{u1} = (c_{t3} + 2a_{t3})/3$, $a_{u2} = (c_{t4} + 2a_{t4})/3$.

Parameter a_v of the pseudo-cubic lattice, corresponding to the tetragonal phase, can be determined from the condition of preservation of the volume of a crystal cell:

$$a_{v}(t) = \sqrt[3]{c_{t}(t) \cdot a_{t}(t)^{2}}.$$
(8)

Parameter $a_v(t)$ is somewhat less than the values of $a_u(t)$ in the ferroelectric phase, but they are equal at the tempera-

ture of the phase transition of the second order (or the hypothetical phase transition of the second order). Therefore, the exponential function, close to the linear one, also corresponds to its temperature dependence:

$$a_{v}(t) = k_4 \cdot \exp(k_5 \cdot t), \tag{9}$$

where $k_5 = \frac{\ln(a_{v2}) - \ln(a_{v1})}{t_4 - t_3}$; $k_4 = \frac{a_{v1}}{\exp(k_5 t_3)}$; $a_{v1} = \sqrt[3]{c_{t3} \cdot a_{t3}^2}$; $a_{v2} = \sqrt[3]{c_{t4} \cdot a_{t4}^2}$.

We determine the temperature of the phase transition of the second order (hypothetical phase transition of the second order) t_0 from the condition

$$a_{v}(t) = a_{u}(t_{0}). \tag{10}$$

From (6), (9), (10) we get:

$$t_0 = (\ln(k_4) - \ln(k_2)/(k_3 - k_5).$$
(11)

Since during the phase transition of the second order

$$a_{v}(t_{0}) = a_{u}(t_{0}) = a_{c}(t_{0}) = a_{0} = k_{0} \cdot \exp(k_{1} \cdot t_{0}),$$
 (12)

we will make a small correction of the formulas with account of the possible experimental discrepancies of the parameters of the lattice for determination of coefficients k_3 , k_5 :

$$k_3 = \frac{\ln(a_0) - \ln(a_{u1})}{t_0 - t_3}; \quad k_5 = \frac{\ln(a_0) - \ln(a_{v1})}{t_0 - t_3}.$$
 (13)

From (4), (6), (8), (9) and (13) we get the following system of equations:

$$\begin{cases} (c_t(t) + 2a_t(t))/3 = a_u(t), \\ c_t(t) \cdot a_t^2(t) = a_v^3(t). \end{cases}$$
(14)

Since

$$a_t(t) = (3a_u(t) - c_t(t))/2, \tag{15}$$

from (14) we receive the cubic equation:

$$c_t(t)^3 + ac(t)^2 + bc_t(t) + c = 0,$$
(16)

where $a = -6a_u(t)$; $b = 9a_u^2(t)$; $c = -4a_v^3(t)$.

By using a trigonometrical solution [18], we receive three roots corresponding to the temperature dependences of the tetragonal parameter of c_r :

$$c_{1t}(t) = 2\sqrt{-\frac{p}{3}}\cos\left(\frac{\alpha}{3}\right) - \frac{a}{3};$$
 (17)

$$c_{2l}(t) = -2\sqrt{\frac{p}{3}}\cos(\frac{\alpha+\pi}{3}) - \frac{a}{3};$$
 (18)

$$c_{3t}(t) = -2\sqrt{-\frac{p}{3}}\cos\left(\frac{\alpha-\pi}{3}\right) - \frac{a}{3},$$
 (19)

where $p = -a^2/3 + b$; $\alpha = \arccos(-a/(2\sqrt{-(p/3)^3}); q = 2(a/3)^3 - ab/3 + c$.

The carried out analysis of the received solutions on the example of the temperature dependences of the lattice parameters of BaTiO₃ ($T_c = 120$ °C) [14] demonstrated, that the temperature of the hypothetical phase transition of the second

order $t_0 = 136,41$ °C, all the roots were effective, however, only the second root (18) corresponded to the experimental data in the tetragonal phase (see fig. 1) and that means

$$a_t(t) = (3a_u(t) - c_{2t}(t))/2.$$
⁽²⁰⁾

We receive the following values of the parameters of the exponential functions for BaTiO₃: $k_0 = 4.00188$; $k_1 = 1.558 \cdot 10^{-5}$; $k_2 = 4.0058$; $k_3 = 8.356 \cdot 10^{-6}$; $k_4 = 4.00578$; $k_5 = 8.45 \cdot 10^{-6}$.

If the phase transition of the first order is realized in a crystal, the temperature of the phase transition can be determined by applying the model of a complex phase boundary, which divides the cubic and the tetragonal phases.

2. Determination of the temperatures and of the temperature hysteresis of m3mF4mm phase transition of the first order

As is known, the nuclei of the new phase exist in BaTiO₃ monocrystal in a wide temperature range, above and below T_c . It is necessary to find out, why the growth of the nucleus of the new phase occurs at a certain temperature, at that, there is a temperature hysteresis between the direct and the reverse phase transitions.

Let us consider the basic conditions, which ensure coordination of the two phases and growth of the nucleus of the new phase. Since the density of the new phase is more or less than the initial one, during formation of the nucleus it is necessary to take into account the elastic stresses, arising in the nucleus and the nearest cells of the initial phase. The second important factor is the coherent coordination of the crystal lattices of the new and of the initial phases [19]. In case of big mismatch of the lattices of the two phases the elastic energy can surpass considerably the thermodynamic energy of formation of the nucleus of the new phase [19, 20].

In [21, 22] contain models of a thin (structureless) and a complex coherent plane phase boundaries. Between the cubic and the tetragonal phases a complex phase border is possible in the presence of small monoclinic distortions of the tetragonal and cubic phases in the area of their contact ($\varphi_1 = \varphi_2 = 10^{-9}$ rad) [23]. It consists of a layer of the induced monoclinic phase, which can have structures *A* and *B* [23]. The temperature dependences of the crystallographic parameters of the layer of the induced phase for *A* and *B* structures are defined from the following formulas:

$$c_A(t) = \sqrt{-(B(t) + KD(t))/2 \cdot A(t)};$$
 (21)

$$a_A(t) = F(t)/\sin(\varphi_A(t)); \qquad (22)$$

$$b_{A}(t) = \sqrt{\frac{c_{A}(t)^{2}(a_{t}(t)^{2} - a_{c}(t)^{2}) + a_{c}(t)^{2}(c_{t}(t)^{2} - a_{t}(t)^{2})}{c_{t}(t)^{2} - a_{c}(t)^{2}}};$$
(23)

$$\varphi_A(t) = \operatorname{arctg}(F(t)/\sqrt{Q_1(t)}); \qquad (24)$$

$${}_{B}(t) = \sqrt{-(B(t) - KD(t))/2 \cdot A(t)}; \qquad (25)$$

$$a_B(t) = F(t)/\sin(\varphi_B(t)); \qquad (26)$$

$$b_{B}(t) = \sqrt{\frac{c_{B}(t)^{2}(a_{t}(t)^{2} - a_{c}(t)^{2}) + a_{c}(t)^{2}(c_{t}(t)^{2} - a_{t}(t)^{2})}{c_{t}(t)^{2} - a_{c}(t)^{2}}}; \quad (27)$$

С

$$\varphi_{B}(t) = \operatorname{arctg}(F(t)/\sqrt{Q_{2}(t)}), \qquad (28)$$

– НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 3, 2017 –

145

where
$$KD = \sqrt{B(t)^2 - 4A(t)M(t)}$$
;
 $A(t) = a_t(t)^2 - a_c(t)^2 - m(t)^2/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2)$;
 $B(t) = k(t) - l(t) + a_c(t)^2(c_t(t)^2 - a_t(t)^2) - 2m(t) \cdot n(t)/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2)$;
 $M(t) = -\left[\frac{n(t)^2}{c_t(t)^2 - a_c(t)^2} + c_t(t)^2k(t) - a_c(t)^2l(t)\right]$;
 $f(t) = a_c(t)^2/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2)^2$;
 $Q_1(t) = \left[c_A(t)^4 a_c(t)^2 + (c_A(t)^2m(t) + n(t))^2f(t) - (c_A(t)^4m(t) + c_A(t)^2n(t))h(t) - c_A(t)^2k(t)\right]/\left[c_A(t)^2(c_A(t)^2 - a_c(t)^2)\right]$;
 $Q_2(t) = \left[c_B(t)^4 a_t(t)^2 + (c_B(t)^2m(t) + n(t))^2p(t) - (c_B(t)^4m(t) + c_B(t)^2n(t))q(t) - c_B(t)^2l(t)\right]/\left[c_B(t)^2(c_B(t)^2 - c_t(t)^2)\right]$;
 $m(t) = \sin(\varphi_1)(c_t(t) \cdot a_t(t) - a_c(t)^2)$;
 $n(t) = \sin(\varphi_1)a_c(t)^2(c_t(t)^2 - c_t(t) \cdot a_t(t))$;
 $h(t) = 2a_c(t)^2\sin(\varphi_1)/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2)$;
 $p(t) = c_t(t)^2/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2)^2$;
 $k(t) = a_c(t)^4\cos(\varphi_1)^2$;
 $q(t) = 2c_t(t) \cdot a_t(t)\sin(\varphi_1)/(c_t(t)^2 - a_c(t)^2)$;
 $l(t) = c_t(t)^2a_t(t)^2\cos(\varphi_1)^2$.

From (5), (18), (20–28) it is possible to determine the temperature dependences of the volumes of the cells of cubic $V_c(t)$, tetragonal $V_t(t)$ and induced phases $V_A(t)$ or $V_B(t)$. What we have got is that the cell volume of A-structure of the induced phase $V_A(t)$ is more, and that of B-structure $V_B(t)$ is less than the volumes of the cells of the cubic and the tetragonal phases for all the temperatures, which are less than the temperature of the hypothetical phase transition of the second order (fig. 2).

The nucleus density depends on the correlation of the number of cells of the new and the induced phases (r). Intensive growth of the nucleus will take place at the equality of the volume of the nucleus and of the part of the volume of the initial phase, of which it was formed.

Since $V_t(t) > V_c(t)$, the *A*-structure of the induced phase will be formed during the phase transition from the tetragonal phase into the cubic phase, and the *B*-structure — during the reverse transition, because for these structures the nucleus density at a certain correlation of the volumes of the induced and of the new phases is equal to the density of the initial phase.

Let us designate the temperature of the possible phase transition of the first order from the cubic phase into the tetragonal phase as t_{rB} , and the temperature, corresponding to the reverse phase transition, as t_{rA} . This temperature for a specific *r* can be found by the numerical method from the following equations:

$$V_{l}(t_{rA}) - \frac{V_{A}(t_{rA}) + r(t_{rA})V_{c}(t_{rA})}{1 + r(t_{rA})} = 0;$$

$$V_{c}(t_{rB}) - \frac{V_{B}(t_{rB}) + r(t_{rB})V_{l}(t_{rB})}{1 + r(t_{rB})} = 0,$$
 (29)

where r(t) = m/n; m — number of the cells of the new phase, n — number of the cells of the induced phase in the nucleus volume.

We have that with an increase of the relative share of the new phase in the nucleus in comparison with the induced phase (r), the temperature of the possible phase transition of the first order raises (fig. 3). The calculated from (29) r(t) is well approximated with the modified hyperbolic regression:

$$r_A(t) = k_6 + k_7/(t_0 - t), \tag{30}$$

where $k_6 = 2,446$, $k_7 = 17,026$.

For structures A and B these regressions almost coincide $(\Delta t = t_{rB} - t_{rA} < 0.04 \text{ °C}).$

For determination of the temperatures of the real phase transitions we will consider the elastic deformations of the nucleus cells and of the nearby cells of the initial phase for various r_A and r_B .

Let us determine the elastic energy $W_{dc}(t)$ of deformation of the nucleus cells of the cubic phase. Since the sizes of the cells of the new phase differ from the cells of the tetragonal phase, there will be a deformation of the cells of the nucleus and of the cells of the initial phase near the nucleus.

Let us designate as σ_i^c , e_i^c , C_{ij}^c and σ_i^t , e_i^t , C_{ij}^t accordingly, the components of the tensors of the elastic stresses, elastic deformations, coefficients of rigidity of the cubic and the tetragonal phases. Since in case of a homogeneous deformation

$$\sigma_{i}^{c} = C_{ij}^{c} e_{j}^{c}, \quad \sigma_{i}^{t} = C_{ij}^{t} e_{j}^{t}, \quad (31)$$

$$\sigma_{1}^{c}(t) = C_{11}^{c} e_{1}^{c}(t) + C_{12}^{c} e_{2}^{c}(t) + C_{13}^{c} e_{3}^{c}(t);$$

$$\sigma_{2}^{c}(t) = C_{21}^{c} e_{1}^{c}(t) + C_{22}^{c} e_{2}^{c}(t) + C_{23}^{c} e_{3}^{c}(t);$$

$$\sigma_{3}^{c}(t) = C_{31}^{c} e_{1}^{c}(t) + C_{32}^{c} e_{2}^{c}(t) + C_{33}^{c} e_{3}^{c}(t);$$
(32)

$$\sigma_{1}^{t}(t) = C_{11}^{t} e_{1}^{t}(t) + C_{12}^{t} e_{2}^{t}(t) + C_{13}^{t} e_{3}^{t}(t);$$

$$\sigma_{2}^{t}(t) = C_{21}^{t} e_{1}^{t}(t) + C_{22}^{t} e_{2}^{t}(t) + C_{23}^{t} e_{3}^{t}(t);$$

$$\sigma_{3}^{t}(t) = C_{31}^{t} e_{1}^{t}(t) + C_{32}^{t} e_{2}^{t}(t) + C_{33}^{t} e_{3}^{t}(t).$$
 (33)

As a result of the elastic deformation there will be an accommodation of the nucleus lattices and of the neighboring lattices of the initial phase, and, consequently, the parameters of these lattices will become identical $(c_d, b_d \mid a_d)$. Therefore

$$e_{1}^{c}(t) = \frac{c_{d}(t) - a_{c}(t)}{a_{c}(t)}; \quad e_{2}^{c}(t) = \frac{b_{d}(t) - a_{c}(t)}{a_{c}(t)};$$
$$e_{3}^{c}(t) = \frac{a_{d}(t) - a_{c}(t)}{a_{c}(t)}; \quad (34)$$

$$e_{1}^{t}(t) = \frac{c_{d}(t) - c_{t}(t)}{c_{t}(t)}; \quad e_{2}^{t}(t) = \frac{b_{d}(t) - a_{t}(t)}{a_{t}(t)};$$

$$e_{3}^{t}(t) = \frac{a_{d}(t) - a_{t}(t)}{a_{t}(t)}.$$
(35)

Since in case of the elastic interaction of the lattices

$$\sigma_i^c = -\sigma_i^t, \tag{36}$$

e

from (32)–(35) we will get a system of three equations with three unknowns $(c_d(t), b_d(t))$ and $a_d(t)$:

$$\begin{cases} \sigma_1^c(t) + \sigma_1^t(t) = 0, \\ \sigma_2^c(t) + \sigma_2^t(t) = 0, \\ \sigma_3^c(t) + \sigma_3^t(t) = 0. \end{cases}$$
(37)

From (37) by Cramer's method we receive:

$$c_d(t) = \frac{\Delta_x}{\Delta}, \quad b_d(t) = \frac{\Delta_y}{\Delta}, \quad a_d(t) = \frac{\Delta_z}{\Delta},$$
 (38)

where
$$\Delta = \begin{vmatrix} A_1(t) & B_1(t) & C_1(t) \\ A_2(t) & B_2(t) & C_2(t) \\ A_3(t) & B_3(t) & C_3(t) \end{vmatrix}$$
; $\Delta_x = \begin{vmatrix} M_1 & B_1(t) & C_1(t) \\ M_2 & B_2(t) & C_2(t) \\ M_3 & B_3(t) & C_3(t) \end{vmatrix}$;
 $\Delta_y = \begin{vmatrix} A_1(t) & M_1 & C_1(t) \\ A_2(t) & M_2 & C_2(t) \\ A_3(t) & M_3 & C_3(t) \end{vmatrix}$; $\Delta_z = \begin{vmatrix} A_1(t) & B_1(t) & M_1 \\ A_2(t) & B_2(t) & M_2 \\ A_3(t) & B_3(t) & M_3 \end{vmatrix}$;
 $A_1(t) = \frac{C_{11}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{11}^t}{c_t(t)}$; $B_1(t) = \frac{C_{12}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{12}^t}{a_t(t)}$;
 $C_1(t) = \frac{C_{13}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{13}^t}{a_t(t)}$; $A_2(t) = \frac{C_{23}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{23}^t}{a_t(t)}$;
 $B_2(t) = \frac{C_{22}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{13}^t}{c_t(t)}$; $B_3(t) = \frac{C_{32}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{32}^t}{a_t(t)}$;
 $A_3(t) = \frac{C_{33}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{13}^t}{a_t(t)}$; $B_3(t) = \frac{C_{32}^c}{a_c(t)} + \frac{C_{13}^t}{a_t(t)}$;
 $M_1 = C_{11}^c + C_{12}^c + C_{11}^t + C_{12}^t + C_{13}^c + C_{13}^t$;
 $M_2 = C_{21}^c + C_{22}^c + C_{23}^c + C_{21}^t + C_{21}^t + C_{22}^t + C_{23}^t$;
 $M_3 = C_{31}^c + C_{32}^c + C_{33}^c + C_{31}^t + C_{31}^t + C_{32}^t + C_{33}^t$.

From (38) and (34), (35) it is possible to determine the components of the tensors of deformations of the cells of the cubic and tetragonal phases. Density of energy of the elastic deformation $W_{dc}(t)$ of the nucleus cells of the cubic phase is determined by the following formula:

$$W_{dc}(t) = 0.5 C_{ij}^{c} e_{i}^{c}(t) e_{j}^{c}(t).$$
(39)

Similarly, we determine the energy density of the elastic deformation $W_{dc}(t)$ of the nucleus cells of the tetragonal phase in case of the reverse phase transition:

$$W_{dt}(t) = 0.5 C_{ii}^{t} e_{i}^{t}(t) e_{i}^{t}(t).$$
(40)

Due to the elastic deformation $W_{dc}(t)$, as the alternative, from the cells of the cubic phase of the nucleus the induced phase is formed, which at a certain correlation of the volumes of phases (*r*) ensures matching of the volume of the nucleus, coherence of the lattices on the section border of the nucleus and of the initial phase. Density of the elastic energy $W_{dA}^c(t)$ of the induced phase with A-structure during formation of the nucleus of the cubic phase looks like the following:

$$W_{dA}(t) = 0.5 C_{ij}^{c} e_{iA}(t) e_{jA}(t), \qquad (41)$$

where
$$e_{1A}(t) = \frac{c_A(t) - a_c(t)}{a_c(t)}$$
; $e_{2A}(t) = \frac{b_A(t) - a_c(t)}{a_c(t)}$;
 $e_{3A}(t) = \frac{a_A(t) - a_c(t)}{a_c(t)}$.

In a similar way we determine the density of the elastic energy $W_{dB}(t)$ of the induced phase with B-structure during formation of the nucleus of the tetragonal phase:

$$W_{dB}(t) = 0.5 C_{ij}^{t} e_{iB}(t) e_{jB}(t), \qquad (42)$$

where
$$e_{1B}(t) = \frac{c_B(t) - c_I(t)}{c_I(t)}$$
; $e_{2B}(t) = \frac{b_B(t) - a_I(t)}{a_I(t)}$;
 $e_{3B}(t) = \frac{a_B(t) - a_I(t)}{a_I(t)}$.

According to an assumption, the real phase transition from the cubic phase into the tetragonal phase will be at t_{rB} , when the elastic energy of deformation of the nucleus is equal to the elastic energy of the induced phase within the nucleus

$$W_{dt}(t_{rB})V_{zt} = W_{dB}(t_{rB})V_{IB},$$
(43)

where V_{zt} – volume of the nucleus of the tetragonal phase, V_{IB} – volume of the induced phase. Since

$$V_{zt} = V_{IB}(r+1),$$
 (44)

(43) acquires the following view:

$$W_{dt}(t_{rB})(r+1) = W_{dB}(t_{rB}),$$
 (45)

where r characterizes the relation of the total volumes of the cells of the tetragonal and the induced phases in the nucleus.

The reverse phase transition (from the tetragonal one into the cubic one) will be at t_{rA} , during which

$$W_{dc}(t_{rA})(r+1) = W_{dA}(t_{rA}).$$
 (46)

Let us designate the relative density of the elastic energy of deformations of the nucleus of the tetragonal phase as $W_t(t) = W_{dt}(t_{rB})(r+1)$ and the nucleus of the cubic phase as $W_c(t) = W_{dc}(t_{rA})(r+1)$. Using the temperature dependence of the lattice parameters (18), (20) and the values the elastic rigidity in the tetragonal and cubic phases of BaTiO₃ [24], the density of the elastic energies of deformations of the nuclei were determined. Fig. 4 and fig. 5 present the dependences of the density of the elastic energies $W_t(t)$, $W_{dB}(t)$, $W_c(t)$, and $W_c(t)$, $W_{dA}(t)$ on temperature. From the equality of the elastic energies by the numerical method it is possible to determine the temperatures of the phase transition t_{rB} and t_{rA} and the temperature hysteresis $\Delta t = t_{rA} - t_{rB} (t_{rB} = 118.52 \text{ °C}, t_{rA} = 128.79 \text{ °C}, \Delta t = 10.27 \text{ °C})$. The phase transition from the tetragonal phase into the cubic phase occurs at the correlation of the volumes in the nucleus of the new and of the induced phases $r_A = 5.169$. The reverse phase transition occurs at the correlation of the volumes $r_B = 3.097$.

Conclusion

The proposed method for determination of the analytical form of the temperature dependences of the parameters of a crystal lattice at m3mF4mm structural phase transition is based on the condition of preservation of the macrosymmetry, if the lattice parameters are known at any two temperatures in each phase. According to the obtained information, the temperature dependence of the tetragonal parameters a_t and c_t can be presented as the sum of two functions, the first one corresponds to the distance increase between the atoms at a thermal expansion, the second one – to the redistribution of the deformations between the lattice parameters caused by turns of the groups of atoms during a change of the spontaneous deformation. The proposed method allows us to determine the temperature of the phase transition of the second order or of the hypothetical phase transition of the second order.

Three analytical solutions were obtained, one of which corresponds to the experimental results for m3mF4mm phase transition into BaTiO₃.

A method is proposed for calculation of the temperature and of the temperature hysteresis of phase transition of the first order based on a condition of the coherent coordination of the crystal cells of the nucleus and the initial phase. On the nucleus border an induced phase is formed corresponding to the structure of a complex phase border. The temperature hysteresis is determined by the existence of two possible structures of the induced phase, the density of which allows to coordinate the volumes of the nuclei with the initial phase during the direct and the reverse phase transitions. An assumption is made, that an intensive growth of the nucleus occurs at the temperature, when the density of the elastic energy of the induced phase is equal to the density of the elastic energy of deformation of all the cells of the nucleus.

The received value of the temperature of the phase transition of the first order from the cubic phase into the tetragonal phase in BaTiO₃ agrees well with the experimental data (118.52 and 119 °C), while the temperature of the reverse phase transition is by 8 °C higher (128.79 and 120 °C). In the nucleus of the cubic phase the volume of the new phase is approximately 5 times more than the volume of the induced phase, and in the nucleus of the tetragonal phase it is 3 times more. In order to increase the accuracy of the calculated values it is necessary to take into account the temperature dependence of the elastic modules.

References

1. **Shuvalov L. A.** Kristallograficheskaja klassifikacija segnetojelektrikov, segnetojelektricheskie fazovye perehody i osobennosti domennoj struktury i nekotoryh fizicheskih svojstv segnetojelektrikov raznyh klassifikacionnyh klassov, *Kristallografija*. 1968, vol. 8, no. 4, pp. 617–624 (in Russian).

2. Aizu K. Possible species of ferromagnetic, ferroelectric and ferroelastic crystals, *Phys. Rev. B.* 1970, vol. 2, pp. 754–772.

3. **Shabel'nikov L. G., Shekhtman V. Sh., Tsarev O. M.** Rentgendifraktometricheskoe nabljudenie strukturnyh izmenenij v kristallah titanata barija, *Fiz. Tverd. Tela*, 1976, vol. 18, no. 6, pp. 1529–1537 (in Russian).

4. David W. I. F., Wood I. G. Ferroelastic phase transition in $BiVO_4$: VI. Some comments on the relationship between

spontaneous deformation and domain walls in ferroelastics, *J. Phys. C: Solid State Phys*, 1983, vol. 16. pp. 5149–5166.

5. Nepochatenko V. A., Dudnik E. F. Segnetojelasticheskie domennye stenki v BiVO₄, *Krystallografiya*, 2005, vol. 50, no. 1, pp. 109–114 (in Russian).

6. Shuvalov L. A., Dudnik E. F., Vagin S. V. Domain structure geometry of real ferroelastics, *Ferroelectrics*, 1985, vol. 65, pp. 143–145.

7. Nepochatenko V. A. Forming of Equilibrium and Non — Equilibrium Domain Walls in Ferroelastic Lead Orthophosphate, *Ferroelectrics*, 2007, vol. 359, no. 1–4, pp. 242–244.

8. Nepochatenko V. A., Pozdeev V. G. Kolichestvo vozmozhnyh orientacionnyh sostojanij v segnetojelastikah i mnogoosnyh segnetojelektrikah pri polimorfnyh fazovyh perehodah, *Izv. Poss. Akad. Nauk. Ser. Fiz*, 2013, vol. 77, no. 8, pp. 1131–1133 (in Russian).

9. Nepochatenko V. A. Structure of Thin Pseudo -90° Domain Walls in BaTiO₃, *Ferroelectrics*, 2006, vol. 341, pp. 97–102.

10. Nepochatenko V. A. Sravnitel'nyj analiz dvuh metodov rascheta orientacii domennyh stenok v segnetojelastikah, *Krystallografiya*, 2004, vol. 49, no. 5, pp. 917–920 (in Russian).

11. Nepochatenko V. A., Kudzin A. Yu. Uravnenija domennyh stenok v sisteme koordinat segnetofazy, *Fiz. Tverd. Tela.* 2006, vol. 48, no. 6, pp. 1071–1072 (in Russian).

12. **Nepochatenko V. A.** Analiz orientacionnogo sootvetstvija 90-gradusnyh domenov v BaTiO₃ i PbTiO₃, *Izv. Poss. Akad. Nauk. Ser. Fiz.*, 2010, vol. 74, no. 9, pp. 1263–1265 (in Russian).

13. Nepochatenko V. A., Nepochatenko I. A. Determination of the Temperature Dependence of Lattice Parameters in Ferroelastics at 4/mF2/m Phase Transition, *Ferroelectrics*, 2016, vol. 501, pp. 91–99 (in Russian).

14. **Kay H. F., Vousden P.** Symmetry Changes in Barium Titanate at Low Temperatures and their Relation to its Ferroelectric Properties, *Philos. Mag. ser.* 7, 1949, vol. 40, pp. 1019–1039 (in Russian).

15. **Sidorov T. A.** Osobennosti struktury i segnetojelektrichestvo faz BaTiO₃, *Krystallografiya*, 2004, vol. 49, no. 4, pp. 697–703 (in Russian).

16. Nepochatenko V. A. Uravnenija 90-gradusnyh domennyh stenok v sisteme koordinat tetragonal'noj fazy, *J. Nano and microsystem technique*, 2006, no. 6, pp. 31–34 (in Russian).

17. Shuvalov L. A. Segnetojelastiki, *Izv. Akad. Nauk. SSSR Ser. Fiz.*, 1979, vol. 43, no. 8, pp. 1554–1560 (in Russian).

18. **Korn G., Korn T.** Spravochnik po matematike dlja nauchnyh rabotnikov i inzhenerov, Moscow, Nauka, 1974, 832 p. (in Russian).

19. Kurdyumov G. V. Javlenija zakalki i otpuska stali, Moscow, Metallurgizdat, 1966, 463 p. (in Russian).

20. Kukushkin S. A., Osipov A. V. Fazovyj perehod pervogo roda cherez promezhutochnoe sostojanie, *Fiz. Tverd. Tela*, 2014, vol. 56, pp. 761–768 (in Russian).

21. **Nepochatenko V. A., Nepochatenko I. A.** Skladna fazova mezha mizh dvoma monoklinnimi fazami, *Ukr. fiz. zhurn.*, 2005, vol. 50, no. 1, pp. 64–67 (in Russian).

22. Nepochatenko V. A. Skladna fazova mezha mizh dvoma monoklinnimi fazami, *Ukr. fiz. zhurn.*, 2008, vol. 53, no. 11, pp. 1087–1093 (in Russian).

23. Nepochatenko V. A., Duda V. M., Nepochatenko I. A. Ploskaja slozhnaja fazovaja granica v BaTiO₃, *Fiz. Tverd. Tela*, 2009, vol. 51, no. 7, pp. 1287–1291.

24. Li Z., Grimsditch M., Chan S. K. The elastic and electromechanical properties of $BaTiO_3$ single crystal through the ferroelectric transition, *Ferroelectrics*, 1994, vol. 159, pp. 121–126 (in Russian).

А. А. Ковалевский, канд. техн. наук, вед. науч. сотр.,

А. С. Строгова, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., strogova@bsuir.by, **О. М. Комар**, мл. науч. сотр. Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, г. Минск, Республика Беларусь

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЧИСТОТЫ ПОВЕРХНОСТИ ПОДЛОЖЕК НА ПРОЦЕСС ОБРАЗОВАНИЯ И ТРАНСФОРМАЦИЮ НАНОКЛАСТЕРОВ КРЕМНИЙ—ГЕРМАНИЙ

Поступила в редакцию 13.06.2016

Установлено, что степень совершенства поверхности следует рассматривать как существенную часть общей задачи приготовления чистой поверхности перед процессом формирования нанокластеров SiGe и подавления их трансформации от наноразмеров к микроразмерам. Показано, что для самоорганизации нанокластеров SiGe выгодно малое смещение поверхностных атомов сложных структур на чистой поверхности с образованием связей типа Ge—Ge или Si—Si.

Ключевые слова: трансформация, нанокластеры, кремний, германий, оксиды, моногерман, моносилан, диспрозий, иттрий

Введение

Изучение поверхностных явлений играет важную роль в исследовании процессов зарождения, роста и самоорганизации нанокластеров [1-15]. Значение процессов, происходящих на поверхности исходной подложки, возрастает с уменьшением их размеров. Специфические свойства приповерхностной области могут даже определять характеристики изделий на основе нанокластеров. В монокристаллах существует различие в свойствах атомов на поверхности и в объеме. Внутреннюю часть монокристалла можно описать как регулярное повторение элементарной ячейки, которая обычно содержит небольшое число атомов. Для атома на поверхности число ближайших соседей меньше координационного числа вследствие резкого обрыва кристаллической решетки. Поверхностные атомы имеют ненасыщенные связи и поэтому могут иметь очень высокую химическую активность. В результате поверхность кристалла обычно покрыта одним или несколькими слоями соединений, образовавшимися вследствие реакции между поверхностными атомами и окружающей средой. Часто считается, что положение атомов на поверхности отличается от их положений в нормальной кристаллической решетке данного кристалла. Таким образом, свойства области твердого тела, непосредственно прилегающей к поверхности, могут отличаться от свойств внутренней части образца. В действительности поверхностные атомы монокристалла находятся совсем в другом окружении, чем атомы в объеме и, следовательно, имеют другую активность и занимают другие положения. Структура поверхности может также измениться в результате хемосорбции чужеродных атомов. Наилучшим путем для получения информации о фундаментальных свойствах поверхности является исследование чистых поверхностей [1—5, 7]. При этом важно не только приготовить чистую поверхность, но и поддерживать ее в таком состоянии в процессе самоорганизации нанокластеров.

На практике можно лишь в той или иной мере приблизиться к идеально чистой поверхности. Чистой поверхностью считается поверхность материала, химический состав которой однороден со вторым внутренним слоем атомов и которая покрыта не более одной сотой доли монослоя чужеродных атомов. Вот почему так важны исследования влияния обработки поверхности исходных подложек на процесс образования и трансформацию нанокластеров SiGe.

Цель настоящей работы — исследование влияния чистоты поверхности подложек на процесс образования и трансформацию нанокластеров кремний—германий.

Методика и экспериментальная часть

Размер нанокластеров определяли как с использованием растрового электронного микроскопа S-4800 (Hitachi, Япония), так и с помощью сканирующего зондового микроскопа "Ntegra Prima" в режиме атомной силовой микроскопии. Анализ нанокластеров кремний—германий (SiGe) проводили на поверхности пластин под углом 30° без декорирования и запыления металлом.

Изменение структуры поверхности исходных подложек, германия и нанокластеров SiGe анализировали на основании данных спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС). Спектры КРС на оптических фононах получали при облучении структур Ar лазером с длиной волны $\lambda = 514,5$ нм и регистрировали с помощью спект-



Рис. 1. Топография поверхности подложек после различных видов термообработки: a — кремниевых подложек в среде хлористого водорода; b —дополнительно отожженных в среде Ar; c — в среде H_2 ; d — с последующим отжигом в среде азота и водорода; e — подложек с ультратонким (4 нм) слоем диоксида кремния; f — с ультратонким (4 нм) слоем нитрида кремния; g, h — подложек с ультратонкими (4 нм) слоями оксида диспрозия и иттрия в среде водорода. Термообработку проводили при температуре 900...1000 °C Fig. 1. Topography of the substrate surfaces after various kinds of heat treatment: a — silicon substrates in the environment of hydrogen chloride; b — additionally annealed in Ar environment; c — in H_2 environment; d — with the subsequent annealing in the environment of nitrogen and hydrogen; e — substrates with an ultrathin (4 nm) layer of silicon dioxide; f — with ultrathin (4 nm) layer of silicon nitride; g, h — substrates with the ultrathin (4 nm) layer of silicon dioxide; f — with ultrathin (4 nm) layer of 200...1000 °C

рометра ДФС-52 при комнатной температуре. Исследовано влияние типа обработки поверхности исходных подложек на поверхностную плотность и размеры нанокластеров SiGe, сформированных при температуре 540...560 °С. Исследованы такие обработки чисто кремниевых подложек в среде хлористого водорода (рис. 1, а), с последующим отжигом их в среде аргона (b), а также в среде водорода с последующим отжигом (c) и в среде азота и водорода с последующим отжигом (d). Отжиг осуществляли при температуре 900...1000 °С. Кроме того, исследовали подложки с ультратонким (4 нм) слоем диоксида кремния с отжигом в среде водорода (e), с ультратонким (4 нм) слоем нитрида кремния с отжигом в среде водорода (f) и подложки с ультратонкими (4 нм) слоями оксида диспрозия (g) и иттрия (h).

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены топографии поверхности исходных подложек, прошедших различные типы обработки. Как оказалось, только обработка исходных подложек с 2D-нанослоями оксидов и нитрида кремния в среде водорода позволяет получить практически чистую безрельефную поверхность. Степень увеличения чистоты поверхности, наблюдавшаяся при обработке 2D-нанослоев (4 нм) из диоксида кремния на исходной кремниевой подложке, по-видимому, обусловлена восстановительными реакциями между диоксидом кремния и водородом. В результате таких реакций происходит удаление оксида кремния и вскрытие чистой поверхности исходной кремниевой подложки. На чистой поверхности монокристалла кремния имеется резкий обрыв кристаллической решетки. Вследствие этого внешняя оболочка поверхности атомов кремния (Si) заполнена не полностью и имеются, следовательно, ненасыщенные связи. Предполагается, что последовательная адсорбция одного или двух монослоев германия приводит к образованию нанокластеров SiGe (рис. 2—5). При этом вначале наблюдается быстрое формирование первого монослоя SiGe, а затем более медленное формирование второго и третьего монослов SiGe.

Число атомов германия (моногерман), адсорбированных на поверхности, можно представить в виде $N = a + b \lg t$, где t — время в минутах, a и b параметры, зависящие от температуры; a зависит также от давления моносилана (SiH₄) и моногер-



Рис. 2. Зарождение нанокластеров SiGe на чистой поверхности кремния после обработки в хлористом водороде (a) и на диоксиде кремния (b) после термообработки в среде водорода с азотом *Fig. 2. Origin of SiGe nanoclusters on a pure surface of silicon after processing in hydrogen chloride (a) and on silicon dioxide (b) after a heat treatment in the environment of hydrogen with nitrogen*



Рис. 3. Формирование нанокластеров SiGe на отожженных в аргоне (*a*) и в водороде (*b*) исходных подложках кремния Fig. 3. Formation of SiGe nanoclusters on the silicon substrates annealed in argon (*a*) and in hydrogen (*b*)

мана (GeH₄), которые используются при формировании нанокластеров SiGe.

Значения параметров *a* и *b* зависят от чистоты поверхности, уровня легирования и кристаллографической ориентации исходной подложки, а также

от типа наноразмерного 2D-покрытия исходной подложки с планарной стороны. Для германия и кремния при использовании в качестве их источников GeH₄ и SiH₄ в LPCVD-процессе в среднем $a = 8.5 \times 10^{14}$ атом/см², $b = 1.2 \times 10^{14}$ атом/см² после пятиминутного взаимодействия с поверхностью исходной подложки. Степень покрытия поверхности нанокластерами SiGe увеличивается на свежеприготовленной поверхности исходной подложки в ряду: чистая подложка с обработкой в хлористом водороде и с последующим отжигом в чистом водороде (рис. 2, 3); подложка с 2D-нанослоем оксидов диспрозия и иттрия — после термообработки в среде водорода (рис. 4) и подложка с 2D-нанослоями оксида и нитрида кремния, прошедшие термообработку в среде водорода (рис. 5). Такое увеличение связано с высокой плотностью оборванных связей на свежеприготовленной поверхности исходной подложки. Следствием этого является увеличение числа связей, связанных германием и кремнием, при самоорганизации нанокластеров SiGe [12, 15, 16]. В случае GeH₄ образуются четыре связи Si-H и четыре поверхностных атома Si связываются с одним атомом Ge, при адсорбции молекулы SiH₄ образуются четыре связи Ge-Н и четыре поверхностных атома Ge связываются с одним атомом Si [9]. В итоге такого взаимодействия образуются нанокластеры состава SiGe.

Таким образом, при монослойном заполнении чистой поверхности кремниевой подложки моносиланом (SiH₄) и моногерманом (GeH₄) полное число связей одинаково для всех газов и просто равно числу поверхностных атомов кремния (Si). Поскольку полная десорбция водорода происходит при температуре, близкой к температуре разложения SiH₄, очевидно, что водород связан с поверхностью кремния так же, как в соединении SiH₄. Заполнение поверхности можно рассчитать, если известно число атомов кремния на 1 см². Для плоскости (111) оно равно 7,84 · 10¹⁴, для плос-



Рис. 4. Топография нанокластеров SiGe на диоксиде диспрозия (a, b) и на диоксиде иттрия (c, d) без термообработки исходной подложки (a, c) и с термообработкой в среде водорода (b, d)

Fig. 4. Topography of SiGe nanoclusters on dysprosium dioxide (a, b) and on yttrium dioxide (c, d) without a heat treatment of the substrate (a, c) and with a heat treatment in the environment of hydrogen (b, d)

НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 3, 2017 -



Рис. 5. Формирование нанокластеров SiGe на отожженных в водороде поверхностях оксида кремния (a) и нитрида кремния (b) на исходных подложках кремния Fig. 5. Formation of SiGe nanoclusters on the silicon oxide surfaces annealed in hydrogen (a) and of silicon nitride (b) on the silicon substrates

кости (110) — 9,58 \cdot 10¹⁴, для плоскости (100) — 6,78 \cdot 10¹⁴. Поэтому для вычисления заполнения принимали число атомов кремния на 1 см², равным $8 \cdot 10^{14}$. Расхождение величин *a* и *b* при разных методах обработки поверхности исходных подложек может быть связано с изменением числа кристаллов с данной ориентацией поверхности или числа ненасыщенных связей. В этом случае коалесценция не лимитирует скорость процесса, поскольку и германий, и кремний поставляются из газовой фазы. SiH₄ разлагается на Si и H₂ при температуре 450 °С, а GeH₄ — на Ge и H₂ при 350 °С. Отсюда для образования соединения SiGe естественно привести смесь SiH₄—GeH₄ в контакт с нагретой поверхностью исходной кремниевой подложки до температуры ≥450 °С, чтобы сформировать нанокластеры SiGe.

На рис. 1—5 представлена эволюция изменения рельефа поверхности исходных подложек, а также наномасштаба и плотности нанокластеров после

соответствующей обработки с изменением ее условий. Видно, что исходная поверхность подложки в большинстве своем покрыта массивами наноразмерных, главным образом конусообразных, образований (рис. 3-5). Следует отметить, что увеличение как температуры, так и времени теплового воздействия на систему свежеприготовленных нанокластеров, приводит к их объединению в более крупные как по высоте, так и по латеральным размерам (до микроразмерного масштаба) агломераты (рис. 6) [16, 17].

Заполнения, достигаемые на стадии зарождения нанокластеров SiGe с использованием SiH_4 и GeH_4 в качестве источников Si и

Ge на чистых поверхностях Si и Ge, характеризуются соотношением 1/2 SiH₄ и 1/2 GeH₄ на один поверхностный атом Si или Ge. Отсюда следует, что на чистых поверхностях Si и Ge должна происходить адсорбция с диссоциацией и образованием связей Ge—H, Si—H и Si—Ge, соответственно. Водород полностью десорбируется с поверхности Si и Ge при температуре 300 °C, которая практически одна и та же для всех адсорбированных гидридов. Эта температура для кремния равна 500 °C, она близка к температурам разложения SiH₄ и GeH₄ [9]. Существует четкая корреляция между парциальным давлением SiH₄ и GeH₄ и поверхностной плотностью нанокластеров SiGe [9, 10, 16].

Газы, которые адсорбируются на чистой поверхности исходной подложки в значительных количествах, оказывают также сильное влияние и на поверхностную плотность нанокластеров.

Во всех случаях хемосорбция SiH₄ и GeH₄ приводит вначале к увеличению плотности наноклас-



Рис. 6. Трансформация нанокластеров SiGe на поверхности пленки диоксида кремния на исходной кремниевой подложке: *a* – исходные кластеры после самоорганизации; *b* – после обработки в водородоазотной смеси при температуре 560 °C; *c* – при температуре 740 °C; *d* – при температуре 900 °C. Длительность процесса термообработки – 30 мин

Fig. 6. Transformation of SiGe nanoclusters on the film surface of silicon dioxide on the silicon substrate: a - initial clusters after self-organization; b - after processing in the hydrogen-nitrogen mix at 560 °C; c - at 740 °C and d - at 900 °C. Duration of the heat treatment - 30 min

152



Рис. 7. Дифракции медленных электронов структуры 8 на плоскости (111) Ge (*a*, *c*) и структуры 7 на плоскости (111) чистой поверхности Si (*b*, *d*) Fig. 7. Diffractions of the slow electrons of structure 8 on plane (111) Ge (*a*, *c*) and structure 7 on plane (111) of pure surface Si (*b*, *d*)

теров, а затем к ее спаду. При приготовлении чистых поверхностей исходных подложек на поверхности кристалла могут сначала образовываться атомы со свободными связями, имеющие акцепторные свойства. Такая ситуация энергетически очень невыгодна. Более выгодным является создание в результате малого смещения поверхностных атомов сложных структур на чистой поверхности с образованием связей типа Ge-Ge или Si-Si. Эксперименты по дифракции медленных электронов действительно показали существование структуры 8 на плоскости (111) Ge (поверхность Ge (111) — 8×8) и структуры 7 на плоскости (111) чистой поверхности Si (поверхность Si (111) — 7×7), которая для кремния считается стабильной (рис. 7). Образование этих структур на чистых поверхностях может ослаблять их акцепторные свойства. Тем не менее, поскольку ситуация на поверхности является энергетически невыгодной, атомы на чистой поверхности обладают высокой активностью. Хемосорбция малых количеств SiH₄ и GeH₄ вырывает некоторые атомы из поверхностной структуры. Эти атомы оказываются в энергетически менее выгодных состояниях, характеризуемых более сильными адсорбционными свойствами. Это приводит к захвату большего числа атомов Si и Ge. При адсорбции большого количества SiH₄ и GeH₄ уменьшается число свободных поверхностных атомов и уменьшается поверхностная плотность нанокластеров SiGe при увеличении их размеров. Таким образом, степень совершенства поверхности следует рассматривать как существенную часть общей задачи приготовления чистой поверхности перед процессом формирования нанокластеров SiGe и подавления их перехода от наноразмеров к микроразмерам. Идеально было бы получить атомарно гладкую поверхность, параллельную заданной системе кристаллографических граней и не содержащую дефекты решетки или загрязнения. Практически же существенно знать допустимые отклонения от идеального случая в данном процессе и определить возможность реализации требуемых условий. Чтобы получить требующуюся степень совершенства поверхности в массивных монокристаллических подложках или пленках, надо применять специальные методы обработки их поверхности. Термообработка и скорость охлаждения подложек с нанокластерами SiGe также влияют на их структуру, размеры и даже состав. Отожженные образцы нанокластеров претерпевают трансформацию, в результате которой происходит переход от наномасштаба к микромасштабу (см. рис. 6).

По данным ACM было определено значение средней квадратичной шероховатости поверхности (R_{rms}) , которое не превышает 4 нм. Отмечено возрастание значения R_{rms} от 0,5 до 4 нм с увеличением и температуры, и времени теплового воздействия [16]. Увеличение площади участков сплошной поверхности и R_{rms} с повышением температуры и времени теплового воздействия в LPCVD-процессе является характерным при самоорганизации нанокластеров SiGe при осаждении ультратонких пленок полинанокристаллического кремния, легированного германием.

Это обусловлено тем, что при тепловой обработке атомы, отклоненные от идеального положения в кристаллической решетке, создают дополнительные силовые поля, что ведет к изменению упругих свойств всего нанокристалла. Поверхность нанокристалла сама является дефектом. Релаксация приповерхностных атомов изменяет жесткость кристаллита в этой области, поэтому сжимаемость нанокристаллов зависит от состояния их поверхности и размеров нанокристалла в целом.

Диапазон температур процесса термообработки сверху ограничивается процессом преобразования нанокластеров в ультратонкие пленки в результате их рекристаллизации, а снизу — очень малой скоростью их подвижности, что обеспечивает наноразмерные масштабы кластеров [4, 16, 17].

Анализ Оже-спектров нанокластеров SiGe на кремниевой подложке с SiO_2 и Si_3N_4 показал, что

в процессе их окисления создается резкий переход между слоями SiGe и подложкой, почти такой же, как между SiO₂ и кремниевой подложкой. По крайней мере до температуры 950 °С явного взаимодействия германия с другими диэлектрическими слоями, такими, например, как SiO₂, Si₃N₄, и его диффузия не обнаружены [17].

Фундаментальные исследования скорости роста нанокластеров в зависимости от температуры и времени термообработки показали, что подвижность нанокластеров и их объединение в агломераты являются многостадийными, зависящими от условий термообработки.

Критической температурой термообработки исходных нанокластеров следует считать температуру ≥900 °С, поскольку при этой температуре начинается их трансформация в микроразмерные агломераты (см. рис. 6).

Этот факт указывает на увеличение вклада коалестенции кластеров в их слияние в более крупные образования. Поэтому критической температурой самоорганизации плотного массива нанокластеров следует считать температуру 540 °С.

Заключение

Чистота поверхности исходной подложки является основополагающим фактором при самоорганизации нанокластеров SiGe. Повышение температуры и увеличение длительности термообработки в газовой среде исходных поверхностей кремниевых подложек способствует формированию наноразмерных кластеров SiGe и увеличению их плотности. Для самоорганизации нанокластеров SiGe выгодно малое смещение поверхностных атомов сложных структур на чистой поверхности с образованием связей типа Ge—Ge или Si—Si.

Таким образом, степень совершенства поверхности следует рассматривать как существенную часть общей задачи приготовления чистой поверхности перед процессом формирования нанокластеров SiGe и подавления их трансформации от наноразмеров к микроразмерам.

Список литературы

1. Никифоров В. В., Ульянов В. В., Пчеляков О. П. и др. Рост и структура наноостровков Ge на атомарночистой поверхности окиси Si // ФТТ. 2004. Т. 46, № 1. С. 80-82.

2. Востоков Н. В., Дроздов Ю. Н., Красильник З. Ф. и др. Влияние предосаждения Si_{1 – x}Ge_x слоя на рост SiGe/Si самоформирующихся островков // ФТТ. 2005. Т.47, № 1. С. 29—32.

3. **Яремко А. М., Валах М. Я., Джаган В. Н.** и др. Взаимосвязь минимумов поверхностной энергии самоиндуцированных наноостровков SiGe и их формы // Физика и техника полупроводников. 2006. Т. 40, Вып. 4. С. 391–396.

4. Kovalevskii A. A. Suppression of Recrystallization Processes in Polycrystalline Silicon Films by Thin Layers of Amorphous Silicon // Russian Microelectronics. 1998. V. 27, N. 1. P. 16-21.

5. **Samoilov A. V.** et. al. Delicated Pre-clean Reduces Epi's Thermal Budget // Semiconductor International. 2000. № 11. P. 73.

6. Ковалевский А. А., Строгова А. С., Строгова Н. С. Бабушкина Н. В. МДП-структуры с наноразмерными диэлектрическими пленками нитрида кремния, легированными РЗЭ // 24rd Int. Crimean Conference "Microwave & Telecommunication Technology" (CriMiCo'2014). 7–13 September, Sevastopol, Crimea, Russia. C. 807–808.

7. Dong-Won Kim, Sungbo Hwang, Eolgar T. F., Sanjoy Banerjee. Characterization of SiGe Quantum Dots on SiO_2 and HfO_2 Grown by Rapid Thermal Chemical Preposition for Nanoelectronic Devicer // Journal of Electrochemical Society. 2003. Vol. 150, N. 4. P. 240–243.

8. Малосиев А. Р., Плотниченко В. Г., Рыбалтовский А. О., Соколов В. О., Колташев В. В. Образование нанокластеров германия в германосиликатных стеклах, подвергнутых термообработке в атмосфере водорода // Неорганические материалы. 2003. Т. 39, № 3. С. 374—379.

9. Ковалевский А. А., Борисевич В. М., Долбик А. В. Исследование кинетики процесса осаждения слоев поликристаллического кремния в результате разложения моногидридов при пониженном давлении // Материалы. Технологии. Инструменты. 2007. Т. 12, № 3. С. 65—72.

10. Kovalevsky A. A., Borisenko V. E., Borisevich V. M., Dolbik A. V. Doping Effect in the Structure of Polycrystalline Silicon Films Grown via Silane Pyrolis // J. Inorganic Materials. 2005. Vol. 41, N. 12. P. 1260–1265.

11. Ковалевский А. А., Строгова А. С., Плякин Д. В., Борисевич В. М. Исследование самоорганизации высокоупорядоченных нанокластеров германия при осаждении пленок поликристаллического кремния, легированного германием // Нано- и микросистемная техника. 2009. № 4 (105). С. 14—19.

12. Ковалевский А. А., Плякин Д. В., Строгова А. С., Борисенко В. Е. Особенности самоорганизации высокоупорядоченных нанокластеров германия при осаждении пленок поликристаллического кремния, легированного германием // Материалы. Технологии. Инструменты. 2010. Т. 15, № 3. С. 20–26.

13. Kovalevskii A., Strogova A., Strogova N., Babushkina N. Correlation between the size of three-dimensional nanoclusters and C-V characteristics // Proceedings of International conference nanomeeting — 2013 / Reviews and Short notes. Physics, Chemistry and Application of Nanostructures, 2013. P. 629–631.

14. **Kovalevskii A., Strogova A., Strogova N., Babushkina N.** Investigation of Electrical Properties of MOS Structures with Silicon Nitride Films Doped with Rare Earth Elements // Russian Microelectronics. 2014. Vol. 43, N. 4. P. 246–251.

15. Ковалевский А. А., Борисевич В. М., Строгова А. С., Строгова Н. С. Самоорганизация наноразмерных структур на различных типах подложек // 23rd Int. Crimean Conference "Microwave & Telecommunication Technology" (CriMiCo'2013). 9–13 September, Sevastopol, Crimea, Ukraine. C. 836–837.

16. Ковалевский А. А., Бабушкина Н. В., Строгова А. С., Плякин Д. В. Самоорганизация системы высокоупорядоченных нанокластеров германия при осаждении пленок поликристаллического кремния, легированного германием // Микроэлектроника. 2010. Т. 39, № 3. С. 210–218.

17. Ковалевский А. А. Строгова А. С., Плякин Д. В. Исследование особенностей формирования нанокластеров германия в процессе окисления и термообработки пленок поликристаллического кремния, легированного германием // Микроэлектроника. 2009. Т. 38, № 2. С. 130–142. A. A. Kovalevsky, Ph. D., Leading Researcher, A. S. Strogova, Ph. D., Senior Researcher, strogova@bsuir.by, O. M. Komar, Junior Researcher,

Belorussian State University of Informatics and Radio Electronics, Minsk, 220013, Belarus

Corresponding author:

Strogova Aleksandra S., Ph. D., Senior Researcher, Belorussian State University of Informatics and Radio Electronics, Minsk, 220013, Belarus, e-mail: strogova@bsuir.by

Investigation of the Influence of Cleanliness of the Substrate Surface on Formation and Transformation of the Silicon—Germanium Nanoclusters

Received on June 13, 2016 Accepted on July 5, 2016

It was established that the degree of perfection of a surface should be considered as an essential part of the general task of preparation of a clean surface before the process of formation of SiGe nanoclusters and suppression of their transformation from the nanoscale to the microscale. It was demonstrated that a small displacement of the surface atoms of the complex structures on a clean surface with formation of Ge—Ge or Si—Si bonds is beneficial for the self-organization of SiGe nanoclusters.

Keywords: transformation, nanoclusters, silicon, germanium, oxides, monogermane, monosilane, dysprosium, yttrium

For citation:

Kovalevsky A. A., Strogova A. S., Komar O. M. Investigation of the Influence of Cleanliness of the Substrate Surface on Formation and Transformation of the Silicon–Germanium Nanoclusters, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 149–158.

DOI: 10.17587/nmst.19.149-158

Introduction

Studying of the surface phenomena plays an important role in research of the origin, growth and self-organization of the nanoclusters [1-15]. Their importance increases with reduction of their dimensions. The specific properties of the near-surface areas can determine the characteristics of the products based on nanoclusters. In the monocrystals there are distinctions in properties of the atoms on the surface and in the volume. The internal part of a monocrystal can be described as a regular repetition of an elementary cell, which contains a small number of atoms. For an atom on the surface the number of the nearest neighbors is less than the coordination number, because of a sharp breakage of the crystal lattice. The surface atoms have nonsaturated bonds and their chemical activity can be very high. The surface of a crystal is usually covered by one or several layers of the compounds, formed as a result of a reaction between the surface atoms and the environment. Often it is considered, that the position of the atoms on the surface differs from their positions in a normal crystal lattice of a crystal. The properties of the area of a solid body directly adjoining to the surface can differ from the properties of the internal part of a sample. Actually, the surface atoms of a monocrystal are in an absolutely different environment, than the atoms in the volume, and, hence, they have different activity and occupy different positions. The surface structure can change as a result of a chemical adsorption of the alien atoms. The best information concerning the fundamental properties of a surface can be obtained from the research of the pure surfaces [1-5, 7]. It is important to prepare a pure surface and maintain it during the self-organization of the nanoclusters.

In practice it is only possible to approach an ideally pure surface. A surface can be considered pure, the chemical composition of the material surface of which is homogeneous with the second inside layer of atoms and which is covered by not more than one 100-th share of a monolayer of the alien atoms. That is why the researches of the influence of processing of the surface of the initial substrates on formation and transformation of SiGe nanoclusters are so important.

The aim of the present work is research of the influence of cleanliness of the surface of the substrates on the formation and transformation of the silicon-germanium nanoclusters.

Methods and experimental part

The sizes of the nanoclusters were determined with the use of S-4800 raster electronic microscope (Hitachi, Japan) and also by means of Ntegra Prima scanning probe microscope in the mode of the atomic power microscopy. An analysis of SiGe nanoclusters was done on the surface of the plates at the angle of 30° without decoration and dustiness by a metal.

Changes of the structure of the surface of the initial substrates, germanium and SiGe nanoclusters were analyzed on the basis of the data of the spectroscopy of a combinational light scattering (CLS). CLS spectra were obtained on optical phonons during irradiation of the structures by Ar laser with the wavelength of $\lambda = 514.5$ nm and recorded by means of DFS-52 spectrometer at the room temperature. The influence of the processing of the initial substartes on the surface density and dimensions of SiGe nanoclusters formed at 540...560 °C was researched. Such processings were studied, which cleaned the surface of the purely silicon substrates in the environment of hydrogen chloride (fig. 1) with the subsequent annealing of them in the environment of argon (b), and also in the environment of hydrogen with the subsequent annealing (c), and in the environment of nitrogen and hydrogen with the subsequent annealing (d). Annealing was carried out at 900...1000 °C. Besides, the substrates were investigated with an ultrathin (4 nm) layer of silicon dioxide and annealing in the environment of hydrogen (e), with an ultrathin (4 nm) layer of silicon nitride and annealing in the environment of hydrogen (f), and the substrates with an ultrathin (4 nm) layers of the oxides of dysprosium (g) and yttrium (h).

Results and their discussion

Fig. 1 presents the topographies of the surfaces of the initial substrates, subjected to various processings. As it turns out, only the processing of the substrates with 2D-nanolayers of the silicon oxide and silicon nitride in the environment of hydrogen allows us to obtain a practically clean, no-relief surface. The degree of improvement of the surface cleanliness, observed during processing of 2D-nanolayers (4 nm) from silicon dioxide on the initial silicon substrate, apparently, is explained by the reducing reactions between SiO_2 and H_2 . As a result, the silicon oxide is removed and a pure surface of a silicon substrate is open. On the pure surface of the silicon monocrystal there is a sharp breakage of a crystal lattice. As a result the external cover of the surface of the silicon atoms (Si) is not filled completely and there are nonsaturated bonds. It is assumed, that a consecutive adsorption of one or two monolayers of germanium leads to formation of SiGe nanoclusters (fig. 2-5). At that, at first, a rapid formation of the first monolayer of SiGe is observed, and then a slower formation of the second and of the third monolayers of SiGe.

The number of atoms of germanium (monogermane), adsorbed on the surface, is possible to present in the form of $N = a + b \lg t$, where t — time in minutes, a and b — the parameters depending on temperature; a depends also on the pressure of monosilane (SiH₄) and monogermane (GeH₄), which are used for formation of SiGe nanoclusters.

Values of a and b depend on the cleanliness of the surface, level of doping and the crystallographic substrate orientation, and also on the type the nanosized 2D-covering of the initial substrate from the planar side. For Ge и Si during their use as sources of GeH₄ and SiH₄ in LPCVD on average $a = 8.5 \times 10^{14}$ atom/cm², $b = 1.2 \times 10^{14}$ atom/cm², after a five-minute interaction with the surface of the initial substrate. The degree of covering of the surface by SiGe nanoclusters increases on a freshly-prepared surface of the substrate in the row - a pure substrate with processing in hydrogen chloride and the subsequent annealing in pure hydrogen (fig. 2, 3), a substrate with 2D nanolayer of dysprosium and yttrium oxides after a heat treatment in the environment of hydrogen (fig. 4) and a substrate with 2D nanolayers of silicon oxide and silicon nitride, after a heat treatment in hydrogen (fig. 5). Such an increase is connected with a high density of the torn off bonds on the freshly-prepared surface of the initial substrate. A consequence is an increase of the number of the bonds connected with germanium and silicon during the self-organization of SiGe nanoclusters [12, 15, 16]. In case of GeH₄ four Si-H bonds are formed and four surface atoms of Si are connected with one atom of Ge, during adsorption of SiH₄ molecule four Ge-H bonds are formed and four surface atoms of Ge are connected with one atom of Si [9]. As a result, nanoclusters of SiGe composition are formed.

Thus, in case of a monolayer filling of a pure surface of a silicon substrate with monosilane (SiH₄) and monogermane (GeH₄) the full number of bonds is equal for all the gases and is simply equal to the number of the surface atoms of silicon (Si). Since a full desorption of hydrogen occurs at the temperature close to the decomposition of SiH₄, it is obvious, that hydrogen is connected with the silicon surface in the same way as in SiH₄. The surface filling can be calculated, if the number of the silicon atoms per 1 cm² is known. For the plane (111) it is equal to 7.84 × 10¹⁴, for (110) - 9.58 × 10¹⁴, for (100) - 6.78 × 10¹⁴. Therefore for calculation of the filling we assumed the number of atoms of silicon per 1 cm² equal

to 8×10^{14} . The divergence of the values of *a* and *b* at different methods of processing of the substrate surfaces can be connected with a change of the number of crystals with the given surface orientation a or with the number of the non-saturated bonds. In this case the coalescence does not limit the speed, because germanium and silicon are delivered from the gas phase. SiH₄ decays into Si and H₂ at 450 °C and GeH₄ — into Ge and H₂ at 350 °C. Hence, for formation of SiGe it is natural to bring SiH₄—GeH₄ mix in contact with the surface of the initial silicon substrate heated up to the temperature of \geq 450 °C in order to generate SiGe nanoclusters.

Fig. 1–5 present the evolution of the change of the surface relief of the substrates, and also of the nanoscale and the density of the nanoclusters after processing with a change of its conditions. It is visible, that the substrate surface is mostly covered with the arrays of the nanosized, mainly cone-shaped, formations (fig. 3–5). It is necessary to point out, that an increase of the temperature and the period of the thermal influence on the system of the freshly-prepared nanoclusters leads to their integration in the agglomerates, larger by the height and lateral sizes (up to microdimensional scale) (fig. 6) [16, 17].

Fillings at the stage of the origin of SiGe nanoclusters with the use of SiH₄ and GeH₄ as the sources of Si and Ge on the pure surfaces of Si and Ge are characterized by correlation of 1/2 SiH₄ and 1/2 GeH₄ per one surface atom of Si or Ge. From here it follows, that on the pure surfaces of Si and Ge there should be an adsorption with a dissociation and formation of Ge–H, Si–H and Si–Ge bonds. Hydrogen is completely desorbed from the surface of Si and Ge at 300 °C, which is practically the same for all the adsorbed hydrides. For silicon this temperature is equal to 500 °C, and it is close to decomposition of SiH₄ and GeH₄ [9]. There is a correlation between the partial pressure of SiH₄ and GeH₄ and the surface density of SiGe nanoclusters [9, 10, 16].

The gases, which are adsorbed on a pure surface of the initial substrate in significant amounts, also produce a strong impact on the surface density of the nanoclusters.

In all the cases, at the beginning, the chemical adsorption of SiH_4 and GeH_4 leads to an increase of the density of the nanoclusters, and then to its decline. During preparation of the pure substrate surfaces, at first, atoms can be formed on the crystal surface with the free bonds and the acceptor properties. This is energetically very unfavorable. As a result of small displacement of the surface atoms, more favorable is creation of the complex structures on a pure surface with formation of Ge–Ge or Si–Si bonds. Experiments concerning diffraction of the slow electrons demonstrated existence of structure -8 on the plane (111) Ge (surface Ge (111) -8×8) and of structure -7 on the plane (111) of pure surface Si (surface Si (111) -7×7), which for silicon is considered stable (fig. 7). Formation of these structures on the pure surfaces can weaken their acceptor properties. Nevertheless, since the situation on the surface is energetically unfavorable, the atoms on a pure surface possess high activity. Chemical adsorption of small quantities of SiH_4 and GeH_4 pulls some atoms out from the surface structure. Those atoms appear in the energetically less favorable states characterized by stronger adsorptive properties. This leads to a capture of a bigger number of atoms of Si and Ge. Adsorption of a considerable quantity of SiH₄ and GeH₄ reduces the number of the free surface atoms and the surface density of SiGe nanoclusters with an increase of their sizes. Thus, a degree of perfection of a surface should be considered as an essential part of the general task of preparation of a pure surface before formation of SiGe nanoclusters and suppression of their transition from nanosizes to microsizes. It would be ideal to receive an atomic smooth surface, parallel to the set system of the crystallographic facets and not containing defects of the lattice or pollution. But practically it is important to know the maximal deviations from an ideal case and to define a possibility of realization of the demanded conditions. In order to receive the required degree of perfection of a surface in the massive monocrystal substrates or films it is necessary to apply special methods for the surface processing. The heat treatment and the speed of cooling of the substrates with SiGe nanoclusters also influence their structure, their sizes and even composition. The annealed samples of the nanoclusters undergo a transformation, the result of which is a transition from a nanoscale to a microscale (fig. 6).

According to ACM data, the value of the mean-square surface roughness (R_{rms}) was determined, which did not exceed 4 nm. Growth of R_{rms} from 0.5 up to 4 nm was observed with an increase of both temperature and time of the thermal influence [16]. The increase of the area of the sites of a continuous surface and R_{rms} with a rise in temperature and time of the thermal influence in LPCVD is typical for the self-organizing SiGe nanoclusters during deposition of the ultrathin films of the polynanocrystalline silicon alloyed by germanium.

This is due to the fact that at the thermal processing the atoms, deviated from the ideal positions in a crystal lattice, create additional force fields, and this results in a change of the elastic properties of the nanocrystals. Its surface itself is a defect. The relaxation of the near-surface atoms changes the rigidity of the crystalline particles in this area, and, therefore, the compressibility of the nanocrystals depends on the state of their surface and its size as a whole.

From above the range of the temperatures of the heat treatment is limited by transformation of the nanoclusters into the ultrathin films as a result of their recrystallization, and from below — by a very small speed of their mobility, which ensures the nanosize scales of the clusters [4, 16, 17].

An analysis of the Auger-spectra of the SiGe nanoclusters on a silicon substrate with SiO₂ and Si₃N₄ demonstrated, that during their oxidation a sharp transition was created between the SiGe layers and the substrate, almost the same, as the one between SiO₂ and the silicon substrate. At least up to 950 °C no obvious interaction of germanium with the other dielectric layers, such, for example, as SiO₂, Si₃N₄ and its diffusion, was detected [17].

The fundamental research of the growth rate of the nanoclusters depending on the temperature and time of the heat treatment demonstrated, that their mobility and integration in agglomerates were the multistage processes, depending on the conditions of heat treatment.

The critical temperature of the heat treatment of the initial nanoclusters should be considered the temperature of \geq 900 °C, because at this temperature their transformation into micro-dimensional agglomerates begins (see fig. 6).

This fact points to the increase of the contribution of the clusters' coalescence to their merge into larger formations. Therefore, the critical temperature of the self-organization of a dense array of nanoclusters should be considered 540 $^{\circ}$ C.

Conclusion

Cleanliness of the surface of the initial substrate is the basic factor for the self-organization of SiGe nanoclusters. A rise in temperature and an increase of duration of the heat treatment in the gas environment of the initial surfaces of the silicon substrates promotes formation of the nanosized SiGe clusters and increase their density. For the self-organization of the SiGe nanoclusters a small displacement of the surface atoms of the complex structures on the pure surface is favorable with formation of bonds of Ge—Ge or Si—Si type.

Thus, the degree of perfection of a surface should be considered as an essential part of the general task of preparation of a pure surface before the process of formation of SiGe nanoclusters and suppression of their transformation from nanosizes to microsizes.

References

1. Nikiforov V. V., Ul'yanov V. V., Pchelyakov O. P. et al. Rost i struktura nanoostrovkov Ge na atomarnochistoj poverhnosti okisi Si, *FTT*, 2004, vol. 46, no. 1, pp. 80–82 (in Russian).

2. Vostokov N. V., Drozdov Yu. N., Krasil'nik Z. F., et al. Vliyanie predosazhdeniya $Si_{1-x}Ge_x$ sloya na rost SiGe/Si samo-formiruyushchihsya ostrovkov, *FTT*, 2005, vol. 47, no. 1, pp. 29–32 (in Russian).

3. Vostokov N. V., Drozdov Yu. N., Krasil'nik Z. F. i dr. Vliyanie predosazhdeniya $Si_{1-x}Ge_x$ sloya na rost SiGe/Si samoformiruyushchihsya ostrovkov, *FTT*, 2005, vol. 47, no. 1, pp. 29–32 (in Russian).

4. Kovalevskii A. A. Suppression of Recrystallization Processes in Polycrystalline Silicon Films by Thin Layers of Amorphous Silicon, *Russian Microelectronics*, 1998, vol. 27, no. 1, pp. 16–21.

5. **Samoilov A. V.** et al. Delicated Pre-clean Reduces Epi's Thermal Budget, *Semiconductor International*, 2000, no. 11, pp. 73.

6. Kovalevskij A. A., Strogova A. S., Strogova N. S., Babushkina N. V. MDP-struktury s nanorazmernymi diehlektricheskimi plenkami nitrida kremniya, legirovannymi RZEH, 24-rd Int. Crimean Conference "Microwave & Telecommunication Technology" (CriMiCo'2014). 7–13 September, Sevastopol, Crimea, Russia, pp. 807–808 (in Russian).

7. Dong-Won Kim, Sungbo Hwang, Eolgar T. F., Sanjoy Banerjee. Characterization of SiGe Quantum Dots on SiO₂ and HfO₂ Grown by Rapid Thermal Chemical Preposition for Nanoelectronic Devicer, *Journal of Electrochemical Society*, 2003, vol. 150, no. 4, pp. 240–243.

8. Malosiev A. R., Plotnichenko V. G., Rybaltovskij A. O., Sokolov V. O., Koltashev V. V. Obrazovanie nanoklasterov germaniya v germanosilikatnyh steklah, podvergnutyh termoobrabotke v atmosfere vodoroda, *Neorganicheskie materialy*, 2003, vol. 39, no. 3, pp. 374–379 (in Russian).

9. Kovalevskij A. A., Borisevich V. M., Dolbik A. V. Issledovanie kinetiki processa osazhdeniya sloev polikristallicheskogo kremniya v rezul'tate razlozheniya monogidridov pri ponizhennom davlenii, *Materialy. Tekhnologii. Instrumenty*, 2007, vol. 12, no. 3, pp. 65–72 (in Russian).

10. Kovalevsky A. A., Borisenko V. E., Borisevich V. M., Dolbik A. V. Doping Effect in the Structure of Polycrystalline Silicon Films Grown via Silane Pyrolis, *J. Inorganic Materials*, 2005, vol. 41, no. 12, pp. 1260–1265.

11. Kovalevskij A. A., Strogova A. S., Plyakin D. V., Borisevich V. M. Issledovanie samoorganizacii vysokouporyadochennyh nanoklasterov germaniya pri osazhdenii plenok polikristallicheskogo kremniya, legirovannogo germaniem, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2009, no. 4 (105), pp. 14–19 (in Russian).

12. Kovalevskij A. A., Plyakin D. V., Strogova A. S., Borisenko V. E. Osobennosti samoorganizacii vysokouporyado-

chennyh nanoklasterov germaniya pri osazhdenii plenok polikristallicheskogo kremniya, legirovannogo germaniem, *Materialy. Tekhnologii. Instrumenty*, 2010, vol. 15, no. 3, pp. 20–26 (in Russian).

13. Kovalevskii A., Strogova A., Strogova N., Babushkina N. Correlation between the size of three-dimensional nanoclusters and C-V characteristics, *Proceedings of International conference nanomeeting* – 2013. Reviews and Short notes. Physics, Chemistry and Application of Nanostructures, 2013, pp. 629–631.

14. **Kovalevskii A., Strogova A., Strogova N., Babushkina N.** Investigation of Electrical Properties of MOS Structures with Silicon Nitride Films Doped with Rare Earth Elements, *Russian Microelectronics*, 2014, vol. 43, no. 4, pp. 246–251. 15. Kovalevskij A. A., Borisevich V. M., Strogova A. S., Strogova N. S. Samoorganizaciya nanorazmernyh struktur na razlichnyh tipah podlozhek, 23-rd Int. Crimean Conference "Microwave & Telecommunication Technology" (CriMiCo '2013). 9–13 September, Sevastopol, Crimea, Ukraine, pp. 836–837 (in Russian).

16. Kovalevskij A. A., Babushkina N. V., Strogova A. S., Plyakin D. V. Samoorganizaciya sistemy vysokouporyadochennyh nanoklasterov germaniya pri osazhdenii plenok polikristallicheskogo kremniya, legirovannogo germaniem, *Mikroehlektronika*, 2010, vol. 39, no. 3, pp. 210–218 (in Russian).

17. **Kovalevskij A. A.** Podavlenie rekristallizacionnyh processov v polikristallicheskih plenkah kremniya amorfnymi sloyami kremniya, *Mikroehlektronika*, 1998, vol. 27, no. 1, pp. 16–21 (in Russian).

УДК 621.3.049.76 + 544.227

DOI: 10.17587/nmst.19.158-164

А. В. Юхневич, канд. физ.-мат. наук, вед. науч. сотр., e-mail: yukhnevich@bsu.by,

И. А. Майер, инженер-исследователь, e-mail: imaier@mail.ru,

A. E. Усенко, канд. хим. наук, доц., e-mail: alexandrausenka@mail.ru

Учреждение Белорусского государственного университета "Научно-исследовательский институт физико-химических проблем" (НИИ ФХП БГУ), Минск, Беларусь

К ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ НЭМС-УСТРОЙСТВ

Поступила в редакцию 29.09.2016

Рассматривается возможность предельного уменьшения размеров МЭМС, НЭМС и других миниатюрных приборов в технологии их изготовления методами маскированного растворения кристалла. Для этого необходимо использование специальных растворителей, позволяющих получать изделия с "идеальными" поверхностями. Предлагается путь создания таких, пока неизвестных, растворителей, основанный на атомном моделировании процесса растворения.

Ключевые слова: миниатюризация, НЭМС-технология, атомарная точность, маскированное растворение кристалла, атомное моделирование

Миниатюризация различных приборов является одним из важных направлений развития техники. В работе рассматривается возможность компьютерного моделирования при совершенствовании процесса маскированного растворения кристалла (МРК) — одного из эффективных технологических приемов, широко используемых в производстве миниатюрных приборов. Такие изделия изготавливают групповым методом в несколько этапов путем растворения совершенного кристалла в окнах масок, наносимых на поверхность. Необходимая топология масок на каждом этапе формируется методами микро/нанолитографии. Данную технологию можно использовать, например, при изготовлении сложных 3D-конструкций МЭМС/НЭМСприборов типа гироскопов и акселерометров на основе монокристаллического кремния. Предельные технические параметры таких приборов зависят от точности изготовления формы деталей, от качества их поверхностей.

При совершенствовании технологий на пути к естественному пределу миниатюризации изделий *атомным размерам деталей*, требуется соответствующее улучшение точности изготовления. Это возможно, например, при развитии подходов, осно-

ванных на поатомной сборке конструкций зондовыми методами [1, 2]. Однако такие технологии сложны в реализации и малопроизводительны. МРК-методики характеризуются наиболее высокой производительностью среди известных технологий. Атомарная точность формирования конструкций с их использованием также возможна, но в настоящее время труднодостижима вследствие недостаточной изученности механизма возникновения и развития дефектов поверхности кристалла при растворении в различных средах. Современные распространенные МРК-технологии основаны на плазменном и жидкостном растворении. Однако поверхности микродеталей, формирующиеся данными методами, недостаточно планарны, имеют сложный трудно контролируемый рельеф с деталями размером до 10 нм и более. Размер дефектов поверхности возрастает при увеличении глубины травления кристалла [3-8].

В перспективных микро/нанотехнологиях желательно формирование *атомно-гладких поверхностей* с определенной кристаллографической ориентацией. Одной из эффективных составляющих в деле изучения и совершенствования процесса растворения кристалла является его моделирование

на атомном уровне. Такое моделирование применительно к кристаллам кремния осуществлялось в ряде работ [9-17]. Модели реализуются в виде компьютерных программ, основанных на представлении процесса растворения как последовательности элементарных актов — удалений одного или нескольких поверхностных атомов, выбираемых случайным образом. В таких программах атомы классифицируют по типам в зависимости от особенностей расположения соседних атомов при тетраэдрической их координации. В компьютерных экспериментах задают следующие основные исходные параметры процесса: вероятности (скорости) удаления атомов различных типов, кристаллографическая ориентация и микроструктура исходной поверхности, форма маски, глубина травления. Результирующие микро/наноструктуры визуализируются с необходимой точностью, включая атомное разрешение.

Основное отличие моделей заключается в способах отнесения поверхностных атомов к различным типам и в особенностях выбора очередных атомов на удаление. Например, в модели, представленной в работе [15], рассматривается 139 типов атомов поверхности, классифицированных по числу первых и вторых прямых соседей, а также по их принадлежности к поверхностным (число первых соседей меньше четырех), или к объемным (число первых соседей равно четырем). При работе соответствующей компьютерной программы выполняется заданное число циклов — "удалений" одиночных атомов. Выбор конкретного атома на удаление в цикле осуществляется кинетическим методом Монте-Карло с использованием рассчитанного числа атомов каждого типа на данном этапе эксперимента и знания набора значений вероятности удаления атомов каждого типа в модели (HBM).

Адекватность модели реальному (натурному) МРК-процессу оценивается путем сравнения результирующих форм микро/нанообъектов, полученных в компьютерных и натурных экспериментах, выполненных в похожих условиях. Степень подобия таких форм свидетельствует о степени адекватности рассматриваемой модели, включая атомно-молекулярный уровень соответствия реальных событий на поверхности кристалла их представлению в модели. Лучшее представление содержится в структуре НВМ наиболее адекватной модели, выделенной в ходе сравнительных компьютерных и натурных экспериментов. В известных работах по атомному моделированию растворения кристалла кремния определяли модели, наиболее адекватные процессу травления в широко используемых анизотропных растворителях, таких как растворы гидроксида калия (КОН) и растворы тетраметиламмония (ТМАН). Степень идентичности результирующих микро/нанообъектов, сформированных в натурных и компьютерных экспериментах, определяли в большинстве работ *по внешнему сходству* их форм без подробного сравнения атомной структуры поверхностей.

Цель данной работы — наметить путь решения некоторых перспективных технологических задач. Методом атомного моделирования планируется выявлять основные технологические условия, позволяющие реализовать предельно возможную (атомную) точность формирования деталей кремниевых микро/нанообъектов при их изготовлении МРКметодами. На данном этапе определяется возможность формирования атомно-гладких поверхностей с технологически востребованной ориентацией типа (001). Ключевым условием решения этой задачи является применение специальных анизотропных растворителей кристалла кремния. Результатом работы таких растворителей на участках поверхности кристалла с ориентацией, близкой к (001), содержащих различные дефекты, должно быть формирование "идеальных" поверхностей Si(001). В настоящее время подходящие для этого составы (жидкости, газа, плазмы) не известны.

В работе рассматривается возможный начальный этап синтеза именно таких растворителей. Он основан на атомном моделировании элементарных процессов растворения и на выделении среди них тех, которые приводят к идеальному выглаживанию первоначально разупорядоченной поверхности. При испытаниях данного подхода нами разработаны различные варианты моделей Diamond, предназначенных для изучения растворения кристаллов типа алмаза. В каждой такой модели рассмотрен процесс ликвидации различных дефектов поверхности (001). Было установлено, что в моделях, допускающих идеальную полировку этой поверхности, должно обязательно учитываться влияние вторых непрямых соседей атома кристалла на скорость элементарных реакций с его участием. Отметим, что модель, рассмотренная в работе [15], в которой не учтен данный тип атомов, не позволяет изучать процесс формирования совершенной поверхности Si(001).

Одна из подходящих для этого моделей представлена в данной работе. В ней рассмотрено 129 типов атомов поверхности, различающихся числом соседей. Каждый тип может быть обозначен тройкой чисел (f, ds, ns), где f — число первых соседей (связность атома); ds — число его прямых вторых соседей; ns — число непрямых вторых соседей. Например, атомы в первом слое идеальной поверхности (001) относятся к типу (262). Всего в модели 40 типов односвязных атомов (f = 1), 49 двухсвязных (f = 2) и 40 типов трехсвязных атомов (f = 3) без учета ориентационного различия структурных изомеров. Схема работы соответствующей компьютерной программы *Diamond-4* показана на рис. 1, где



Рис. 1. Схема работы программы *Diamond*-4 при полировке поверхности (001)

Fig. 1. An operating circuit of Diamond-4 program during polishing (001)-surface

отмечены ее основные параметры: $[{}^{0}N_{1} - {}^{0}N_{129}]$ – набор чисел атомов всех типов на исходной поверхности (001) кристалла, характеризующий ее рельеф; $[P_{1} - P_{129}]$ – НВМ рассматриваемой модели растворителя; N – число циклов, равное числу атомов, удаляемых в компьютерном эксперименте; M – номер цикла, в котором удаляется атом ${}^{M}n_{i}$.

Компьютерный эксперимент включает два начальных этапа: 1) задание размера и формы исходного образца совершенного кристалла с решеткой типа алмаза и поверхностью (001); 2) разупорядочение этой поверхности путем формирования на ней различных дефектов. Целью исследования в серии экспериментов является поиск модели идеального полирующего растворителя, работа которого заключается в удалении любых дефектов поверхности (001) и завершается автоматической остановкой процесса при формировании атомногладкой поверхности. Особенности НВМ в такой модели будут содержать детальную информацию об элементарных актах, необходимых для реализации искомого атомно-молекулярного процесса. Знание этих особенностей позволит ориентироваться в ходе определения состава реального искомого полирующего растворителя и способа его применения.

Поиск такой модели и соответствующей HBM является сложной задачей, особенно при большом числе типов поверхностных атомов. В нашем ис-

следовании существенным является предложение начинать решение этой задачи с использования лишь двух предельных значений 1 и 0 для вероятностей удаления атомов всех сортов. В этом случае имеется доступная возможность найти пробную модель искомого полирующего растворителя (необходимые типы поверхностных атомов) и соответствующий НВМ (распределение данных значений вероятности по всем типам атомов). Для этого выполняются серии компьютерных экспериментов по удалению различных дефектов на поверхности (001) в различных пробных моделях полирующего растворения. Опыты начинаются с формирования и удаления простейших дефектов поверхности, таких как одиночная вакансия в верхнем слое атомов. В последующих экспериментах атомная структура отдельных дефектов усложняется, увеличивается их число и изменяется характер распределения по глубине на разупорядоченной (шероховатой) поверхности. Существенна необходимость рассмотрения всех видов дефектов, которые могут образовываться при реальном растворении реального кристалла. Программа Diamond-4 позволяет формировать дефекты поверхности с атомной структурой любой сложности путем манипулирования одиночными атомами кристалла (удаление или включение нового) на детальном изображении приповерхностной области.

В этих экспериментах относительно просто определить типы атомов, которые в искомой модели должны иметь наибольшую и наименьшую вероятности удаления, равные, соответственно, 1 и 0. Найденная таким путем пробная модель включает информацию о природе тех элементарных стадий процесса растворения, реализация которых принципиально необходима для получения ожидаемого результата. Действительно, НВМ можно рассматривать как перечень всех возможных элементарных стадий (удалений атомов), с информацией о вероятности реализации и содержании (локальная атомная структура до и после акта удаления) каждой из них. Существенно, что в НВМ предлагаемой пробной модели эти стадии разделены на два вида: наиболее вероятные и наименее вероятные. Это разделение строго специфично (уникально) для различных моделей растворения. Оно открывает возможность априорной оценки качества искомого растворителя на последующих этапах его создания.

На этих этапах будет осуществляться теоретическая оценка пригодности различных новых растворителей, имеющих предположительно подходящий состав, на их способность выполнять идеальную полировку поверхности. Оценки могут быть основаны на расчете энергий взаимодействия атомов кристалла с молекулами, ионами, электронами искомого растворителя с учетом найденной информации о локальной структуре кристалла до и после удаления каждого атома. Сравнение вероятностей удаления, рассчитанных таким образом, с вероятностями, входящими в HBM пробной модели, позволит оценить и выделить наиболее подходящие составы из числа испытанных. Кандидатами в искомые растворители будут те составы, для которых рассчитанные вероятности удаления атомов различных типов в наибольшей мере соответствуют содержанию HBM выделенной пробной модели.

При испытаниях модели Diamond-4 был найден НВМ, подходящий для такой оценки. Входящие в него значения вероятности определяли следующим образом: вероятностям удаления всех односвязных атомов придавали значение, равное 1; вероятности удаления двухсвязных и трехсвязных атомов определяли в ходе компьютерных опытов по удалению различных дефектов поверхности (001), начиная с простейших, типа одиночной или парной вакансии. В каждом опыте на изображении поверхности вблизи дефекта выбирали атомы кристаллической решетки, которые нужно непременно удалять в процессе растворения для того, чтобы рассматриваемый дефект "стравливался". Вероятностям удаления таких атомов приписывали значение 1 в НВМ пробной модели. Это значение для данного типа атомов сохраняли в последующих опытах с другими дефектами. В ходе этих опытов определяли другие типы атомов, вероятностям удаления которых также приписывали значение 1, если их удаление было необходимо для "стравливания" новых дефектов. В результате выделялась структура НВМ, оптимальная для реализации искомого процесса "идеальной" полировки поверхности. Оптимальным считали НВМ, содержащий минимальное число типов двухсвязных и трехсвязных атомов, которым придано значение 1.

В результате экспериментов с моделью растворения *Diamond-4* было найдено, что для нее оптимальным является пробный HBM, в котором *из* 49 *типов* двухсвязных атомов *только* 8 должны иметь значение вероятности удаления, равное 1. Это типы (220), (230), (240), (241), (250), (251), (252) и (261). Остальные двухсвязные и все трехсвязные типы поверхностных атомов характеризуются нулевой вероятностью удаления. Пример работы данной пробной модели полирующего раствора показан на рис. 2 (см. третью сторону обложки).

При поиске состава искомого реального раствора должно быть учтено найденное изменение локальной атомной структуры кристалла до и после удаления каждого атома. Характер этого изменения содержится в структуре HBM, определенной в ходе отмеченных компьютерных экспериментов, поскольку каждому типу атома соответствует известная структура расположения соседних атомов. Предположение о сохранении тетраэдрической координации атомов до и после удаления является допустимым предположением на первом этапе разработки искомого растворителя. Предлагаемый подход к разработке полирующих растворителей для кристаллов типа алмаза может быть использован при рассмотрении кристаллов других сингоний.

Заключение

Рассмотрена проблема получения атомного разрешения при изготовлении предельно миниатюрных приборов методом маскированного растворения кристалла. Разработку неизвестных пока растворителей, позволяющих формировать детали приборов с атомно-гладкой поверхностью, предлагается начинать с моделирования процесса растворения на атомном уровне и выявления элементарных стадий процесса, реализация которых необходима для формирования заданной геометрии деталей. Отмечен возможный путь получения совершенной поверхности (001) кристаллов типа алмаза, например, — монокристаллов кремния.

Список литературы

1. Saw Wai Hla. Atom-by atom assembly // Reports on Progress in Physics. 2014. Vol. 77, (056502). P. 1–16.

2. Lee W. C. T., McKibbin S. R., Thompson D. L., Xue K., Scappucci G., Bishop N., Celler G. K., Carroll M. S., Simmons M. Y. Lithography and doping in strained Si towards atomically precise device fabrication // Nanotechnology. 2014. Vol. 25, (145302). P. 1–8.

3. **Wu B., Kumar A., Pamarthy S.** High aspect ratio silicon etch: A review // Journal of Applied Physics. 2010. Vol. 108, (051101). P. 1–20.

4. Соколов Л. В., Жуков А. А., Парфенов Н. М., Ануров А. Е. Анализ современных технологий объемного микропрофилирования кремния для производства чувствительных элементов датчиков и МЭМС // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 10. С. 27–35.

5. Chutani R. K., Hasegawa M., Maurice V., Passilly N., Gorecki C. Single-step deep reactive ion etching of ultra-deep silicon cavities with smooth sidewalls // Sensors and Actuators A: Physical. 2014. Vol. 208. P. 66–72.

6. Lee C. G. N., Kanarik K. J., Gottscho R. A. The grand challenges of plasma etching: a manufacturing perspective // Journal of Physics D: Applied Physics. 2014. Vol. 47, (273001). P. 1–9.

7. Парфенов Н. М. Аналитические исследования современных способов микропрофилирования кремниевых пластин с КНИ-гетероструктурой // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 1 (174). С. 8—14.

8. Meng L., Yan J. Effect of process parameters on sidewall damage in deep silicon etch // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2015. Vol. 25. P. 1–8.

9. Gosalvez M. A., Nieminen R. M., Kilpinen P., Haimi E., Lindroos V. Anisotropic wet chemical etching of crystalline silicon: atomistic Monte-Carlo simulations and experiments // Applied Surface Science. 2001. Vol. 178. P. 7–26.

10. **Gosalvez M. A., Foster A. S., Nieminen R. M.** Atomistic simulations of surface coverage effects in anisotropic wet chemical etching of crystalline silicon // Applied Surface Science. 2002. Vol. 202. P. 160–182.

11. Gosalvez M. A., Sato K., Foster A. S., Nieminen R. M., Tanaka H. An atomistic introduction to anisotropic etching // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2007. Vol. 17. P. S1–S26.

12. Zhou Z. F., Huang Q. A., Li W. H., Deng W. A cellular automaton-based simulator for silicon anisotropic etching processes considering high index planes // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2007. Vol. 17. P. S38—S49.

13. Gosalvez M. A., Xing Y., Sato K., Nieminen R. M. Atomistic methods for the simulation of evolving surfaces // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2008. Vol. 18. P. 1–17. 14. Xing Y., Gosalvez M. A., Sato K., Tian M., Yi H. Evolutionary determination of kinetic Monte-Carlo rates for the simulation of evolving surfaces in anisotropic etching of silicon // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2012. Vol. 22. P. 1–12.

15. Юхневич А. В., Майер И. А., Усенко А. Е. К моделированию технологии изготовления кремниевых МЭМС/НЭМС приборов // Теоретическая и прикладная механика: междунар. науч.-техн. сб. Вып. 28. Минск: БНТУ, 2013. С. 123—126. 16. Montoliu C., Ferrando N., Gosalvez M. A., Cerda J., Colom R. J. Implementation and evaluation of the Level Set method: Towards efficient and accurate simulation of wet etching for microengineering applications // Computer Physics Communications. 2013. Vol. 184. P. 2299–2309.

17. Ferrando N., Gosalvez M. A., Ayuela A. Evolutionary Kinetic Monte Carlo: Atomistic Rates of Surface-Mediated Processes from Surface Morphologies // The Journal of Physical Chemistry C. 2014. Vol. 118. P. 11636–11648.

A. V. Yukhnevich, Ph. D., Leading Researcher, yukhnevich@bsu.by, **I. A. Maier,** Research Engineer, imaier@mail.ru, **A. E. Usenko,** Ph. D., Associate Professor, alexandrausenka@mail.ru Research Institute for Physical and Chemical Problems of Belarus State University, Minsk, 220030 Belarus

Corresponding author:

Yukhnevich Anatoliy V., Ph. D., Leading Researcher, Research Institute for Physical and Chemical Problems of Belarus State University, Minsk, 220030, Belarus, e-mail: yukhnevich@bsu.by

Concerning NEMS Production Technology

Received on September 29, 2016 Accepted on October 21, 2016

The article is devoted to a possibility of reduction of the dimensions of MEMS, NEMS and other miniature devices in the technology of their production by the methods of masked crystal dissolution. This requires the use of special solvents, which ensure an ideal surface polishing. A way of development of such yet unknown solvent is proposed. It is based on a computer simulation of the dissolution process at the atomic level. An example of the solvent model, which allows us to obtain a perfect polishing of the surface (001) of the diamond-like crystals, is presented.

Keywords: miniaturization, NEMS technology, atomic accuracy, masked crystal dissolution, computer simulation

For citation:

Yukhnevich A. V., Maier I. A., Usenko A. E. Concerning NEMS Production Technology, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 158–164.

DOI: 10.17587/nmst.19.158-164

Miniaturization of devices is one of the important trends in development of the technology. This work is devoted to use of computer simulation for improvement of the masked crystal dissolution (MCD) — one of the efficient methods widely used in production of the miniature devices. Such products are manufactured by a group method in several stages by dissolution of a perfect crystal in the windows of the masks deposited on a surface. At each stage the necessary topology of the masks is formed by micro- and nano- lithography. The given technology can be used, for example, for manufacturing of complex 3D-designs of MEMS/NEMS devices like gyroscopes and accelerometers on the basis of the single-crystalline silicon. The limit technical parameters of such devices depend on the *precision of manufacturing* of the forms of the parts, and on the quality of their surfaces.

Improvement of the technologies on the way to a natural limit of miniaturization of the products — to the atomic dimensions of parts, requires the corresponding precision of manufacturing. This is possible, for example, due the approaches based on atom-by-atom assemblage of the designs by the probe methods [1, 2]. However, such technologies are complex and unproductive. MCD is characterized by the highest efficiency among the known technologies. *The atomic precision* in formation of the designs, using it, is also possible, but is difficult to achieve owing to an insufficient level of knowledge of the mechanism of occurrence and development of the surface defects on a crystal surface during dissolution in various environments. The widespread MCD technologies are based on

plasma and liquid dissolution. However, the surfaces of the microparts formed by the given methods, are not planar enough, they have a difficult to control relief with details of the size up to 10 nm and over. The size of the surface defects increases with an increase of the depth of etching of a crystal [3-8].

For the perspective micro- and nano-tehnologies, formation of the atomic-level smooth surfaces with a set crystallographic orientation would be preferable. One of the effective components of the studying and perfection of dissolution of a crystal is its simulation at the atomic level. In respect to the silicon crystals it was applied in [9-17]. The models are realized in the form of the computer programs based on presentation of dissolution as a sequence of the elementary actions - removal of one or several surface atoms selected in a random way. In such programs the atoms are classified depending on the specific features of the arrangement of the neighboring atoms at their tetrahedral coordination. In the computer experiments the following basic parameters are set: probabilities (speeds) of removal of the atoms of various types, crystallographic orientation and a microstructure of the initial surface, the form of the mask, and the depth of etching. The resulting micro- and nano-structures are visualized with the necessary accuracy, including the atomic resolution.

The basic difference of the models is in ways of division of the surface atoms to various types and in specific features of selection of the next atoms for the removal. For example, in the model presented in [15], 139 types of the surface atoms are considered, classified by the number of the first and second direct neighbors, and also by their belonging to the surface ones (the number of the first neighbors is less than four), or to the volume ones (the number of the first neighbors equals to four). During the work of the corresponding computer program, a set number of cycles — "removals" of the single atoms is carried out. Selection of a concrete atom for removal in a cycle is carried out by *the kinetic method of Monte-Carlo* with the use of the calculated number of the atoms of each type at a given stage of the experiment and knowledge of the <u>s</u>et of values of removal **p**robabilities of the atoms in the **m**odel (SPM).

The adequacy of a model to a real MCD is estimated by a comparison of the resulting forms of the micro- and nanoobjects, received in the computer and natural experiments undertaken in similar conditions. A degree of similarity testifies to the degree of adequacy of a considered model, including the atomic-molecular level of conformity of the real events on a crystal surface to their presentation in a model. The best presentation is contained in the SPM structure of the most adequate model, obtained during the comparative computer and natural experiments. The works on atomic simulation of dissolution of a silicon crystal determined the models, most adequate to the process of etching in the widely used anisotropic solvents, such as solutions of potassium hydroxide (KOH) and solutions of tetramethyl ammonium (TMAH). The degree of identity of the resulting micro- and nanoobjects, generated in the natural and computer experiments, in most works were determined by the external similarity of their forms without a detailed comparison of the atomic structure of the surfaces.

The aim of the work is to outline solutions to certain perspective technological tasks. Atomic simulation is expected to reveal the basic technological conditions, allowing us to realize *the ultimate possible (atomic) accuracy* of formation of parts of silicon micro- and nanoobjects during their manufacturing by MCD method. *At the present stage* a feasibility of formation of the atomic-level smooth surfaces with the technologically demanded orientation of type (001) is studied. A key condition for solving the problem is application of the special anisotropic solvents of a silicon crystal. A result of the work of such solvents on crystal surface with an orientation close to (001), containing various defects, should be formation of "the ideal" surfaces of Si(001). Compositions suitable for this (liquids, gas, plasma) are not known.

The work considers a possible initial stage of synthesis of such solvents. It is based on an atomic simulation *of the elementary processes* of dissolution and definition of those, which lead to an ideal smoothing of the originally disordered surface. During the tests the various versions of the *Diamond* models, intended for studying of dissolution of diamond-like crystals, were developed. In such models the processes of elimination of various defects on (001)-surface were determined. It was established that the models envisaging an ideal surface polishing should take into account the influence of the *secondary indirect* neighbors of atoms of the crystal on the speed of the elementary reactions with its participation. We should point out that the model considered in [15], in which these type of atoms are not considered, does not allow us to study formation of a perfect surface Si(001).

One of the suitable models *Diamond-4* is presented in the given work. It considers 129 types of the surface atoms differing by the number of their neighbors. Each type can be designated by three numbers (f, ds, ns), where f is the number of the first neighbors (atom connectivity); ds is the number of its direct second neighbors, ns is the number of the indirect second neighbors. For example, the atoms in the first layer of an

ideal surface (001) belong to type (262). The model includes 40 types of singly connected atoms (f=1), 49 two- connected atoms (f=2) and 40 types of three-connected atoms (f=3) without taking into account the orientation distinctions of the structural isomers. The operating circuit of corresponding computer program and its key parameters are presented in fig. 1: $[{}^{0}N_{1} - {}^{0}N_{129}] - a$ set of numbers of the atoms of all types on the initial surface (001) of the crystal (with mask, if necessary), characterizing its relief; $[P_{1} - P_{129}] - SPM$ of the solvent model; N – number of the cycles equal to the number of the atoms removed in the computer experiment; M – the cycle number, in which ${}^{M}n_{i}$ atom is deleted.

The computer experiment includes two initial stages: 1) setting of the size and the form of the initial sample of a perfect crystal with a lattice of a diamond type and surface (001); 2) disordering of this surface with formation of various defects. The aim of the research and of the series of experiments is a search for a model of an ideal polishing solvent, the work of which consists in removal of *any* surface defects (001) and it comes to the end with an automatic stop of the process at formation of an atomic-level smooth surface. Specific features of SPM in such a model will contain detailed information concerning the elementary acts, necessary for realization of the required atomic-molecular process. Knowledge of the features will ensure a proper orientation in determination of the composition of the real required polishing solvent and a way of its application.

Search for a model and the corresponding SPM is a challenge, especially in the case of big number of the surface atom types. Our research offers to approach the problem with the use of only two limiting values of 1 and 0 for the probabilities of removal of all the atoms. In this case there is an accessible possibility to discover a trial model of the required polishing solvent (the necessary types of the surface atoms) and the corresponding SPM (distribution of the probability values by all the types of the atoms). Series of the computer experiments are carried out for removal of the defects on the surface (001) in various trial models of polishing dissolution. The experiments begin with formation and removal of the elementary surface defects, such as a single vacancy in the top layer of the atoms. In the subsequent experiments the atomic structure of the defects becomes more complex, their number increases and the character of distribution by depth on the disordered (rough) surface changes. It is important to consider all kinds of defects, which can be formed during a real dissolution of a real crystal. Diamond-4 program makes it possible to form surface defects with an atomic structure of any complexity by manipulation of single atoms of a crystal (removal or inclusion of new one) on a detailed image of the near-surface area.

In the experiments it is rather simple to define the types of atoms, which in a model should have the greatest or the lowest probability of a removal, equal, accordingly, to 1 and 0. The found trial model includes information on the nature of those elementary stages of dissolution, realization of which *is essentially necessary* for obtaining of the expected result. Indeed, it is possible to consider SPM as a list of possible elementary stages (removals of atoms), with information on probability of realization and content (the local atomic structure before and after removal) of each of them. It is essential, that in SPM of the offered model the stages are divided into two kinds: the most probable and the least probable. This division *is strictly specific* for various models of dissolution. It opens a possibility of an aprioristic estimation of the quality of the required solvent at the subsequent stages of its development. At those stages theoretical estimations will be done of the suitability of the new solvents with a presumably suitable composition, on their ability to carry out an ideal polishing of the surface. Such estimations can be based on calculation of the energies of interactions of the crystal atoms with the molecules, ions, and electrons of the required solvent with account of the information concerning the local crystal structure before and after removal of each atom. A comparison of the removal probabilities, calculated in such a way, with the probabilities included in SPM of trial model, will allow us to single out the most suitable compositions from the tested ones. The candidates for the required solvents will be the compositions, for which the calculated probabilities of the removal of atoms of various types correspond in the greatest degree to the content of SPM of the singled out trial model.

During the tests of *Diamond-4* model the SPM was found, suitable for the estimation. The incoming values of the probability were determined in the following way: value 1 was given to the probabilities of removal of the singly connected atoms; the probabilities of the removal of the two-connected and three-connected atoms were determined during the computer experiences for removal of various surface defects (001), beginning from an elementary vacancy of a single or pair types. In each experiment on the image of the surface near a defect those atoms of the crystal lattice were selected, which had to be removed by all means during the dissolution in order to consider the defect "as etched". The probabilities of the removal of such atoms got value 1 in HBM of the trial model. This value for the given type of atoms was preserved in the subsequent experiments with the other defects. During the experiments the other types of the atoms were defined, to which the probabilities of the removal also got value 1, if their removal was necessary for "etching" of the new defects. As a result, the SPM structure, optimal for the required process of "an ideal" polishing of a surface was found. The optimal was considered the HBM, containing the minimal number of the two-connected and three-connected atoms of value 1.

As a result of the experiments with *Diamond-4* model it was discovered, that the optimal trial SPM for it was the one, in which *out of 49 types* of the two-connected atoms *only 8* had the probabilities of removal equal to 1. Those were types were (220), (230), (240), (241), (250), (251), (252) and (261). The other two-connected and three- connected types of the surface atoms were characterized by a zero probability of a removal. An example of the work of the trial model of a polishing solution is shown in fig. 2 (see the 3-rd side of cover).

The search for a composition of a real solution should take into account the found change of the local atomic structure of a crystal before and after removal of each atom. The character of the change contains in the SPM structure defined during the computer experiments, because a known structure of arrangement of the neighboring atoms corresponds to each type of the atoms. The assumption concerning preservation of the tetrahedral coordination of atoms before and after removal is an admissible assumption at the first stage of development of the required solvent. The approach to development of the polishing solvents for the crystals of a diamond type can be used for consideration of the crystals of the others crystal systems.

Conclusion

Obtaining of an atomic resolution was considered for manufacturing of extremely tiny devices by the method of the masked crystal dissolution. The development of the unknown solvents, allowing us to form parts of the devices with an atomic-level smooth surface, is proposed to begin with the dissolution simulation at the atomic level and determination of the elementary stages, the realization of which is necessary for formation of the set geometry. A possible way for obtaining of a perfect surface (001) of the crystals of the diamond type, for example, silicon monocrystals, was outlined.

References

1. Saw Wai Hla. Atom-by atom assembly, *Reports on Progress in Physics*, 2014, vol. 77, (056502), pp. 1–16. 2. Lee W. C. T., McKibbin S. R., Thompson D. L., Xue K.,

2. Lee W. C. T., McKibbin S. R., Thompson D. L., Xue K., Scappucci G., Bishop N., Celler G. K., Carroll M. S., Simmons M. Y. Lithography and doping in strained Si towards atomically precise device fabrication, *Nanotechnology*, 2014, vol. 25, (145302), pp. 1–8.

3. **Wu B., Kumar A., Pamarthy S.** High aspect ratio silicon etch: A review, *Journal of Applied Physics*, 2010, vol. 108, (051101), pp. 1–20.

4. Sokolov L. V., Zhukov A. A., Parfenov N. M., Anurov A. E. Analiz sovremennyh tehnologij ob#emnogo mikroprofilirovaniya kremniya dlya proizvodstva chuvstvitel'nyh elementov datchikov i MEMS, *Nano- i mikrosistemnaya tehnika*, 2014, no. 10, pp. 27–35 (in Russian).

5. Chutani R. K., Hasegawa M., Maurice V., Passilly N., Gorecki C. Single-step deep reactive ion etching of ultra-deep silicon cavities with smooth sidewalls, *Sensors and Actuators A: Physical*, 2014, vol. 208, pp. 66–72.

6. Lee C. G.N., Kanarik K. J., Gottscho R. A. The grand challenges of plasma etching: a manufacturing perspective, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2014, vol. 47, (273001), pp. 1–9.

7. **Parfenov N. M.** Analiticheskie issledovaniya sovremennyh sposobov mikroprofilirovaniya kremnievyh plastin s KNI-geterostrukturoj, *Nano- i mikrosistemnaya tehnika*, 2015, no. 1, pp. 8–14 (in Russian).

8. **Meng L., Yan J.** Effect of process parameters on sidewall damage in deep silicon etch, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2015, vol. 25, pp. 1–8.

9. Gosalvez M. A., Nieminen R. M., Kilpinen P., Haimi E., Lindroos V. Anisotropic wet chemical etching of crystalline silicon: atomistic Monte-Carlo simulations and experiments, *Applied Surface Science*, 2001, vol. 178, pp. 7–26.

10. **Gosalvez M. A., Foster A. S., Nieminen R. M.** Atomistic simulations of surface coverage effects in anisotropic wet chemical etching of crystalline silicon, *Applied Surface Science*, 2002, vol. 202, pp. 160–182.

11. Gosalvez M. A., Sato K., Foster A. S., Nieminen R. M., Tanaka H. An atomistic introduction to anisotropic etching, *Journal* of Micromechanics and Microengineering, 2007, vol. 17, pp. S1–S26.

12. Zhou Z. F., Huang Q. A., Li W. H., Deng W. A cellular automaton-based simulator for silicon anisotropic etching processes considering high index planes, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2007, vol. 17, pp. S38–S49.

13. Gosalvez M. A., Xing Y., Sato K., Nieminen R. M. Atomistic methods for the simulation of evolving surfaces, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, vol. 18, pp. 1–17.

14. Xing Y., Gosalvez M. A., Sato K., Tian M., Y. H. Evolutionary determination of kinetic Monte-Carlo rates for the simulation of evolving surfaces in anisotropic etching of silicon, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2012, vol. 22, pp. 1–12.

15. Yukhnevich A. V., Mayer I. A., Usenka A. E. K modelirovaniyu tehnologii izgotovleniya kremnievyh MEMS/NEMS priborov, *Teoreticheskaya i prikladnaya mehanika: mezhdunarodnyj nauchno-tehnicheskij sbornik*, Is. 28, Minsk, BNTU, 2013, pp. 123–126 (in Russian).

16. Montoliu C., Ferrando N., Gosalvez M. A., Cerda J., Colom R. J. Implementation and evaluation of the Level Set method: Towards efficient and accurate simulation of wet etching for microengineering applications, *Computer Physics Communications*, 2013, vol. 184, pp. 2299–2309.

17. Ferrando N., Gosalvez M. A., Ayuela A. Evolutionary Kinetic Monte Carlo: Atomistic Rates of Surface-Mediated Processes from Surface Morphologies, *The Journal of Physical Chemistry C*, 2014, vol. 118, pp. 11636–11648.

Моделирование и конструирование MHCT Modelling and designing of MNST

УДК 004.312.2

DOI: 10.17587/nmst.19.165-172

А. А. Старых, аспирант,

Южный федеральный университет (ЮФУ), Инженерно-технологическая академия, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения (ИНЭП), г. Таганрог, e-mail: anastasya.staryh@mail.ru, **А. В. Ковалев,** д-р техн. наук, руководитель Инжинирингового центра приборостроения, радио и микроэлектроники ЮФУ, г. Таганрог, e-mail: kovalev_andrey@yahoo.com

КОНВЕЙЕРНОЕ СУММИРОВАНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ САМОСИНХРОННЫХ СХЕМ

Поступила в редакцию 26.09.2016

В настоящей работе показана организация конвейерной самосинхронной схемы сумматора. Определены моменты окончания переходных процессов рабочей и спейсерной фаз. Индицирование длительности рабочего процесса и процесса обнуления позволяет непрерывно обрабатывать данные и, таким образом, организовывать конвейерное суммирование. Представлены результаты SPICE-моделирования конвейерного самосинхронного сумматора, проведен анализ производительности схемы.

Ключевые слова: самосинхронная схема, сумматор, спейсер, рабочая фаза, индикаторный сигнал, синтез схем, конвейерное суммирование, моделирование

Введение

Самосинхронные схемы (СС-схемы) не зависят от скорости и от задержек сигналов в схемах. К свойствам безошибочной работы, присущим СС-схемам, относят отказобезопасность, расширенный температурный диапазон эксплуатации, отсутствие ошибок, ранее называемых сбоями, отсутствие ошибок, ранее называемых сбоями, отсутствие "гонок сигналов" при любых конечных задержках элементов [1—3]. Отказобезопасность толкуется как остановка работы СС-схемы, вызванная константными неисправностями, благодаря чему СС-схемы используются в высоконадежных вычислительных комплексах [1, 4].

Для построения CC-схем требуется самосинхронизирующийся код, в качестве которого будем использовать парафазный код, и двухфазная организация протокола. В рабочей фазе протокола выполняются необходимые функциональные преобразования, в спейсерной фазе (подготовительной) происходит обнуление всех входных сигналов. Определение окончания переходных процессов и их длительности в каждой фазе является основной задачей при функционировании и синтезе конвейерных CC-схем.

В работе [2] предлагаются схемотехнические решения для индикации момента окончания рабочей фазы комбинационных схем. Однако в этой работе отсутствуют решения по определению окончания спейсерной фазы и организации конвейерного режима обработки сигналов. Ниже предлагается метод определения моментов окончания рабочей и спейсерной фаз по фактическому завершению переходных процессов и реализация на его основе конвейерной СС-схемы последовательного сумматора.

Построение конвейерной самосинхронной схемы сумматора

Предлагаемая в настоящей работе конвейерная CC-схема сумматора состоит из блоков, показанных на рис. 1.

"Запоминающий элемент" осуществляет хранение данных на время их обработки. "Блок обнуления" в спейсерной фазе обнуляет все входы сумматора, а в рабочей фазе передает на его входы данные. "Блок комбинационного сумматора" выполняет суммирование данных в схеме. "Формирователь индикаторного сигнала", обрабатывающий сигналы переноса сумматора, индицирует окончание переходных процессов в рабочей и спейсерной фазах в каждом разряде сумматора. "Запоминающий регистр суммы" позволяет считывать и сохранять вычисленные значения суммы. "Формирователь сигнала непрерывной обработки данных" оп-



Puc. 1. Структурная схема конвейерного CC-сумматора *Fig. 1. Structural circuit of the pipeline SS adder*

ределяет длительность рабочей фазы и длительность спейсерной фазы сумматора и формирует сигнал "Старт", обеспечивающий последовательное считывание данных и их непрерывную обработку.

Управление процессом непрерывного суммирования происходит следующим образом. В спейсерной фазе сигнала "Старт", равного логическому "0", записываются данные в "Запоминающий элемент", а "Блок обнуления" устанавливает логический "0" на всех входах сумматора. После окончания спейсерной фазы (окончание процесса обнуления выходов сумматора) сигнал "Старт" устанавливается "Формирователем сигнала непрерывной обработки данных" в состояние логической "1", запрещает запись информации в "Запоминающий элемент" и инициирует процесс вычисления суммы (рабочая фаза). На выходе сумматора по завершению процесса суммирования устанавливается значение суммы, которое и записывается в "Запоминающий регистр суммы". Наступает следующая спейсерная фаза и процесс повторяется.

Таким образом, предложенная схема является самосинхронизируемой и самотактируемой, реализующей процесс непрерывной подачи входных данных в схему по мере окончания процедуры предыдущих вычислений.





Рассмотрим построение и функционирование блоков конвейерного сумматора.

Запоминающий элемент

В качестве запоминающего элемента может быть использована схема для запоминания одиночных сигналов, приведенная в работе [5]. Модифицированный запоминающий элемент с управляющим сигналом "Старт" показан на рис. 2.

В спейсерной фазе транзисторы VT1, VT4 открываются и происходит запись входного сигнала A_i в "защелку", выполненную на инверторах DD1, DD2. В рабочей фазе транзисторы VT1, VT4 закрыва-

ются, и "защелка" запоминает сигнал A_i в прямой и инверсной формах, реализуя парафазный код.

Для обеспечения работоспособности запоминающего элемента необходимо, чтобы токи насыщения МОП-транзисторов VT1-VT4 и транзисторов инвертора DD1 были в 3—4 раза больше токов транзисторов инвертора DD2. Такое соотношение токов обеспечивается выбором топологических размеров транзисторов. Для транзисторов VT1-VT4 и инвертора DD1 ширина затвора может быть выбрана равной 2,0 и 1,2 мкм (для *p*- и *n*-канальных транзисторов соответственно). Тогда МОП-транзисторы инвертора DD2 могут иметь ширину затвора 0,8 мкм (р-канальный транзистор) и 0,45 мкм (п-канальный транзистор). При этом длина канала всех транзисторов выбирается равной 0,18 мкм. Токи таких МОП-транзисторов равны 0,8 мА и 0,25 мА соответственно. Значения токов получены в программе OrCAD 16.6 при использовании модели МОП-транзисторов BSIM3. Периметр и площадь областей стока и истока рассчитаны по методике, предложенной в [6].

Блок обнуления

На рис. 3 показана схема "Блока обнуления", выполненная на логических элементах "2И".



Рис. 3. Блок обнуления *Fig. 3. Zeroing unit*



Рис. 4. Полный одноразрядный сумматор, работающий в ПФС-коде

Fig. 4. Entire single-digit adder working in PPC code

В рабочей фазе сигнал "Старт" равен логической "1" и "Блок обнуления" передает входные данные $(A_i, \overline{A_i}, B_i \, \text{и} \, \overline{B_i})$ на выходы блока. В спейсерной фазе (когда сигнал "Старт" равен логическому "0") происходит обнуление всех сигналов, поступающих на вход сумматора.

Блок комбинационного сумматора

Все одноразрядные сумматоры работают в парафазном коде со спейсером (ПФС-коде) и соединены последовательно. Использование ПФС-кода означает, что при обнулении всех входных сигналов (спейсерная фаза) обнуляются и все выходные (прямые и инверсные) сигналы.

Полный одноразрядный сумматор построен по структурной схеме, показанной на рис. 4.

В схеме, приведенной на рис. 4, *A* и *B* — складываемые сигналы. Сигналы суммы *S* и *S*_{out} равны:

$$S = A \oplus B = \overline{A} \cdot B + A \cdot \overline{B}, \quad (1)$$

$$S_{out} = S \oplus C_{in} = S \cdot \overline{C_{in}} + \overline{S} \cdot C_{in} \cdot (2)$$

Инверсный сигнал \bar{S} для $\Pi \Phi C$ -кода определяется соотношением

$$\overline{S} = A \cdot B + \overline{A} \cdot \overline{B} \,. \tag{3}$$

Прямой сигнал переноса *C_{out}* рассчитывается по формуле

$$C_{out} = A \cdot B + C_{in} \cdot S. \tag{4}$$

Инверсный сигнал переноса для ПФС-кода равен

$$\overline{C_{out}} = (\overline{A} + \overline{B}) \cdot (\overline{C_{in}} + \overline{S}).$$
(5)

Для полусумматора:

$$S_{out} = A \oplus B; \tag{6}$$

$$C_{out} = A \cdot B; \tag{7}$$

$$\overline{C_{out}} = \overline{A} + \overline{B} \,. \tag{8}$$

На основе выражений (1)—(8) функциональные блоки сумматора могут быть реализованы либо на схемах, состоящих из формирователей нулей на *p*-МОП-транзисторах и формирователей единиц на *n*-МОП-транзисторах [7], либо на стандартных логических элементах.

Формирователь индикаторного сигнала

Индикаторные сигналы содержат информацию об окончании переходных процессов в комбинационном устройстве [1]. При этом сигналы, из которых формируется индикаторный сигнал, должны изменяться в каждой фазе только один раз. В СС-схеме сумматора таким сигналом является выход переноса каждого разряда сумматора.

Проведя логическое сложение прямого выходного переноса $C_{out \ i}$ и его инверсного значения в ПФС-коде $\overline{C}_{out \ i}$, получаем индикаторный сигнал в *i*-м разряде сумматора I_i :

$$I_i = C_{out \ i} \vee \overline{C}_{out \ i} .$$

Формирование индикаторного сигнала при внешней организации рабочей и спейсерной фаз приведено на рис. 5.

После окончания спейсерной фазы прямые и инверсные значения выходного переноса равны логическому "0". В рабочей фазе один из парафазных сигналов переноса по окончании переходного процесса в момент времени t_1 устанавливается в логическую "1", поэтому индикаторный сигнал становится равным логической "1". В спейсерной фазе в момент обнуления (t_2) прямого и инверсного сигналов индикаторный сигнал становится равным логическому "0".



Рис. 5. График формирования индикаторного сигнала при использовании $\Pi \Phi C$ -кода Fig. 5. Diagram of generation of the indication signal with the use of PPC code

НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 3, 2017 -



Рис. 6. Схема формирователя сигнала непрерывной обработки данных Fig. 6. Diagram of the generator of the signal of continuous data processing

Формирователь сигнала непрерывной обработки данных

Схема формирователя приведена на рис. 6.

Он состоит из формирователя окончания рабочей фазы, формирователя окончания спейсерной фазы, двух JK-триггеров со счетным входом и элемента "Исключающее ИЛИ—НЕ".

Входными сигналами формирователей являются индикаторные сигналы $I_0, I_1, ..., I_n$. Логическое перемножение всех индикаторных сигналов с инвертированием результата образует сигнал *OP*, отрицательный фронт которого соответствует окончанию рабочей фазы сумматора:

$$OP = \overline{I_0 \cdot I_1 \cdot \ldots \cdot I_n},$$

где *n* — число разрядов сумматора.

Если применить ко всем индикаторным сигналам операцию логического сложения, то получим сигнал *OC*, отрицательный фронт которого соответствует окончанию спейсерной фазы сумматора:

$$OC = I_0 \lor I_1 \lor \ldots \lor I_n.$$



Рис. 7. Формирование сигналов окончания рабочей и спейсерной фаз сумматора

Fig. 7. Generation of the signals of termination of the working and the spacer phases of the adder

При этом полученный сигнал *OC* гарантирует, что все разряды сумматора будут обнулены.

Графики рассмотренных сигналов приведены на рис. 7.

Как видно из рис. 7, после окончания рабочей и спейсерной фаз в сигналах OP и OC фрмируется отрицательный фронт, который переключает ЈК-триггеры. Выходные сигналы этих триггеров (T_{OP} и T_{OC}) с помощью схемы "Исключающее ИЛИ—НЕ" преобразуются в управляющий сигнал "Старт", состояние логического "0" которого соответствует длительности спейсерной фа-

зы, а состояние логической "1" — длительности рабочей фазы (рис. 8).

Из графиков следует, что ввиду запаздывания сигнала окончания спейсерной фазы относительно сигнала окончания рабочей фазы на время, равное времени процесса обнуления, сформированный сигнал "Старт" может управлять конвейерным суммированием.

Запоминающий регистр суммы

Поскольку после окончания процесса вычислений начинается спейсерная фаза, обнуляющая все выходы сумматора, необходим некоторый буфер, служащий временным хранилищем для вычисленных значений суммы. Он запоминает сумму по отрицательному фронту сигнала "Старт" (после окончания рабочей фазы) и может быть выполнен на D-триггерах с динамическим управлением. Такой запоминающий регистр позволяет хранить и считывать значения суммы с момента их установления на выходах сумматора, во время спейсерной фазы и вплоть до установления новых выходных значений.



Fuc. 8. Формирование сигнала "Ста] *Fig. 8. Generation of the Start signal*



Рис. 9. Результат моделирования конвейерного шестнадцатиразрядного CC-сумматора Fig. 9. Results of modeling of the pipeline 16-digit SS adder



Рис. 10. Увеличенный масштаб при моделировании шестнадцатиразрядного СС-сумматора *Fig. 10. Enlarged scale during modeling of the pipeline 16-digit SS adder*

Моделирование конвейерной СС-схемы сумматора

Для исследования шестнадцатиразрядной конвейерной схемы суммирования была использована САПР OrCad 16.6. Блоки схемы сумматора (для младшего разряда используется полусумматор) выполнены на безынерционных логических элементах, взятых из библиотеки DIG ABM. В блоки введены задержки, соответствующие схемам, выполненным на КМОП-транзисторах с топологическими размерами, приведенными в запоминающем элементе для входных транзисторов. В качестве входных данных использовано 16 случайных слагаемых (далее приводятся в шестнадцатеричном коде). Среди приведенных слагаемых выбран наихудший случай с максимальным временем задержки между выходным переносом и сигналом в младшем разряде — FFFF + 1 = 10 000. При сложении таких чисел время распространения сигнала максимально из-за того, что перенос формируется последовательно в каждом полном сумматоре. Результаты моделирования приведены на рис. 9.

На рис. 9 A и B — сигналы на входах сумматора; S_{out} — выходной сигнал суммы; OP и OC — выходные сигналы формирователей окончания рабочей и спейсерной фаз соответственно; T_{OP} и T_{OC} выходные сигналы JK-триггеров со счетным входом, переключающихся по отрицательному фронту сигналов OP и OC соответственно; *Start* — сигнал, управляющий конвейерным суммированием. На рис. 9 не все суммы и слагаемые видны ввиду короткого рабочего цикла. Символами (*) обозначены операции суммирования, которые при увеличении можно рассмотреть на рис. 10.

Как видно из графиков, время суммирования 16 случайных чисел в конвейерной СС-схеме составило 28 нс. Длительность спейсерной фазы составляет (0,2...0,6) нс, а длительность рабочей фазы — (0,5...3,6) нс. При реализации рассмотренного сумматора в виде синхронной схемы время такта необходимо брать несколько большим максимального значения длительности рабочей фазы. Поэтому увеличим время такта с 3,6 нс (максимальная длительность рабочей фазы для промоделированной схемы) до 4 нс. Тогда длительность 16 тактов составит 64 нс. Таким образом, производительность СС-схемы увеличивается в 2,3 раза при прочих ее преимуществах.

Заключение

В работе предложены методы определения окончания процессов суммирования и обнуления сумматора по фактическому завершению переходных процессов. Рассмотрен метод формирования сигнала непрерывной обработки данных. Результаты моделирования подтверждают правильность выбранных решений. "Уплотнение" вычислений за счет короткой операции обнуления повышает производительность сумматора.

Результаты исследования получены с использованием оборудования Центра коллективного пользования и Научно-образовательного центра "Нанотехнологии", оборудования студенческого конструкторского бюро "Элементы и приборы инерциальных навигационных систем и робототехники" Института нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета (г. Таганрог).

Статья написана в рамках выполнения проекта ФЦП Россия № 14.587.21.0025. Уникальный идентификатор проекта RFMEFI58716X0025.

Список литературы

1. Плеханов Л. П. Основы самосинхронных электронных схем. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. 208 с.

2. Fant K. M. and Brandt S. A. NULL Convention Logic // Theseus Logic Inc, USA, 1997. 35 p.

3. Taubin A., Cortadella J., Lavagno L., Kondratyev A., Peeters A. Design Automation of Real—Life Asynchronous Devices and Systems // Foundation and Trends in Electronic Design Automation. 2007. Vol. 2, N. 1, September. P. 1–133.

4. **Мараховский В. Б., Мелехин В. Ф.** Проектирование средств синхронизации блоков глобально асинхронных систем с произвольной локальной синхронизацией // Ин-формационно-управляющие системы. 2010. № 1. С. 29—38.

5. Старых А. А. Метод синтеза запоминающих элементов самосинхронных схем // Нано- и микросистемная техника. 2016. Т. 18, № 3. С. 166—172.

6. **Ракитин В. В.** Интегральные схемы на КМОП-транзисторах. М.: Изд. МФТИ, 2007. 307 с.

7. Старых А. А. Метод синтеза функциональных блоков комбинационных схем с использованием минтермов и макстермов // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы. 2015. № 1. С. 63–69.

A. A. Starykh, Graduate Student, anastasya.staryh@mail.ru,

Southern Federal University (SFU), Engineering-Technological Academy, Institute of Nanotechnology,

Electronics and Instrument Making, Taganrog, 347922, Russian Federation,

A. V. Kovalev, Dr. Sc. (Tech.), Professor, kovalev_andrey@yahoo.com

Director of the Engineering Center of Instrument Making, Radio and Microelectronics of SFU, Taganrog, 347922, Russian Federation,

Corresponding author:

Starykh Anastasiya A., Graduate Student, Institute of Nanotechnology, Electronics and Instrument Making, Taganrog, 347922, Russian Federation, e-mail: anastasya.staryh@mail.ru

Pipeline Addition Based on the Self-Synchronizing Circuits

Received on September 26, 2016 Accepted on October 24, 2016

The article presents organization of a pipeline circuit for a self-synchronizing adder. The end moments of the transition processes of the working phase and of the spacer phase are identified. Indication of the duration of the working process and of the nulling process makes it possible to handle data continuously and thus organize a pipeline addition. The results of the SPICE—simulation of the pipeline self-synchronizing adder and of the circuit performance are analysed.

Keywords: self-synchronizing circuit, adder, spacer, working phase, control signal, circuit synthesis, pipeline addition, simulation

For citation:

Starykh A. A., Kovalev A. V. The Pipeline Addition Based on the Self-Synchronizing Circuits, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 165–172.

DOI: 10.17587/nmst.19.165-172

Introduction

The self-synchronizing circuits (SS circuits) do not depend on the speed and delays of signals in the circuits. Among the advantages of the faultless operation of SS circuits are failure-resistance, extended temperature range of operation, absence of failures and signal races at any end delays of the elements [1-3]. Failure-resistance is interpreted as an interruption of work of the SS circuits, caused by constant malfunctions, due to which SS circuits are used in highly reliable computer complexes [1, 4].

Construction of SS circuits requires a self-synchronized code, and as such we will use a paraphase code, and the diphasic organization of the protocol. In the working phase of the protocol the necessary functional transformations are carried out, and in the spacer phase (preparatory) a zeroing of all the input signals takes place. Definition of termination of the transient processes and their duration in each phase is the primary aim for functioning and synthesis of the pipeline SS circuits.

In [2] the circuit solutions are offered for indication of the moment of termination of the working phase of the combinational circuits. However, it does not contain any solutions concerning definition of termination of the spacer phase and organization of a pipeline mode of the signal processing. A method is offered for definition of the moments of termination of the working and the spacer phases by the actual ending of the transient processes and realization on its basis of the pipeline SS circuit of a consecutive adder.

Construction of a pipeline self-synchronous circuit of the adder

The offered pipeline SS circuit of the adder consists of the units shown in fig. 1.

"The storage element" stores the data for the period of their processing. "The zeroing unit" in the spacer phase nulls all the inputs to the adder, and in the working phase transfers the input data to it. "The unit of the combinational adder" carries out summation of the data in the circuit. "The generator of the indication signal", processing signals of the adder transfer, indicates termination of the transient processes in the working and the spacer phases in each category of the adder. "The storage register of the sum" allows to read and keep the calculated values of the sum. "The generator of the signal of the continuous data processing" defines duration of the working phase and duration of the spacer phase of the adder, and forms the "Start" signal ensuring a consecutive data reading and their continuous processing.

Control of the process of the continuous summation proceeds in the following way. In the spacer phase of the "Start" signal, equal to logical "0", the data are recorded into the storage element, while "the zeroing unit" establishes the logical "0" at all the inputs to the adder. After termination of the spacer phase (termination of zeroing of the outputs of the adder) the Start signal is established by the generator of the signal of the continuous data processing in the state of logical "1", and it forbids data recording in the storage element and initiates sum calculation (the working phase). At the adder output after termination of the summation a sum is established, which is recorded in the storage register of the sum. The next spacer phase comes and the process is repeated.

Thus, the proposed circuit is self-synchronized and selfactuated, realizing the process of a continuous supply of the input data to the circuit alongside the termination of the procedure of the previous calculations.

Let us consider construction and functioning of the units of the pipeline adder.

Storage element

As a storage element the circuit for storing of the single signals, presented in the work [5], can be used. A modified storage element with Start control signal is shown in fig. 2.

In the spacer phase transistors VT1, VT4 open and the input signal A_i is recorded in "the latch" made in inverters DD1, DD2. In the working phase transistors VT1, VT4 are closed, and "the latch" remembers A_i signal in the direct and inverse forms, realizing a paraphase code.

In order to ensure operability of the storage element it is necessary, that the saturation currents of MOS transistors VT1-VT4 and the inverter DD1 transistors should be 3-4 times bigger than the currents of the transistors of inverter DD2. Such correlation of currents is ensured by selection of the topological sizes of the transistors. For transistors VT1-VT4 and inverter DD1 the width of a gate can be chosen equal to 2.0 µm and 1.2 µm (for p- and n-channel transistors, accordingly). Then the MOS transistors of inverter DD2 can have the width of the gate of 0.8 μ m (*p*-channel transistor) and 0.45 µm (n-channel transistor). At that, the length of the channel of all the transistors is selected as equal to 0.18 µm. The currents of such MOS transistors are equal to 0.8 mA and 0.25 mA, accordingly. The currents' values are received in OrCAD 16.6 program with the use of BSIM3 model of MOS transistors. The perimeter and the areas of the drain and the source are calculated by the technique offered in [6].

The zeroing unit

Fig. 3 presents the circuit of the zeroing unit, made on 2I logic elements.

In the working phase the Start signal is equal to logical "1" and the zeroing unit transfers the input data $(A_i, \overline{A_i}, B_i, \overline{B_i})$ to the unit outputs. In the spacer phase (when the Start signal is equal to logical "0") a zeroing of all the signals coming to the adder's input takes place.

The unit of the combinational adder

All the single-digit adders work in a paraphase code with a spacer (PPC code) and are connected in series. The use of PPC code means, that during zeroing of the input signals (the spacer phase) all the output (direct and inverse) signals are also nulled.

The entire single-digit adder is constructed in accordance with the circuit presented in fig. 4.

In the circuit presented in fig. 4, A and B are the summed up signals. Signals of the sum of S and S_{out} are equal to:

$$S = A \oplus B = \overline{A} \cdot B + A \cdot \overline{B}, \tag{1}$$

$$S_{out} = S \oplus C_{in} = S \cdot \overline{C_{in}} + \overline{S} \cdot C_{in}.$$
(2)

The inverse signal \overline{S} for PPC code is determined by the following correlation:

$$\overline{S} = A \cdot B + \overline{A} \cdot \overline{B}. \tag{3}$$

The direct transfer signal of C_{out} is calculated by the formula

$$C_{out} = A \cdot B + C_{in} \cdot S. \tag{4}$$

The inverse transfer signal for POC code is equal to

$$C_{out} = (A + B) \cdot (C_{in} + S).$$
(5)

For a half-adder:

$$S_{out} - A \oplus B, \tag{0}$$

(6)

$$C_{out} = A \cdot B, \tag{7}$$

$$C_{out} = A + B. \tag{8}$$

On the basis of expressions (1)-(8) the functional units of the adder can be realized either on the circuits consisting of the generators of zeros on *p*-MOS transistors and generators of units on *n*-MOS transistors [7], or on the standard logical elements.

Generator of the indication signal

Indication signals contain information concerning termination of the transient processes in the combinational device [1]. At that, the signals, from which the indication signal is generated, should change in each phase only once. In the adder's SS circuit such a signal is the output of transfer of each digit of the adder.

By summing up logically the direct output transfer of $C_{out i}$ and its inverse value in PPC code $\overline{C}_{out i}$, we get the indication signal in *i*-digit of adder I_i :

$$I_i = C_{out \ i} \vee \overline{C}_{out \ i}.$$

Generation of the indication signal at the external organization of the working and spacer phases is presented in fig. 5.

After termination of the spacer phase the direct and inverse values of the output transfer are equal to logical "0". In the working phase one of the paraphase transfer signals after termination of the transient process at the moment of t_1 is set into logical "1", therefore the indication signal becomes equal to logical "1". In the spacer phase at the moment of zeroing (t_2) of the direct and the inverse signals the indication signal becomes equal to logical "0".

Generator of the signal of continuous data processing

The generator circuit is presented in fig. 6. It consists of the generator of the termination of the working phase, the generator of termination of the spacer phase, two *JK*-triggers with a count input and an "OR-NOT Excluding" element.

The input signals of the generators are indication signals I_0 , I_1 , ..., I_n . A logical multiplication of the indication signals with inversion of the result forms *OP* signal, the negative front of which corresponds to the termination of the working phase of the adder:

$$OP = \overline{I_0 \cdot I_1 \cdot \ldots \cdot I_n},$$

where n – number of digits of the adder.

If we apply an operation of a logical addition to all the indication signals, we will receive *OC* signal, the negative front of which corresponds to the termination of the spacer phase of the adder:

$$OC = I_0 \lor I_1 \lor \ldots \lor I_n.$$

At that, the received *OS* signal guarantees, that all the digitss of the adder will be nulled.

The diagrams of the considered signals are presented in fig. 7. After termination of the working and the spacer phases in *OP* and *OS* signals a negative front is formed, which switches the *JK* triggers. By means of the Excluding OR-NOT circuit the output signals of these triggers (T_{OP} and T_{OC}) are transformed into the Start control signal, the logical "0" state of which corresponds to duration of the spacer phase, and the state of logical "1" — to duration of the working phase (fig. 8).

From the diagrams it follows, that in view of a delay of the termination signal of the spacer phase in relation to the signal of termination of the working phase for the time, equal to the time of the process of zeroing, the generated Start signal can control the pipeline summation.

The storage register of the sum

Since after termination of the calculation process the spacer phase, nulling all the outputs of the adder, begins, a certain buffer is necessary, serving as a temporary storage for the calculated values of the sum. It remembers the sum on the negative front of the Start signal (after termination of the working phase) and can be implemented on D-triggers with a dynamic control. Such a storage register allows us to store and read the values of the sum from the moment of their appearance on the adder outputs, during the spacer phase and up to appearance of new output values.

Modeling of the pipeline SS circuit of the adder

For research of the 16-digit pipeline circuit of summation the OrCad 16.6 CAD is used. The units of the circuit of the adder (for the low-order digit a half-adder is used) are made on the inertialess logical elements from DIG_ABM library. The delays are introduced into the units, corresponding to the circuits, based on KMOS transistors with the topological sizes presented in the storage element for the input transistors. As the input data the sixteen random composed data (presented below in a sexadecimal code) are used. From among the presented summands the worst case is chosen with the maximal time of delay between the output transfer and the signal in the low-order digit of - FFFF + 1 = 10 000. During addition of such numbers the time of propagation of the signal is maximal, because the transfer is formed consistently in each full adder. The results of the modeling are presented in fig. 9. In fig. 9 *A* and *B* – signals at the inputs of the adder; S_{out} – output signal of the sum; *OP* and *OC* – the output signals of the generators of termination of the working and the spacer phases, accordingly; T_{OP} and T_{OC} – the output signals of JK triggers with a count input switching by the negative front of *OP* and *OC* signals, accordingly; *Start* – the signal, which controls the pipeline summation. Fig. 9 presents not all the sums and summands because of a short working cycle. Symbols (*) designate operations of summation, which, increased, can be viewed in fig.10.

As it is apparent from the diagrams, the time of summation of 16 random numbers in the pipeline SS circuit is 28 nS. Duration of the spacer phase is (0.2...0.6) nS, and duration of the working phase — (0.5...3.6) nS. During realization of the considered adder in the form of a synchronous circuit it is necessary to assume that a step time is somewhat bigger than the maximal value of duration of the working phase. Therefore we will increase the time of a step from 3.6 nS (the maximal duration of the working phase for the modeled circuit) up to 4 nS. Then, duration of 16 steps will be 64 nS. Thus, the productivity of the SS circuit increases 2.3 times with preservation of all its other advantages.

Conclusion

This work presents methods for definition of termination of the processes of summation and zeroing of the adder by the actual ending of the transient processes. The method for generation of a signal of continuous data processing is considered. The results of modeling prove the correctness of the selected solutions. "Consolidation" of the calculations due to a shorter operation of zeroing raises the productivity of the adder.

The results were received with the use of equipment of the Center of Collective Use and Nanotechnologies Scientificeducational Centre, equipment of the students' design office Elements and Devices of the Inertial Navigating Systems and Robotics of the Institute of Nanotechnologies, Electronics and Instrument Making of the Southern Federal University (Taganrog).

The article was written within the framework of project FTsP Russia N_{0} 14.587.21.0025. The unique identifier of the project is RFMEFI58716X0025.

References

1. **Plehanov L. P.** Osnovy samosinhronnyh jelektronnyh shem. Moscow, BINOM. Laboratorija znanij, 2013. 208 p. (in Russian).

2. Fant K. M. and Brandt S. A. NULL Convention Logic, *Theseus Logic Inc.*, USA, 1997, 35 p.

3. Taubin A., Cortadella J., Lavagno L., Kondratyev A., Peeters A. Design Automation of Real—Life Asynchronous Devices and Systems, *Foundation and Trends in Electronic Design Automation*, 2007, vol. 2, no. 1, pp. 1–133.

4. **Marahovskij V. B., Melehin V. F.** Proektirovanie sredstv sinhronizacii blokov global'no asinhronnyh sistem s proizvol'noj lokal'noj sinhronizaciej, *Informacionno-upravljajushhie sistemy*, 2010, no. 1, pp. 29–38 (in Russian).

5. **Staryh A. A.** Metod sinteza zapominajushhih jelementov samosinhronnyh shem, *Nano- i mikrosistemnaja tehnika*, 2016, vol. 18, no. 3, pp. 166–172 (in Russian).

6. **Rakitin V. V.** *Integral'nye shemy na KMOP-tranzistorah.* Moscow, Izd. MFTI, 2007. 307 p. (in Russian).

7. **Staryh A. A.** Metod sinteza funkcional'nyh blokov kombinacionnyh shem s ispol'zovaniem mintermov i makstermov, *Jelektronnaja tehnika*. Serija 2. Poluprovodnikovye pribory. 2015, no. 1, pp. 63–69 (in Russian).

Элементы MHCT *M*icro-AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

УДК 62-231.1

DOI: 10.17587/nmst.19.173-180

Д. В. Козлов, канд. техн. наук, вед. науч. сотр., risc3@mail.ru,

И. П. Смирнов, нач. сектора, mf77-1@yandex.ru,

А. А. Жуков, д-р техн. наук, гл. науч. сотр. lidro@yandex.ru,

АО "Российская корпорация ракетно-космического приборостроения и информационных систем", г. Москва,

Н. Н. Болотник, чл.-корр. РАН, д-р физ.-мат. наук, гл. науч.сотр., bolotnik2004@mail.ru Институт проблем механики им. А. Ю. Ишлинского Российской академии наук, г. Москва

МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ КОМПОНЕНТЫ МИКРОРОБОТОТЕХНИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ КОСМИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Поступила в редакцию 06.11.2016

Рассмотрены разработанные конструктивно-технологические решения микромеханических элементов для микроробототехнических устройств космического назначения, а также технологические возможности их изготовления. Отличительной особенностью разработок является миниатюризация и применение высокотехнологичных процессов микроэлектронного производства. Подобные устройства отличаются высокой стойкостью к жестким условиям эксплуатации, возможностью группового изготовления и могут быть применены как внутри, так и вне космических аппаратов.

Ключевые слова: микромеханика, актюатор, микроробот, автоматизация, инспектирование, микроэлектромеханическая система, кинематика, сочленение, торсион, шарнир

В космической технике сегодня проявляется большой интерес к устройствам микроробототехники, открываются новые направления научных исследований в данной области. Подобные устройства можно применить в самых различных сферах: управление несущими поверхностями, инспектирование труднодоступных мест космических аппаратов, выполнение задач напланетных миссий и др. В настоящее время при разработке подобных систем используют макроэлементы и стандартные кинематические схемы, однако при стремлении к миниатюризации космических аппаратов и автоматизации процессов управления, требуется разработка аналогичных или более функциональных устройств много меньшего размера. При этом возникает множество вопросов в части разработки и отработки технологических процессов изготовления, так как при переходе к малым размерам именно технология становится основной проблемой разработчика. При разработке микромеханических изделий в настоящее время все чаще применяют стандартные и модифицированные процессы мик-

роэлектронного производства интегральных микросхем. Особое внимание в настоящее время уделяется разработке микроэлектромеханических систем (МЭМС) как изделий, совмещающих в миниатюрном формате функциональные возможности различной физической природы. К подобным изделиям относят и элементы микромеханики: либо как законченные МЭМС, либо как их составные части.

В работе приведены данные по разработкам элементов, проведенным в рамках работ последних лет по созданию исполнительных компонентов микроробототехнических систем космического назначения. Микромеханические элементы подразделяют на активные и пассивные. К активным можно отнести актюаторные элементы (движители), к пассивным — различные соединители (торсионы, сочленения, шарниры и др.). В свою очередь, актюаторы делят по физической природе принципа функционирования: на термомеханические, электростатические, магнитные, пьезоэлектрические, гидравлические и др. Также актюаторные элементы отличают по типу перемещения: поступатель-



Рис. 2. Конструкция кремниевого сочленения одноосной конструкции *Fig. 2. Design of a silicon monoaxial joint*

ное, вращательное и сложное комбинированное (движение мембраны и пр.). Сочленения делят по числу степеней свободы, а также по типу степени свободы (перемещение или вращение).

Рассматривая применение исполнительных компонентов микроробототехнических систем в космосе, выделяют несколько основных направлений: 1) терморегуляция поверхности космического аппарата; 2) управление несущими поверхностями; 3) микроробототехника прямого назначения (манипуляторы, "ноги" шагающих систем и пр.); 4) элементы датчиков (термореле, чувствительные элементы).

Системы терморегуляции, основанные на исполнительных компонентах микроробототехники, представляют собой устройства, принцип действия которых основан на регулировании площади отражающей/поглощающей поверхности или значения зазора между слоями используемого материала. Функция перемещения реализуется либо созданием конвейерной линии, перемещающей экран в плоскости, либо созданием кинематической системы, позволяющей вращать экран [1, 2]. При полном закрытии поверхности изолирующим экраном объект частично защищен от внешнего излучения и от потери внутренней теплоты, а при смещении экрана поверхность открывается и теплоизоляционные характеристики меняются. Такие покрытия рационально изготовлять в виде отдельных ячеек, в этом случае возможно локальное регулирование температуры. Результаты моделирования и экспериментов показывают, что удается достичь снижения температуры перегрева защищаемой поверхности на 52-63 % [3].

Применение исполнительных микроробототехнических компонентов можно найти в системах позиционирования антенных модулей. С помощью исполнительных компонентов в виде подвижных актюаторов, элементов, "подвешенных" на опорах (например, кремниевых "зеркал") и различных сочленений обеспечивается управляемое угловое перемещение поглощающей или отражающей поверхности, что позволяет изменять характеристики антенного модуля. Для больших площадей вместо одного отражающего/поглощающего элемента в конструкции предусмотрена матрица подобных элементов.

При использовании исполнительных компонентов в устройствах микроробототехники по прямому назначению (подвижные роботы и манипуляторы) требуется учитывать факторы открытого космического пространства (постоянно меняющаяся в широком

диапазоне температура в зависимости от эксплуатируемой орбиты и состояние невесомости) и функциональные возможности конкретных актюаторных механизмов. Так, термомеханические актюаторы (рис. 1, см. третью сторону обложки) с V-образными канавками характеризуются угловым перемещением балки [4], таким образом, для применения их в качестве активных исполнительных компонентов шагающих роботов необходимо конструктивно обеспечить преобразование вращательного движения в поступательное. Это достигается с помощью различных сочленений, либо применением разнонаправленных актюаторов (с несколькими зонами деформации) в одном исполнительном элементе. Также термомеханические актюаторы могут быть использованы в качестве манипуляторов, зажимов, пинцетов и пр.

Связи между отдельными элементами конструкции микромеханических систем обеспечивают прочность конструкции, подвижность ее как минимум в одном направлении, а также возможность максимально отказаться от сборочных операций в пользу изготовления всех элементов вместе с соединениями в одном технологическом цикле методами объемной и поверхностной микрообработки.

В качестве жестких сочленений предложены элементы, выполненные из кремния, и представляющие собой крестообразный крутильный торсион (рис. 2). В конструкции используется монокристаллический кремний КДБ с ориентацией 100 (двусторонней полировки), его модуль Юнга равен 130,2 ГПа [5]. Торсионы используют парами и располагают соосно в плоскости "подвешенных" элементов (например, подвижного кремниевого зеркала), что обеспечивает угловое отклонение элементов вдоль оси торсиона. Для увеличения числа степеней свободы используют несколько пар торсионов (рис. 3), расположенных под углом друг к другу и разделенных жестким кремниевым кольцом. В такой конструкции торсион в сечении имеет "крест" и выполнен в одном объеме материала с



Рис. 3. Экспериментальные образцы кремниевого сочленения многоосной конструкции Fig. 3. Experimental samples of a multiaxial silicon joint

соседними элементами системы, отсутствуют какие-либо соединения, что положительно сказывается на надежности. Данное сочленение возможно изготовить в одном технологическом цикле с остальными элементами системы.

С помощью варьирования геометрией торсиона можно подобрать необходимые параметры жесткости сочленения в достаточно широком диапазоне, ограниченном лишь размерами кремниевой пластины, на которой выполняются элементы системы. Отличительной особенностью данной конструкции будут небольшие перемещения "подвешенного" элемента (до единиц угловых градусов) и высокая жесткость конструкции.

Для обеспечения элементам системы больших перемещений используют гибкие сочленения (в том числе шарниры и торсионы). Исходя из имеющихся заделов и технологических возможностей микроэлектронного производства материалом для гибких сочленений выбран полиимид. Данный материал, обладая высокой температурной стойкостью (75...673 K), высокой устойчивостью к космическим

условиям эксплуатации, имеет высокую адгезию к кремнию и прочность на разрыв (150...180 МПа), является упруго-деформируемым материалом (модуль Юнга равен 2,5...3,5 ГПа) [6], его широко применяют в технологии микроэлектроники. Конструкция полиимидного сочленения (рис. 4) представляет собой пластину, сформированную из одного или пары полиимидных слоев, расположенных с прямой и/или обратной сторон соединяемых элементов. Благодаря высокой адгезии полиимида к кремнию, между соседними элементами системы образуется прикрепленная к ним полиимидная вставка. Жесткость сочленения определяется его планарной геометрией и толщиной. Полиимидный торсион (рис. 4) отличается от шарнира наличием дополнительного соосного сочленения, которое позволяет "подвесить" элемент конструкции как и при использовании кремниевого торсиона. В данном случае полиимидные вставки работают на кручение. На рис. 5 (см. четвертую сторону обложки) показаны фотографии изготовленных образцов полиимидных сочленений.

В качестве исполнительных компонентов микромеханических систем предложены модификации разработанных ранее термомеханических актюаторов [4]. Для реализации возможности управляемого перемещения в двух направлениях предложена конструкция термомеханического актюатора с двумя зонами деформации (рис. 6, см. четвертую сторону обложки). Отличительным признаком такой конструкции является расположение зон деформации, при котором канавки одной зоной обращены к лицевой стороне актюатора, а второй зоной — к обратной стороне, что обеспечивает разнонаправленное движение актюатора при нагреве или охлаждении. Также данное решение позволит организовать при определенной топологии актюатора не только угловое, но и поступательное движение хвостовика за счет одновременной работы двух зон деформации (рис. 7).



Рис. 4. Конструкция полиимидных сочленений: a -шарнир; b -торсион *Fig. 4. Design of the polyimide joints:* a - hinge, b - torsion



Рис. 7. Преобразование вращательного движения в поступательное с помощью термомеханических актюаторов с несколькими зонами деформации

Fig. 7. Transformation of the rotary movement into the forward movement by means of the thermomechanical actuators with several zones of deformation



Рис. 8. Конструкция исполнительного компонента одноосной системы

С помощью раздельного управления зонами деформации можно расширить функциональные возможности типового термомеханического актюатора, что позволяет использовать его в многоосевых конструкциях манипуляторов и "подвижных ног" робота.

На примере реализованной одноосной системы рассмотрено применение микромеханических элементов в системах управления положением поверхности. В данной системе необходимо реализовать управляемое перемещение подвижного элемента (например, зеркала) вокруг одной оси. Особенностью конструкции является изготовление устройства на кремниевой пластине методами объемной и поверхностной микрообработки с минимальным числом сборочных операций. Исходя из возможностей, которые предлагает технология микроэлектроники, а также используя элементы тестовых структур, разработана конструкция, представленная на рис. 8.

Основные компоненты, из которых состоит одноосная система, следующие: термомеханический актюатор; "подвешенное" на торсионах (полиимидных или кремниевых) кремниевое "зеркало" с нанесенным отражающим покрытием (алюминий); соединительный элемент, обеспечивающий передачу движения от хвостовика актюатора к зеркалу.

Актюатор обеспечивает угловое перемещение хвостовика, которое необходимо передать на подвижное зеркало. Существуют два варианта: передача движения напрямую от объекта к объекту или передача через соединительные элементы. Был выбран второй вариант ввиду необходимости создания связи, обеспечивающей компенсирование (развязку) механических напряжений, возникающих при передаче усилия (и, следовательно, перемещения) с актюатора на подвижное кремниевое зеркало.

Возможность соединения с помощью полиимидных шарниров движущегося объекта (хвостовика актюатора) и движимого объекта (кремниевого зеркала), расположенных в разных плоскостях, реализована благодаря применению последовательно соединенных полиимидных шарниров, соединяющих кремниевые элементы (балки), расположенные параллельно друг другу. "Цепочка" таких элементов образует гибкую полоску, которая при отклонении хвостовика актюатора от изначально горизонтального положения не только тянет за собой движимый объект, но и компенсирует возникающие механические напряжения. Подвижное зеркало формируется на стандартной кремниевой пластине, отражательная способность обеспечивается напылением сверху слоя металла (например, алюминия).

При использовании торсионов в первоначальном положении подвижный элемент отклонен от горизонтали, так как актюатор тянет его вверх вследствие напряженно-деформированного состояния после усадки полиимида в его структуре. При нагреве актюатора подвижный элемент, "подвешенный" на торсионах, стремится занять горизонтальное положение.

Реализован конструктивно-технологический вариант подвижной платформы (рис. 9, см. четвертую сторону обложки) для микроробототехнической системы. Конечности образованы термомеханическими актюаторами, располагающимися в двух параллельных рядах по четыре штуки в каждом. Управление конечностями осуществляется по двум независимым каналам по заданному алгоритму перемещения. Потребляемая мощность устройства лежит в диапазоне до 0,225 Вт при питающем напряжении 3...4 В для системы, имеющей восемь конечностей, массу 65 мг и размеры 15,5 × 7,5 мм.

Fig. 8. Design of an effector component of a monoaxial system

Частота перемещения конечностей составляет до 5 Гц, скорость перемещения микроробота — до 14 мм/с. Такое устройство обеспечивает создание микроробота, успешно выполняющего задачи мониторинга и частичного технического обслуживания некоторых систем космических аппаратов, а также задач, возникающих при выполнении напланетных миссий.

В заключение стоит еще раз подчеркнуть основные достоинства подобных микромеханических элементов: их производство в едином технологическом цикле; минимизация либо отсутствие сборочных операций; отсутствие трения в элементах конструкции, а также в некоторых случаях возможность размещения в едином теле устройства как пассивных, так и активных (в том числе чувствительных к изменению внешних условий) компонентов. Все это увеличивает надежность приборов, в которых применяют микромеханические элементы, при значительном уменьшении размеров и в ряде случаев при расширении функциональных параметров (увеличение степеней свободы, чувствительность к внешним воздействиям, уменьшение энергопотребления и др.). Таким образом, в работе рассмотрены различные конструктивнотехнологические решения по созданию микромеханических элементов космического назначения методами микроэлектроники. Приведены данные по реализованным конструкциям, их основные достоинства и недостатки.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ № 14-19-00949.

Список литературы

1. Селиванов А. С., Смирнов И. П., Козлов Д. В. и др. Микросистемное устройство терморегуляции поверхности космических аппаратов. Патент RU 2518258. ОАО "Российские космические системы". 10.06.2014. Бюл. № 16. 16 с.

2. **Ebefors T.** Polyimide V-groove Joints for Three-dimensional Silicon Transducers // Thesis for the Degree of Doctor of Philosophy at the Royal Institute of Technology. Stockholm, Sweden, 2000. 143 p.

3. Смирнов И. П., Козлов Д. В., Жуков А. А. Модульная система терморегуляции космических аппаратов с применением конвейерных линий микроактюаторов // 13-я Международная конференция "Авиация и космонавтика — 2014". Москва: Сб. трудов.

4. Корпухин А. В., Козлов Д. В., Смирнов И. П. и др. Тепловой микромеханический актюатор и способ его изготовления. Патент RU 2448896. ОАО "Российские космические системы". 27.04.2012. Бюл. № 12. 20 с.

5. Бонч-Бруевич В. Л., Калашников С. Г. Физика полупроводников. Изд. 2-е, перераб. и доп. М.: Наука, 1990. 688 с.

6. Бессонов М. И., Котон М. М., Кудрявцев В. В. и др. Полиимиды — класс термостойких полимеров. СПб.: Наука, 1983. 328 с.

D. V. Kozlov, Ph. D., Leading Researcher, risc3@mail.ru, **I. P. Smirnov**, Section Chief, mf77-1@yandex.ru, **A. A. Zhukov**, D. Sc., Chief Researcher, lidro@yandex.ru,

JSC "Russian Space Systems", Moscow, 111250, Russian Federation,

N. N. Bolotnik, Corresponding Member of RAS, D. Sc., Chief Researcher, bolotnik2004@mail.ru,

Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences,

Moscow, 119526, Russian Federation

Corresponding author:

Kozlov Dmitrii V., Ph. D., Leading Researcher, Russian Corporation of Space Instrument Making and Information Systems, Moscow, 111250, Russian Federation, e-mail: risc3@mail.ru

Micromechanical Components for the Space Micro Robotic Devices

Received on November 06, 2016 Accepted on Desember 09, 2016

This work is devoted to the developed designs and technological solutions for the micromechanical elements of the microrobot devices for space applications and the technological feasibility of their manufacture. A distinctive feature of the developments is their miniaturization and the use of high-tech microelectronic manufacturing processes. Such devices are highly resistant to harsh operating conditions, they can be adapted to a group fabrication and be used both inside and outside of a spacecraft. Those products can also be used for development of microrobots, which can move at the speeds up to 14 mm/s and transport a load several times greater than their own weight.

Keywords: micromechanics, actuator, microrobot, automation, inspection, microelectromechanical system, kinematics, joint, torsion, hinge

For citation:

Kozlov D. V., Smirnov I. P., Zhukov A. A., Bolotnik N. N. Micromechanical Components for the Space Micro Robotic Devices, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 173–180.

DOI: 10.17587/nmst.19.173-180

Space technologies develop a big interest to microrobotics, and new directions of researches are open in the given area. Such devices can be applied in various spheres: control of the bearing surfaces, inspection of remote places by space vehicles, space missions, etc. Macrocells and standard kinematic schemes are used for development of the systems, however, miniaturization of the space vehicles and control automation demand development of similar or even more functional devices of a considerably smaller dimensions. At that, a lot of questions arise regarding the development of the manufacturing technologies, because during the transition to the small dimensions the technology becomes the basic problem for a developer. During the development of the micromechanical products more and more often the standard and modified processes of the microelectronic manufacture of the integrated microcircuits are applied. Special attention is given to development of the microelectromechanical systems (MEMS) as the products combining in a tiny format the functionalities of various physical characters. Among such products are the micromechanic elements – finished MEMS or their components.

The work presents the data concerning the development of the elements done within the recent years for creation of the effector components of the microrobot systems for space applications. The micromechanical elements are subdivided into the active and passive ones. The active ones are the actuator elements (propellers), and the passive ones are various connectors (torsions, joints, hinges, etc.). In their turn the actuators are divided according to the principles of their functioning: thermomechanical, electrostatic, magnetic, piezoelectric, hydraulic, etc. Besides, the actuator elements are distinguished by the types of movement: forward, rotary and complex combined (membrane movement, and so forth). Joints are divided by the number of the degrees of freedom, and also by the degree of freedom (movement or rotation).

Considering application of the effector components of the microrobot systems in space, we can single out several directions: 1) thermoregulation of the surface of a space vehicle; 2) control of the bearing surfaces; 3) microrobotics for direct applications (manipulators, "legs" of the walking systems, and so forth); 4) elements of sensors (thermoswitches, sensitive elements).

The thermoregulation systems on the effector components of the microrobotics are the devices, the operating principle of which is based on regulation of the area of the reflecting/absorbing surface or of the gap between the layers of the used material. The movement function is realized by creation of a conveyor line moving the screen in a plane, or a kinematic system, allowing to rotate the screen [1, 2]. If a surface is completely closed by an isolating screen, an object is partially protected from the external radiation and loss of the internal heart, and, when the screen is displaced, the surface opens and the heat-insulating characteristics change. Such coverings should be made in the form of separate cells, which would allow a local regulation of temperature. The results of modelling and experiments show, that it is possible to reach a decrease of an overheat of the protected surface by 52...63 % [3].

Application of the effector microrobot components can be found in the systems of positioning of the antenna mod-

ules. By means of the effector components in the form of mobile actuators, the elements "suspended" on supports (for example, silicon "mirrors") and various joints, a controlled angular movement of the absorbing or reflecting surfaces is ensured, which allows to change characteristics of the antenna module. In case of big areas, instead of one reflecting/absorbing element a design envisages a matrix of such elements.

When the effector components in microrobotic devices are used for the intended applications (mobile robots and manipulators), it is necessary to consider the factors of an open space (the temperature constantly varying in a wide range, depending on the used orbit and weightlessness) and the functionalities of the concrete actuator mechanisms. Thus, the thermomechanical actuators (fig. 1, see the 3-rd side of cover) with V-shaped grooves are characterised by an angular movement of a beam [4], thus, for their application as active effector components of the walking robots it is necessary to structurally ensure a transformation of the rotary movement into the forward movement. This is reached by various joints or application of differently directed actuators (with several zones of deformation) in one effector element. The thermomechanical actuators can also be used as manipulators, clips, tweezers, and so forth.

The connections between the elements of the design of the micromechanical systems ensure its durability, its mobility at least in one direction, and also a possibility to do away, as much as possible, with the assembly operations in favour of manufacturing of the elements together with connections in one technological cycle by the volume and surface micro-processing.

As rigid joints the silicon elements are offered, which are cross-shaped torsions (fig. 2). The design employs monocrystal *p*-type silicon with orientation 100 (double-sided polishing), its Young's modulus is equal to 130.2 GPa [5]. The torsions are used in pairs and placed coaxially in the plane of the "suspended" elements (for example, of the mobile silicon mirror), which ensures an angular deviation of the elements along the torsion's axis. In order to increase the number of the freedom degrees, several pairs of torsions are used (fig. 3) at an angle to each other, divided by a rigid silicon ring. In the design the section of the torsion looks like a cross and it is made in one volume of a material with the neighboring elements of the system without any connections, which is good for its reliability. It is possible to produce the given joint in one work cycle with the other elements.

By varying the geometry of the torsion it is possible to select the necessary parameters of rigidity of the joint in a rather wide range limited by the size of the silicon plate, on which the system elements are. A distinctive feature of the design will be small movements of the "suspended" element (up to units of the angular degrees) and high rigidity of the design.

In order to ensure more freedom of movement for the system's elements the flexible joints (including torsions) are used. Proceeding from the experience and technological potentials of the microelectronic productions, polyimide was selected as the material for the flexible joints. It has high temperature resistance (75...673 K), stability to the space conditions of operation, high adhesion to silicon and breaking strength (150...180 MPa), it is elastically deformed (the

Young's modulus is equal to 2.5...3.5 GPa) [6], it is widely applied in the microelectronic technologies. The design of the polyimide joints (fig. 4) is a plate formed from one or two polyimide layers, located on the direct and/or reverse side of the connected elements. Due to a high adhesion of polyimide to silicon, a polyimide insert is formed between the neighboring elements, attached to them. Rigidity of the joint is determined by the planar geometry and thickness. The polyimide torsion (fig. 4) differs from the hinge by the presence of an additional coaxial joint, which allows to "suspend" a design element as in case of the use of a silicon torsion. The polyimide inserts work for torsion. Fig. 5 (see the 4-th side of cover) presents photos of the samples of the polyimide joints.

As effector components for the micromechanical systems, modifications of the developed thermomechanical actuators [4] are offered. For realization of a possibility of a controlled movement in two directions, a design of a thermomechanical actuator with two zones of deformation (fig. 6, see the 4-th side of cover) is offered. Its distinctive feature is the arrangement of the zones of deformation, at which the grooves of one zone are turned to the face side of the actuator, while the second zone is turned to the reverse side, which ensures a multidirectional movement of the actuator during heating or cooling. At a certain topology of the actuator the given solution will allow us to organize not only angular, but also forward movement of the shank end due to a simultaneous operation of the two zones of deformation (fig. 7).

By means of a separate control of the deformation zones it is possible to expand the functionalities of a typical thermomechanical actuator, which will make it possible to use it in the multiaxial designs of the manipulators and "mobile robot legs".

On an example of a monoaxial system, application of the micromechanical elements in the systems of the surface position control is considered. In the system it is necessary to realize a controlled movement of a mobile element (a mirror, for example,) around one axis. A specific feature of the design is a device manufactured on a silicon plate by the volume and surface microprocessing with the minimal number of the assembly operations. Proceeding from the opportunities offered by the technology of microelectronics, a design using the elements of the test structures was developed, which is presented in fig. 8.

The basic components, of which the monoaxial system consists, are the following: a thermomechanical actuator, a silicon "mirror" with a reflecting coating (aluminum) "suspended" on torsions (polyimide or silicon), and the connecting element, which ensures translation of movement from the shank end of the actuator to the mirror.

The actuator ensures an angular movement of the shank end, which it is necessary to translate to the mobile mirror. There are two versions: translation of motion directly from an object to an object or translation of motion through the connecting elements. The second version is preferable due to the necessity of creation of a bond, which compensates for the mechanical stresses, arising during the translation of effort (and, therefore, movement) from the actuator to the mobile silicon mirror.

A possibility of connection with the help of the polyimide hinges of a moving object (shank end of the actuator) and a movable object (silicon mirror), located in different planes, was realized due to application of the tandem polyimide hinges connecting the silicon elements (beams), located in parallel to each other. The "chain" of elements forms a flexible strip, which, when the shank end of the actuator deviates from the initial horizontal position, drags the movable object and compensates for the arising mechanical stresses. The mobile mirror is formed on a standard silicon plate, its reflective ability is ensured by deposition of a metal layer (aluminum, for example) on it from above.

If the torsions are used, in the initial position the mobile element is deviated from the horizontal plane, because the actuator pulls it upwards due to the stressed state after the shrinkage of the polyimide in its structure. During heating of the actuator the mobile element, "suspended" on the torsions, tends to occupy a horizontal position.

A version of a mobile platform (fig. 9, see the 4-th side of cover) was realised for the microrobot system. Extremities were formed by the thermomechanical actuators, situated in two parallel rows, four pieces in each. The control of them was carried out by two independent channels in accordance with the set movement algorithm. The power consumption of the device was in the range below 0.225 W at the supply voltage of 3-4 V for the system with eight extremities, weight of 65 mg and dimensions of 15.5×7.5 mm. Frequency of movement of the extremities was up to 5 Hz, the speed of movement of the microrobot - up to 14 mm/s. Such a device ensures creation of a microrobot, which can carry out successfully the task of monitoring and partial maintenance of certain systems of the space vehicles, and also solve the tasks arising during performance of the space missions.

In conclusion it is necessary to underline the basic advantages of such micromechanical elements: they can be manufactured in a single work cycle, their assembly operations are minimized or absent, there is no friction in their design elements, and there is a possibility of placing the passive and active devices, including the components, sensitive to the external conditions, in one single body. All this increases reliability of the devices employing the micromechanical elements, alongside with a considerable reduction of their dimensions and in some cases with expansion of their functional parameters (increase of the degrees of freedom, sensitivity to the external influences, reduction of energy consumption, etc.). Thus, the work presents various design-technological microelectronic solutions for development of the micromechanical elements for space applications, the data concerning the realised designs, and their basic advantages and disadvantages.

The work was implemented with support of RSF grant N_{0} 14-19-00949.

References

1. Selivanov A. S., Smirnov I. P., Kozlov D. V. et al. Mikrosistemnoe ustrojstvo termoreguljacii poverhnosti kosmicheskih apparatov, Patent RU 2518258. JSC "Russian Space Systems". 10.06.2014, Bul. N_{2} 16, 16 p. (in Russian).

2. Ebefors T. Polyimide V-groove Joints for Three-dimensional Silicon Transducers, Thesis for the Degree of Doctor of Philos-

ophy at the Royal Institute of Technology. Stockholm, Sweden, 2000. 143 p.

3. Smirnov I. P., Kozlov D. V., Zhukov A. A. Modul'naja sistema termoreguljacii kosmicheskih apparatov s primeneniem konvejernyh linij mikroaktjuatorov, *13 International Conference "Aviacija i kosmonavtika – 2014*", Moscow, 2014 (in Russian).

4. Korpuhin A. V., Kozlov D. V., Smirnov I. P. et al. *Teplovoj* mikromehanicheskij aktjuator i sposob ego izgotovlenija, Patent RU 2448896, JSC "Russian Space Systems". 27.04.2012, Bul. N. 12, 20 p. (in Russian).

5. Bonch-Bruevich V. L., Kalashnikov S. G. Fizika poluprovodnikov, Ed. 2, Moscow, Nauka, 1990, 688 p. (in Russian).

6. **Bessonov M. I., Koton M. M., Kudrjavcev V. V.** et al. *Poliimidy* — *klass termostojkih polimerov*, Sankt-Peterburg, Nauka, 1983, 328 p. (in Russian).

УДК. 621.3.049.77.002

DOI: 10.17587/nmst.19.180-186

В. К. Смолин, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., e-mail: niiis@niiis.nnov.ru, ФГУП "ФНПЦ НИИ измерительных систем им. Ю. Е. Седакова", г. Нижний Новгород

МОДИФИКАЦИЯ СВОЙСТВ РЕЗИСТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКОЙ

Поступила в редакцию 18.08.2016

Выполнение задаваемых эксплуатационных требований микроприборов обеспечивается соответствующими конструкторско-технологическими решениями, в том числе выбором новых материалов или улучшением характеристик известных материалов путем целенаправленного изменения их структуры и свойств. Одними из наиболее применяемых способов модификации являются процессы термической обработки пленочных структур.

В рамках данной работы выполнен обзор приемов формирования резистивных пленочных структур, использующих процессы термической обработки.

Ключевые слова: модификация, резистивный элемент, термическая обработка, лазерный отжиг, импульсная токовая обработка

Введение

При разработке микросборок и микроэлектронных датчиков важным этапом является выбор материалов, при назначении которых необходим учет влияния на изделия внешних воздействующих факторов. Применение новых материалов, отвечающих всем эксплуатационным требованиям, в некоторых случаях затруднительно из-за их дефицитности, дороговизны и недостаточно отработанной технологией формирования элементов. Одним из перспективных направлений развития микроэлектроники является улучшение характеристик известных материалов путем целенаправленного изменения их структуры и свойств, иначе говоря, модификацией материалов.

Систематические исследования в области формирования микроэлектронных изделий начались еще в прошлом веке. Однако до сих пор возникают проблемы воспроизводимости параметров и надежности эксплуатации приборов, решения которых опираются на результаты исследований в микро- и наномасштабном диапазонах. На сегодняшней день исследования в области тонкопленочных технологий набирают новый виток. Возникают новые проблемы, и соответствующие решения их связаны с наноиндустрией.

При производстве тонкопленочных резистивных элементов модификация осуществляется путем [1—6]:

- воздействия температуры;
- анодного окисления;
- электролитической формовки;
- токовой подгонки;
- механического воздействия;
- ионной бомбардировки;

 — радиационного воздействия или рентгеновского облучения.

Наиболее часто применяемым методом модификации являются многочисленные варианты термической обработки пленочных структур.

Основные процессы, происходящие в пленочных структурах при термообработке

Резистивные пленки, получаемые методами физического осаждения из газовой фазы (ФОГФ), обладают повышенной концентрацией дефектов, а

наличие большой активной поверхности способствует интенсивному протеканию процессов деградации. Операции термообработки в зависимости от решаемой задачи можно разделить на две основные группы: формирующий отжиг, в результате которого достигается требуемое сочетание сопротивления и температурного коэффициента сопротивления (TKC), и стабилизирующий отжиг, определяемый так же, как искусственное старение, термотренировка, термостабилизация [7].

Основные факторы, обусловливающие изменение сопротивления при отжиге:

- упорядочение и уплотнение структуры, сопровождающееся выходом микродефектов (вакансий, пустот) к поверхности пленки и границам зерен;
- слияние зерен проводящей фазы в пленках сплавов в виде комплексов;
- поверхностное окисление и диффузия кислорода по границам зерен, приводящая к объемному окислению.

Структурные изменения в резистивной пленке после отжига приводят к изменению механических напряжений. В работе [8] показано, что некоторые образцы, наряду с общей тенденцией изменения сопротивления от времени по параболическому закону, обладают осциллирующими характеристиками (примерно до 1000 ч после обработки).

Активированное состояние в низкоупорядоченных резистивных пленках металлов и сплавов может существовать длительное время при температурах ниже $0,3T_{\Pi\Pi}$ [9]. Например, пленки хромосилицидных сплавов могут находиться в активированном состоянии до температур 450 К.

Термодинамическая неустойчивость упругодеформированного состояния инициирует превращения, приводящие к увеличению дисперсности пленки. Скорость изменения сопротивления пленки определяется временем релаксации, которое, в свою очередь, пропорционально вязкости материала. По окончании структурных превращений механические напряжения возрастают, приводя в дальнейшем к новым изменениям параметров пленки. Переход от одного метастабильного состояния в другое сопровождается, во-первых, уменьшением числа дефектов, ответственных за деформационные эффекты, во-вторых, увеличением вязкости пленочного материала. Это обусловливает релаксационную стойкость и стабильность резистивных элементов.

При наличии нескольких одновременно действующих механизмов перехода из активированного состояния к квазиравновесному выражение, описывающее изменение сопротивления резистора во времени (с учетом модифицированного уравнения Аррениуса — Эйринга), будет иметь вид [8]:

$$\delta \rho = \delta \rho_{\max} \left\{ 1 - \exp\left[-k_0 t^n \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right) \exp\left[f(S)\phi(T)\right]\right] \right\},\$$

где $\delta \rho_{\text{max}} = \delta \rho$ при $t = \infty$; k_0 — параметр, определяемый термодинамическими константами процесса; n — параметр, характеризующий вид фазового превращения, определяющего кинетику старения; k — постоянная Больцмана; E_a — энергия активации, определяемая критической свободной энергией зародыша фазы и энергией активации лимитирующего процесса; f(S) и $\varphi(T)$ — функции термического и нетермического возмущения соответственно.

Основные комбинации процедур термообработки

Вид термообработки — на воздухе, в инертной атмосфере, в вакууме — выбирается в зависимости от конструктивно-технологических решений тонкопленочных элементов и функционального назначения микроэлектронных устройств, в которых они используются. Наиболее характерные температуры для различных материалов составляют 423...973 K [10].

Критерием правильности выбора режима отжига служит значение коэффициента старения резистора в результате длительного воздействия электрической нагрузки [11]. Термообработка может считаться оптимальной, если подобранные температурные режимы обработки обеспечивают пологий ход кривой R = f(T) при охлаждении примерно от 450 К до комнатной температуры [9]. В качестве критерия может служить максимальное значение коэффициента корреляции между величинами сопротивления образцов до и после отжига [12].

Скорость нагревания и охлаждения подложек с резистивными структурами ограничивается их термостойкостью, т. е. перепадом температур между отдельными частями подложки, при котором механические напряжения, вызываемые тепловым расширением, становятся равными пределу прочности материала подложки (для ситалла СТ50-1 термостойкость составляет 240 К) [13].

Температура отжига резистивных пленок зависит от параметров процесса их осаждения. Общепринятый процесс осаждения в вакууме или в среде разреженного инертного газа осуществляется на подогретую до температур 350...750 К подложку, затем следует стабилизирующий отжиг в объеме рабочей камеры установки осаждения при температурах, равных температуре осаждения или превышающей ее, охлаждение рабочей камеры до комнатной температуры и ее разгерметизация [6, 14—16]. Продолжительность стабилизирующего отжига составляет примерно 10...60 мин, причем основные изменения параметров пленки происходят в первые минуты отжига, а остальное время термообработки связано с релаксацией механических напряжений после завершения структурных превращений.

Последующий отжиг на воздухе или в инертной среде может осуществляться в стационарном режиме [11, 14, 17], при циклических нагружениях [18], а также при выполнении определенных условий (расход газа, давление в камере отжига и др.) [19].

Многослойные резистивные структуры в платах микросборок формируются с использованием материалов с различным удельным сопротивлением при необходимости получения диапазона номиналов резисторов с отношением максимального значения к минимальному больше 10³. Для отдельных элементов многослойное исполнение применяется для защиты элементов, компенсации ТКС, создания специальных участков юстировки резисторов, изменения температурного профиля элементов [7].

При изготовлении многослойных резистивных структур используют два варианта термообработки — отжиг выполняется либо после нанесения всей резистивной композиции (решается в основном задача создания защитного слоя) [20], либо после нанесения каждого слоя (отжиг основного слоя проводится для уменьшения ТКС, отжиг дополнительного слоя — в целях образования защитного окисного покрытия) [21].

Используемый в качестве проводникового материала в контактах к тонкопленочным резисторам алюминий выдерживает температуры порядка 573 К при длительности воздействия до 1000 ч, а кратковременно (30 мин) — до 823 К [22]. Контактные площадки на основе меди допускают температуры обработки 473...523 К [23].

Отжиг резистивных элементов с контактными площадками на воздухе лимитируется образованием оксидных пленок, препятствующих проведению монтажно-сборочных операций. В [17] предлагается проводить термостабилизацию резисторов на воздухе при температуре 220 ± 30 °C в течение 15...35 мин. В целях снижения окисляемости контактных площадок рекомендуется термообработку проводить в замкнутом герметичном объеме с удельной нормой воздуха от 0,005 до 0,02 см²/см³ поверхности обрабатываемых слоев [24]. Компромиссным решением является отжиг резисторов с временными контактными площадками из Cr, Cr—Al, Ni—Al. Температура отжига в этом случае может достигать 830 K, а продолжительность отжига составляет 5...30 мин. Для термообработки (830 К, 2 ч) резисторов с медными контактными площадками может быть использована временная защитная пленка ванадиево-алюминиевого сплава [7].

В качестве поверхностного источника нагрева для термоотжига используют расфокусированный луч лазера, который обеспечивает нагрев материала в отсутствие фазового перехода. Локальная обработка лучом лазера боковых кромок резистивного элемента на участках, не более 0,2...0,25 ширины элемента, обеспечивает формирование каналов повышенной проводимости и возрастание нагрузочной способности резистора в 1,5 раза [25]. Лазерный нагрев имеет ряд преимуществ при проведении процесса отжига. Лазерный отжиг позволил довести время термической обработки до 10⁻⁸ с и ограничить место воздействия только областью обработки пленочных структур. Преимущества лазерного импульсного отжига заключаются в отсутствие диффузии примесей в соседние слои и слоев друг в друга. Для обработки тонкопленочных резисторов лучше всего подходят лазеры на Nd:YAG, работающие в режиме резонансной модуляции добротности. Для формирования защитных оксидных пленок используется режим многоимпульсного окисления или режим свободной генерации [26-28].

Отжиг резисторов за счет джоулевой теплоты при пропускании электрического тока ограничивается следующими условиями:

- сопротивления обрабатываемых резисторов не должно быть более 10 кОм;
- плотность протекающего тока не должна превышать 10⁵ А/см² (для исключения разрушения элемента из-за электродиффузии).

Изменение параметров резистивных элементов в зависимости от вида электрической нагрузки носит различный характер — энергия активации процесса старения при действии импульсного случайного тока более чем в 2 раза превышает энергию активации в случае обработки на постоянном токе. При протекании через резистор постоянного тока распределение температуры по его поверхности существенно неоднородно. Однородный нагрев резистора, т. е. когда теплообмен между резистивным элементом и подложкой отсутствует, обеспечивается применением импульсных нагрузок с длительностью импульса менее 100 мс [7, 29].

В работе [30] показана эффективность применения циклической термообработки при криогенных температурах в процессах изготовления резистивных элементов. При циклической обработке многократное повторение нагрева и охлаждения приводит к генерации упругих волн, которые при каждом акте локальной перестройки дефектов инициируют и стимулируют структурные изменения. Результатами подобной модификации резистивных элементов являются: снижение ТКС и механических напряжений в пленочных структурах, также повышение выхода годных и эксплуатационной стабильности.

Заключение

Температура термической обработки резистивных элементов существенно зависит от условий осаждения пленок (температуры подложки, энергии осаждаемых частиц и др.). Обеспечить детерминированность процесса осаждения возможно за счет введения дополнительных воздействий с нетермической природой активации, позволяющих управлять физико-химическими процессами [31]. Сочетание различных технологических процессов и приемов позволяет не только улучшить параметры элементов, но и значительно повысить функциональные характеристики применяемых материалов.

Список литературы

1. Кондратов Н. М. Резистивные материалы // Обзоры по электронной технике, сер. "Микроэлектроника". 1979. Вып. 4 (635).

2. Абраизов М. Г., Каплин В. А., Мартенс В. Я. Ионное облучение тонкопленочных резистивных сплавов кремния // Электронная обработка материалов, 1981. № 2 (98). С. 38—41.

3. **Аверин И. А.** Управляемый синтез гетерогенных систем: получение и свойства. Пенза: Изд-во Пенз. гос. ун-та, 2006. 316 с.

4. Аверин И. А., Аношкин Ю. В., Печерская Р. М. Влияние отжига на морфологию поверхности и выходные параметры резистивных структур // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. Электроника, измерительная и радиотехника. 2008. № 3. С. 104—109.

5. Асмолова Н. Ф., Виноградов В. Н., Качемцев А. Н., Киселев В. К., Латышева Н. Д., Скупов В. Д., Смолин В. К. Изменение микротвердости материалов после рентгеновского облучения // Структурные основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий (МНТ-VI): Тезисы докладов. Обнинск: ИАТЭ, 2001. С. 48—49.

6. Салин С. Ю., Скупов В. Д., Цыпкин Г. А., Смолин В. К. Способ изготовления резистивной тонкопленочной схемы. А. с. СССР № 1825207, опубл. 12.10.1992.

7. Седаков А. Ю., Смолин В. К. Тонкопленочные элементы в микроэлектронике: основы проектирования и изготовления / Под ред. А. Ю. Седакова. М., Радиотехника. 2011. 168 с.

8. Смолин В. К. Особенности поведения тонкопленочных резисторов на начальной стадии старения // Новые промышленные технологии. 1999. Вып. 1—2. С. 25—30.

9. Палатник Л. С., Сорокин В. К. Материаловедение в микроэлектронике. М.: Энергия, 1977. 280 с.

10. Скобленко А. Р. Материалы и методы получения высокостабильных резисторов микросхем // Зарубежная электронная техника. 1982. № 8. С. 27—59. 11. Бочкарев Б. А., Бочкарева В. А. Керметные пленки. Л.: Энергия, 1975. 152 с.

12. Смолин В. К. Способ изготовления тонкопленочных резисторов. Пат. РФ № 2207644, опубл. 27.06 2003.

13. Мачулка Г. А. Лазерная обработка стекла. М.: Советское радио, 1979. 136 с.

14. Воженин И. Н., Блинов Г. А., Коледов Л. А. и др. Микроэлектронная аппаратура на бескорпусных интегральных схемах / Под ред И. Н. Воженина. М.: Радио и связь, 1985. 264 с.

15. **Троицкий А. В., Шерстобитова О. М., Суров Ю. И., Поволоцкий Е. Г.** Способ получения тонких резистивных пленок на основе сплава тантал — алюминий. Пат. РФ № 2028682, опубл. 09.02.1995.

16. Смолин В. К. Способ изготовления тонкопленочных резисторов. Пат. РФ № 2270490, опубл. 20.02.2006.

17. Гурин С. А., Песков Е. В., Ворожбитов А. И., Чебурахин И. Н. Способ изготовления тонкопленочных резисторов. Пат. РФ № 2568812, опубл. 20.11.2015.

18. Осипов Ю. А., Лазарев Ю. П., Стас Ю. П. Способ термообработки пленочных резисторов на основе сплава хрома и кремния. А. с. СССР № 31598730, опубл. 30.07.1996.

19. Банников В. Н., Ильин В. Ф., Ларин В. С. и др. Способ изготовления пленочных прецизионных резисторов. А. с. СССР № 1072114, опубл. 07.02.1984.

20. Крыжановский Д. В., Соколов В. Г. Способ изготовления тонкопленочных резисторов. А. с. СССР № 1828306, опубл. 20.07.1996.

21. Нацуо И., Кацумото О., Дзюнтиро А., Набуо Я. Способ изготовления металлопленочных резисторов. Пат. Японии № 50-58285, опубл. 24.04.1981.

22. Агаханян Т. М., Лукашевич М. В. Элементная база электронных устройств при экстремальных температурах // Зарубежная электронная техника. 1982. № 2. С. 64—76.

23. Бэглин Дж., Поут Дж. Взаимодиффузия в системах металл—металл // Тонкие пленки. Взаимная диффузия и реакции / Под ред. Дж. Поута, К. Ту, Дж. Майера. М.: Мир, 1982. С. 309—360.

24. Демьяненко В. А., Шумейко В. Ф., Сердюков В. Н. Способ термической обработки тонкопленочных резисторов. А. с. СССР № 886068, опубл. 30.11.1981.

25. Смолин В. К. Пленочный резистор. Пат. РФ на полезную модель № 41918, опубл. 10.11.2004.

26. Волков Е. Ю., Лисоченко В. Н., Конакова Р. В., Охрименко О. Б., Светличный А. М. Влияние лазерной обработки на свойства пленок аморфного кремния // Известия высших учебных заведений. Физика. 2011. № 1/2. С. 143—146.

27. Двуреченский А. В. Импульсная ориентированная кристаллизация твердых тел (лазерный отжиг) // Соросовс-кий образовательный журнал. 2004. Т. 8, № 1. С. 108—114.

28. Марголин В. И., Жабреев В. А. Физические основы микроэлектроники. М.: Академия, 2008. 400 с.

29. Жуков Г. Ф., Смолин В. К. Учет распределения тепловых и электрических полей при проектировании тонкопленочных резисторов микросборок // Петербургский журнал электроники, 2003. № 4. С. 43—48.

30. Смолин В. К. Использование жидкого азота в процессах формирования элементов микроэлектронных структур // Нано- и микросистемная техника. 2010. № 4. С. 34—36.

31. **Смолин В. К.** Нетермическая активация процессов на поверхности подложки в методах ФОГФ // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 10. С. 10—21. **V. K. Smolin,** Ph. D., Senior Researcher, niiis@niiis.nnov.ru, Research Institute of Measuring Systems named after Yu. Ye. Sedakov, N. Novgorod, 603950, Russian Federation

Corresponding author: **Smolin Valentin K.,** Senior Researcher, Research Institute of Measuring Systems named after Yu. Ye. Sedakov, N. Novgorod, 603950, Russian Federation, e-mail: niiis@niiis.nnov.ru

Modification of the Properties of the Resistive Elements by Thermal Processing

Received on August 18, 2016 Accepted on September 26, 2016

The set operational requirements to the microdevices are met due to the appropriate design and technological solutions, including selection of new materials or improvement of characteristics of the already known materials by a purposeful modification of their structures and properties. One of the most widely applied modification techniques is the thermal processing of the film structures. This paper presents a review of the methods for formation of the resistive film structures by the thermal processing.

Keywords: modification, resistive element, thermal processing, laser annealing, pulse current processing

For citation:

Smolin V. K. Modification of the Properties of the Resistive Elements by Thermal Processing, *Nano-i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 180–186.

DOI: 10.17587/nmst.19.180-186

Introduction

During development of micro-assemblages and microelectronic sensors it is very important to select the materials with account of the influence of the external factors. Application of the new materials, meeting the operational requirements, in some cases is complicated because of their deficiency, high costs and insufficiently developed technology for formation of the elements. One of the directions in development of microelectronics is improvement of characteristics of the known materials by a purposeful change of their structures and properties, in other words, their modification.

Regular research works in the field of formation of microelectronic products were started already in the previous century. However, there are still problems of reproducibility of the parameters and reliability of the devices, the solutions to which depend upon the research in the micro- and nanoscale ranges. Research in the field of the thin-film technologies gets a new impetus. Problems do arise and their solutions are connected with the nano-industry.

Industrial modification of the thin-film resistive elements includes [1-6]:

- temperature influence;
- anode oxidation;
- electrolytic moulding;
- current adjustment;
- mechanical action;
- ion bombardment;
- radiation exposure or x-ray irradiation.

The most frequently applied modification methods are versions of the thermal processing of the film structures.

Basic processes in the film structures during a heat treatment

The resistive films received by physical deposition from a gas phase (PDGP) possess a raised concentration of defects,

and presence of a big active surface promotes an intensive course of degradation. Depending on a task, the heat treatment operations can be divided into two basic groups: a forming annealing, as a result of which the demanded combination of the resistance and temperature coefficient of resistance (TCR) are achieved, and a stabilizing annealing, which is defined the same way as artificial ageing, thermal training, and thermal stabilization [7].

The major factors causing a change of the resistance during annealing:

- ordering and consolidation of the structure accompanied by movement of the microdefects (vacancies, cavities) to the surface of a film and borders of the grains;
- merge of the grains of the conducting phase in the alloy films in the form of complexes;
- surface oxidation and diffusion of oxygen along the borders of the grains, leading to a volume oxidation.

After annealing the structural changes in a resistive film lead to a change of the mechanical stresses. In [8] it is shown, that some samples, notwithstanding the general trend for a change of the resistance depending on time and in accordance with the parabolic law, possess oscillating cl racteristics (approximately up to 1000 h after processing).

The activated state in the low-ordered resistive films of metals and alloys can for long time exist below $0.3 T_{\text{IUI}}$ [9]. For example, films of the chrome-silicide alloys can be in the activated state up to 450 K.

The thermodynamic instability of the elastodeformed state initiates the transformations leading to an increase of a film's dispersion. The speed of change of a film's resistance is defined by the time of relaxation, which is proportional to the viscosity of the material. Upon termination of the structural transformations the mechanical stresses increase, resulting in new changes of the film's parameters. Transition from one metastable state to another is accompanied by reduction of

184 -

the defects, responsible for the deformation effects, and by increase of viscosity of the film material. This determines a relaxational resistance and stability of the resistive elements.

If there are several simultaneously acting mechanisms for transition from the activated state to a quasi-equilibrium state, the expression, describing the change of the resistor's resistance in time (with account of the modified Arrhenius—Aring equation) looks like the following [8]:

$$\delta \rho = \delta \rho_{\max} \left\{ 1 - \exp\left[-k_0 t^n \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right) \exp\left[f(S)\phi(T)\right]\right] \right\},\$$

where $\delta \rho_{\text{max}} = \delta \rho$ at $t = \infty$; k_0 — parameter determined by thermodynamic constants; n — parameter characterizing the kind of phase transformation, determining the kinetics of ageing; k — Boltzmann constant; E_a — energy of activation determined by the critical free energy of a phase embryo and energy of activation of the limiting process; $f(S) \bowtie \phi(T)$ — functions of the thermal and nonthermal disturbance, accordingly.

Basic combinations of the heat treatment procedures

The kind of a heat treatment — in the air, in an inert atmosphere, in vacuum — is selected depending on the designtechnological solutions of the thin-film elements and purposes of the microelectronic devices, in which they are used. The most typical temperatures for various materials are 423...973 K [10].

The role of the criterion of correctness in selection of an annealing mode is played by the coefficient of the resistor's ageing as a result of a long influence of an electric load [11]. The heat treatment is considered optimal, if the selected temperature modes of processing ensure a flat course of curve R = f(T) during cooling approximately from 450 K up to room temperature [9]. As a criterion we can use the maximal coefficient of correlation between the resistances of the samples before and after annealing [12].

The speed of heating and cooling of the substrates with the resistive structures is limited by their thermal stability, i.e. the difference of temperatures between separate parts of the substrate, at which the mechanical stresses, caused by the thermal expansion, are equal to the ultimate strength of the material of the substrate (for the glassceramics of CT50-1 kind the thermal stability is 240 K) [13].

The temperature of annealing of the resistive films depends on the parameters of their deposition. The standard deposition in vacuum or in the environment of a rarefied inert gas is carried out on a substrate warmed up to 350...750 K, then a stabilizing annealing is done in the working chamber of the deposition installation at the temperatures, equal to the temperature of deposition or exceeding it, and then the working chamber is cooled down to the room temperature and depressurized [6, 14–16]. Duration of the stabilizing annealing is approximately 10...60 min, and the basic changes of the film parameters occur in the first minutes of the annealing, while the rest of the time is connected with a relaxation of the mechanical stresses after termination of the structural transformations.

The subsequent annealing in air or in an inert environment can be carried out in a stationary mode [11, 14, 17], at cyclic loadings [18], and also under certain conditions (gas flow, pressure in the annealing chamber, etc.) [19]. The multilayered resistive structures in the microassemblage boards are formed with the use of the materials with various specific resistances and a necessity of obtaining of a range of nominal resistors with the correlation of the maximal value to minimal one more than 10^3 . For separate elements a multilayered version is applied for protection of the elements, TCR compensation, creation of sites for adjustment of the resistors, and change of the temperature profile of the elements [7].

For manufacturing of the multilayered resistive structures two versions of heat treatment are used — annealing after the deposition of all the resistive composition (creation of the protective layer) [20], or after the deposition of each layer (annealing of the basic layer — for reduction of TCR, annealing of an additional layer for formation the protective oxide coating) [21].

The aluminum used as a conducting material in the contacts to the thin-film resistors withstands the temperatures of about 573 K during periods up to 1000 h, and in short-term periods (30 min) — up to 823 K [22]. The contact platforms on the copper basis withstand the processing temperatures of 473...523 K [23].

Annealing of the resistive elements with the contact platforms in the air is limited by formation of the oxide films, which impede the assembly operations. In [17] it is suggested to carry out the thermal stabilization in the air at temperature of 220 ± 30 °C during 15...35 min. In order to decrease the oxidability of the contact platforms it is recommended to carry out the heat treatment in a closed tight volume with the specific norm of the air from 0.005 up to 0.02^3 cm²/cm³ of the surface of the processed layers [24]. A compromise solution is annealing of the resistors with the temporary contact platforms from Cr, Cr—Al, Ni—Al. The temperature of annealing can reach 830 K, and the duration of annealing is 5...30 min. For heat treatment (830 K, 2 h) of the resistors with copper contact platforms a temporary protective film from a vanadium-aluminum alloy [7] can be used.

As a surface source of heating for the thermal annealing a defocused laser beam is used, which ensures heating of a material in absence of a phase transition. Local processing by a laser beam of the lateral edges of a resistive element on the sites, not bigger than 0.2...0.25 of the width of the element, ensures formation of the channels of higher conductivity and 1.5 times increase of the load ability of the resistor [25]. A laser heating is applied during annealing. The laser annealing allows to reduce the time of the thermal processing up to 10^{-8} s and to limit the influence area to that of the processing of the film structures. The advantages of the laser pulse annealing are absence of diffusion of impurities into the neighboring layers and of the layers into each other. For processing of the thin-film resistors Nd: YAG lasers can be used, working in the mode of the resonant Q-switching. For formation of the protective oxide films a multipulse oxidation or a free generation [26-28] are used.

Annealing of the resistors by Joule heat during transmission of the electric current is limited by the following conditions:

- resistance of the processed resistors should be not more than 10 kΩ;
- density of the transmitting current should not exceed 10⁵ A/cm² (in order to prevent destruction of an element because of electrodiffusion).

Change of the resistive elements, depending on the electric load, can vary — the energy of activation of ageing under the action of a pulse accidental current exceeds the energy of activation in case of processing on a direct current more than two times. During transmission of a direct current through the resistor the temperature distribution on its surface is essentially non-uniform. A homogeneous heating of the resistor, i.e. when a heat exchange between the resistive element and the substrate is absent, is ensured by application of the pulse loads with a pulse duration less than 100 ms [7, 29].

In [30] the efficiency is demonstrated of application of the cyclic heat treatment at cryogenic temperatures during manufacturing of the resistive elements. During the cyclic processing a repeated heating and cooling leads to generation of the elastic waves, which at each act of the local reorganization of the defects initiate and encourage the structural changes. The results of such modification of the resistive elements are a decrease of TCR and mechanical stresses in the film structures, and also an increase of the product yield and operational stability.

Conclusion

The temperature of the thermal processing of the resistive elements essentially depends on the conditions of deposition of films (temperature of a substrate, energy of the deposited particles, etc.). It is possible to determine the deposition due to introduction of additional influences with a nonthermal nature of activation, allowing us to control the physical and chemical processes [31]. A combination of the technological processes and methods allows us not only to improve the parameters of the elements, but also to raise considerably the functional characteristics of the applied materials.

References

1. **Kondratov N. M.** Rezistivnye materialy, *Obzory po elektronnoj tehnike, ser. "Mikroelektronika"*, 1979, is. 4 (635), (in Russian).

2. Abraizov M. G., Kaplin V. A., Martens V. Ya. Ionnoe obluchenie tonkoplenochnyh rezistivnyh splavov kremniya, *Elektronnaya obrabotka materialov*, 1981, no. 2 (98), pp. 38–41 (in Russian).

3. Averin I. A. Upravlyaemyj sintez geterogennyh sistem: poluchenie i svojstva, Penza: Izd-vo Penz. gos. un-ta, 2006. 316 p. (in Russian).

4. Averin I. A., Anoshkin Yu. V., Pecherskaya R. M. Vliyanie otzhiga na morfologiyu poverhnosti i vyhodnye parametry rezistivnyh struktur, *Izvestiya vysshih uchebnyh zavedenij. Povolzhskij* region. Tehnicheskie nauki. Elektronika, izmeritel'naya i radiotehnika, 2008, no. 3, pp. 104–109 (in Russian).

5. Asmolova N. F., Vinogradov V. N., Kachemcev A. N., Kiselev V. K., Latysheva N. D., Skupov V. D., Smolin V. K. Izmenenie mikrotverdosti materialov posle rentgenovskogo oblucheniya, *Strukturnye osnovy modifikacii materialov metodami netradicionnyh tehnologij (MNT-VI): Tezisy dokladov.* Obninsk: IATE, 2001, pp. 48–49 (in Russian).

6. Salin S. Yu., Skupov V. D., Cypkin G. A., Smolin V. K. Sposob izgotovleniya rezistivnoj tonkoplenochnoj shemy. A. s. SSSR no. 1825207, opubl. 12.10.1992 (in Russian).

7. Sedakov A. Yu., Smolin V. K. Tonkoplenochnye 'elementy v mikroelektronike: osnovy proektirovaniya i izgotovleniya. Pod red. A. Yu. Sedakova. Moscow, Radiotehnika, 2011. 168 p. (in Russian).

8. **Smolin V. K.** Osobennosti povedeniya tonkoplenochnyh rezistorov na nachal'noj stadii stareniya, *Novye promyshlennye tehnologii*, 1999, is. 1–2, pp. 25–30 (in Russian).

9. Palatnik L. S., Sorokin V. K. Materialovedenie v mikroelektronike. Moscow, Energiya, 1977. 280 p. (in Russian).

10. **Skoblenko A. R.** Materialy i metody polucheniya vysokostabil'nyh rezistorov mikroshem, *Zarubezhnaya elektronnaya tehnika*, 1982, no. 8, pp. 27–59 (in Russian).

11. Bochkarev B. A., Bochkareva V. A. Kermetnye plenki, Leningrad, Energiya, 1975, 152 p. (in Russian).

12. Smolin V. K. Sposob izgotovleniya tonkoplenochnyh rezistorov. Pat. RF no. 2207644, opubl. 27.06 2003 (in Russian).

13. Machulka G. A. Lazernaya obrabotka stekla. Moscow, Sovetskoe radio, 1979, 136 p. (in Russian).

14. Vozhenin I. N., Blinov G. A., Koledov L. A. i dr. Mikroelektronnaya apparatura na beskorpusnyh integral'nyh shemah. Pod red. I. N. Vozhenina. Moscow, Radio isvyaz', 1985, 264 p. (in Russian).

15. **Troickij A. V., Sherstobitova O. M., Surov Yu. I., Povolockij E. G.** *Sposob polucheniya tonkih rezistivnyh plenok na osnove splava tantal — alyuminij.* Pat. RF no. 2028682, opubl. 09.02.1995 (in Russian).

16. Smolin V. K. Sposob izgotovleniya tonkoplenochnyh rezistorov. Pat. RF no. 2270490, opubl. 20.02.2006 (in Russian).

17. Gurin S. A., Peskov E. V., Vorozhbitov A. I., Cheburahin I. N. *Sposob izgotovleniya tonkoplenochnyh rezistorov*, Pat. RF no. 2568812, opubl. 20.11.2015 (in Russian).

18. Osipov Yu. A., Lazarev Yu. P., Stas Yu. P. Sposob termoobrabotki plenochnyh rezistorov na osnove splava hroma i kremniya. A. s. SSSR no. 31598730, opubl. 30.07.1996 (in Russian).

19. Bannikov V. N., Il'in V. F., Larin V. S. i dr. Sposob izgotovleniya plenochnyh precizionnyh rezistorov. A. s. SSSR no. 1072114, opubl. 07.02.1984 (in Russian).

20. **Kryzhanovskij D. V., Sokolov V. G.** Sposob izgotovleniya tonkoplenochnyh rezistorov. A. s. SSSR no. 1828306, opubl. 20.07.1996 (in Russian).

21. Nacuo I., Kacumoto O., Dzyuntiro A., Nabuo Ya. Sposob izgotovleniya metalloplenochnyh rezistorov. Pat. Yaponii no. 50-58285, opubl. 24.04.1981 (in Russian).

22. Agahanyan T. M., Lukashevich M. V. Elementnaya baza elektronnyh ustrojstv pri ekstremal'nyh temperaturah, *Zarubezhnaya elektronnaya tehnika*, no. 2, 1982, pp. 64–76 (in Russian).

23. **B'eglin Dzh., Pout Dzh.** Vzaimodiffuziya v sistemah metall-metall, *Tonkie plenki. Vzaimnaya diffuziya i reakcii.* Pod red. Dzh. Pouta, K. Tu, Dzh. Majera, Moscow, Mir, 1982, pp. 309–360 (in Russian).

24. Dem'yanenko V. A., Shumejko V. F., Serdyukov V. N. Sposob termicheskoj obrabotki tonkoplenochnyh rezistorov. A. s. SSSR no. 886068, opubl. 30.11.1981 (in Russian).

25. Smolin V. K. *Plenochnyj rezistor*. Pat. RF na poleznuyu model'. no. 41918, opubl. 10.11.2004 (in Russian).

26. Volkov E. Yu., Lisochenko V. N., Konakova R. V., Ohrimenko O. B., Svetlichnyj A. M. Vliyanie lazernoj obrabotki na svojstva plenok amorfnogo kremniya, *Izvestiya vysshih uchebnyh zavedenij*, Fizika, 2011, no. 1/2, pp. 143—146 (in Russian).

27. **Dvurechenskij A. V.** Impul'snaya. orientirovannaya kristallizaciya tverdyh tel (lazernyj otzhig), *Sorosovskij obrazova-tel'nyj zhurnal*, 2004, vol. 8, no. 1, pp. 108–114 (in Russian).

28. Margolin V. I., Zhabreev V. A. Fizicheskie osnovy mikroelektroniki. Moscow, Akademiya, 2008. 400 p. (in Russian).

29. **Zhukov G. F., Smolin V. K.** Uchet raspredeleniya teplovyh i elektricheskih polej pri proektirovanii tonkoplenochnyh rezistorov mikrosborok, *Peterburgskij zhurnal elektroniki*, 2003, no. 4, pp. 43–48 (in Russian).

30. **Smolin V. K.** Ispol'zovanie zhidkogo azota v processah formirovaniya elementov mikroelektronnyh struktur, *Nano- i mikrosistemnaya tehnika*, 2010, no. 4, pp. 34–36 (in Russian).

31. **Smolin V. K.** Netermicheskaya aktivaciya processov na poverhnosti podlozhki v metodah FOGF, *Nano- i mikrosistem-naya tehnika*, 2015, no. 10, pp. 10–21 (in Russian).

Л. Ю. Фетисов, канд. физ.-мат. наук, доц., **В. Н. Серов**, канд. техн. наук, доц., **Ю. А. Быковцев**, студент, **С. А. Маковкин**, инженер, **Ю. К. Фетисов**, д-р техн. наук, проф.,

Московский технологический университет (МИРЭА), Mocквa, e-mail: fetisovl@yandex.ru,

И. С. Казакевич, мл. науч. сотр.,

Научно-практический центр по материаловедению НАН Беларуси, Минск

ПОРОГОВЫЙ ДАТЧИК МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ НА ОСНОВЕ АВТОГЕНЕРАТОРА С МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИМ РЕЗОНАТОРОМ

Поступила в редакцию 05.10.2016

Разработан пороговый датчик магнитных полей на основе автогенератора с магнитоэлектрическим резонатором. Датчик содержит усилитель, резистивный делитель напряжения и магнитоэлектрический резонатор в цепи обратной связи. Резонатор представляет собой композитную структуру в виде пластины пьезоэлектрического лангатата, расположенной между слоями магнитострикционного аморфного сплава и помещенной в электромагнитную катушку. Во внешнем магнитном поле, при выполнении условий баланса амплитуд и фаз, схема генерирует сигнал с частотой акустического резонанса структуры 87,5 кГц и амплитудой до 2 В. Магнитные поля включения и выключения датчика изменяются в диапазоне 0,3...50 Э с помощью делителя напряжения.

Ключевые слова: датчик магнитных полей, магнитоэлектрический эффект, пьезоэлектрический эффект, магнитострикция, автогенератор

Введение

В автомобильной и авиационной промышленности, в автоматизированных производствах, в робототехнике и системах безопасности широко используют датчики близости (*proximity sensors*) [1, 2]. В таких датчиках применяют бесконтактные сенсоры различных типов: емкостные, индуктивные, магнитные, оптические и акустические. Магнитные сенсоры обладают такими преимуществами перед другими типами сенсоров, как достаточно большое рабочее расстояние, высокая чувствительность и скорость срабатывания, независимость от окружающих условий. В современных магнитных датчиках [3] используют явление электромагнитной индукции, эффект Холла, явление гигантского магнитосопротивления, пьезоэффект и силу Ампера.

В последние годы достигнут значительный прогресс в создании датчиков магнитных полей на основе магнитоэлектрического (МЭ) эффекта в композитных структурах ферромагнетик—пьезоэлектрик [4, 5]. Эффект возникает вследствие комбинации магнитострикции и пьезоэффекта, в результате чего и реализуется прямое преобразование индукции магнитного поля в электрическое напряжение. МЭ датчики имеют рекордно высокую чувствительность до 10^{-11} Тл при комнатной температуре, отличаются простотой конструкции и малым энергопотреблением, работают на частотах до ~ 10^5 Гц и поэтому перспективны для применений в датчиках близости.

В данной работе описан новый пороговый МЭ датчик магнитных полей с радиочастотным выходом. Датчик построен по схеме автогенератора, содержащего широкополосный усилитель, делитель напряжения и МЭ резонатор в цепи обратной связи. Порог срабатывания датчика по магнитному полю можно регулировать с помощью резистивного делителя. Благодаря выходу в виде радиосигнала, датчик может быть использован в беспроводных системах сбора и обработки информации.

Структурная схема и принцип работы датчика

Структурная схема датчика показана на рис. 1. Основными элементами датчика являются: широкополосный усилитель с коэффициентом усиления K_1 , фазовращатель с коэффициентом передачи K_2 , выходной широкополосный усилитель мощности с коэффициентом усиления K_3 , МЭ резонатор с коэффициентом передачи K_0 на резонансной частоте и делитель напряжения на резисторах R и R_0 . Все



Рис. 1. Структурная схема датчика магнитных полей с магнитоэлектрическим резонатором

Fig. 1. Block diagram of the sensor of the magnetic fields with a magnetoelectric resonator

элементы соединены последовательно в замкнутый контур. В качестве широкополосного усилителя использован прецизионный инструментальный усилитель INA326. В полосе частот 80...90 кГц он имеет коэффициент усиления по напряжению $K_1 = 100$, входное полное сопротивление ~1 ГОм, выходное полное сопротивление в несколько ом и уровень насыщения выходного сигнала ~2 В. Фазовращатель изготовлен на *RC*-цепочке, имеет коэффициент передачи по напряжению $K_2 = 0.33$ и на частоте 86,7 кГц обеспечивает опережающий сдвиг фазы 90°. Выходной операционный усилитель ОРА2314 создает в катушке резонатора ток до 20 мА, имеет коэффициент передачи по напряжению $K_3 = 2$ и уровень насыщения выходного сигнала 2,5 В.

МЭ резонатор представляет собой пластину из пьезоэлектрического (PE) лангатата La₃Ga_{5.5}Ta_{0.5}O₁₄ и двух слоев из аморфного ферромагнетика (FM) (Metglas 2605S3A), соединенных с помощью эпоксидного клея. Пластина РЕ имела размеры $24,7 \times 4 \times 0,5$ мм. На поверхности пластины были нанесены Ад электроды толщиной по ~2 мкм. Слои FM имели размеры 24,7 × 4 × 0,03 мм и магнитострикцию насыщения $\lambda_S \approx 20 \cdot 10^{-6}$ в магнитных полях насыщения с напряженностью $H_S \approx 100$ Э. Структура была жестко закреплена в центральной части так, что в ней могли возбуждаться продольные акустические колебания с резонансной частотой $f_0 = 87,6$ кГц. Резонатор помещали внутрь катушки с сопротивлением $R_0 = 4,586$ Ом и индуктивностью L = 550 мкГн, содержащую 200 витков провода диаметром 0,2 мм. Катушка создавала переменное магнитное поле напряженностью до h = 10 Э при токе 20 мА. Всю конструкцию располагали в катушках Гельмгольца, создававших постоянное поле *Н* напряженностью до 100 Э, направленное вдоль оси структуры. Переменный резистор R в делителе напряжения позволял изменять коэффициент передачи резонатора $K_4 = R_0/(R_0 + R)$ от 1 при R = 0 до $8 \cdot 10^{-5}$ при R = 60 кОм.

Принцип работы порогового датчика следующий. Напряжение $u_1 \cos(2\pi ft)$, с амплитудой u_1 и частотой f, приложенное к катушке резонатора, создает переменное магнитное поле h, направленное вдоль оси структуры. Одновременно к структуре в том же направлении прикладывается постоянное магнитное поле Н. В результате магнитострикционных деформаций ферромагнитных слоев в структуре возбуждаются продольные акустические колебания. Поскольку пластина РЕ расположена симметрично между двумя магнитными слоями, изгибные колебания отсутствуют. Деформация РЕ слоя, механически связанного с FM слоями, приводит к генерации пьезоэлектриком переменного напряжения с амплитудой u_2 и той же частотой f. Амплитуда генерируемого напряжения пропорциональна напряженности постоянного поля $u_2 \sim H$ и возрастает в Q (добротность) раз, когда частота возбуждающего поля совпадает с частотой продольных акустических колебаний структуры. Коэффициент передачи резонатора $K_0(H) = u_2(H)/u_1$ зависит от магнитного поля и может изменяться в широком интервале при изменении H.

При выполнении условия баланса амплитуд и фаз $\prod_{i} K_i \ge 1$ и $\sum_{i} \varphi_i = 2\pi n$ (где K_i и φ_i — коэффициент передачи и фазовый сдвиг в *i*-м элементе схемы, n — целое число) в замкнутом контуре возбуждаются автоколебания. Для рассматриваемой схемы частота генерации равна частоте продольных акустических колебаний структуры, а амплитуда генерируемого напряжения u_3 ограничена уровнем насыщения усилителя. При изменении коэффициента K_4 делителя напряжения баланс амплитуд будет выполняться для различных коэффициентов передачи резонатора K_0 . Таким образом, генератор может быть использован в качестве порогового датчика магнитных полей с регулируемым полем срабатывания.

Характеристики датчика

На рис. 2, *а* приведены измеренные амплитудно-частотная и фазо-частотная характеристики МЭ резонатора. Виден резонансный пик вблизи частоты $f_0 = 86,7$ кГц с добротностью $Q \approx 1080$, который соответствует возбуждению продольных



Рис. 2. Характеристики МЭ резонатора: a — зависимости амплитуды u_2 и фазы φ напряжения на выходе резонатора от частоты при $u_1 = 1$ В и H = 8 Э; b — зависимость u_2 от u_1 на частоте резонанса при H = 7,5 Э; c — зависимость u_2 от магнитного поля H на частоте резонанса при $u_1 = 0,3$ В

Fig. 2. Characteristics of the ME resonator: a - dependences of the amplitude u_2 and phase φ of the voltage at the output of the resonator on the frequency at $u_1 = 1$ V and H = 8 Oe; b - dependence of u_2 on u_1 at the resonance frequency at H = 7.5 Oe; c - dependence of u_2 on the magnetic field H on the resonance frequency at $u_1 = 0.3$ V

акустических колебаний в структуре. Расчет резонансной частоты продольных колебаний [6] для соответствующих эксперименту параметров структуры дает значение 90 кГц, это значение удовлетворительно совпадает с измеренным. На резонансной частоте фаза генерируемого напряжения на 90° отстает от фазы напряжения, приложенного к возбуждающей катушке. Фазовый сдвиг, создаваемый собственно электромагнитной катушкой, мал и может не учитываться. Для компенсации этого фазового сдвига и выполнения условий фазового синхронизма использован фазовращатель, показанный на схеме рис. 1. На рис. 2, *b* приведена зависимость напряжения u_2 , генерируемого структурой на частоте резонанса, от напряжения u_1 , приложенного к возбуждающей катушке. Видно, что зависимость линейна во всем диапазоне напряжений. Коэффициент передачи резонатора по напряжению равен $K_0 = u_2/u_1 \approx 3,6.$

На рис. 2, *с* показана зависимость напряжения u_2 на резонансной частоте f_0 от внешнего постоянного магнитного поля *H* при напряжении на катушке $u_1 = 1$ В. С увеличением *H* напряжение u_2 сначала растет, достигает максимального значения ~4,6 В при постоянном поле $H_m \approx 7$, 5 Э (которое соответствует максимуму пьезомагнитного коэффициента FM слоя $q = \partial \lambda / \partial H$, где $\lambda(H)$ — магнитострикция), а после этого снова постепенно уменьшается по мере увеличения *H*. Из вида зависимости на рис. 2, *с* следует, что генерация в схеме может возникать внутри ограниченного диапазона постоянных магнитных полей $H_1 \leq H \leq H_2$, где H_1 — поле включения генерации и H_2 — поле выключения генерации.

На рис. 3 показана форма сигнала $u_3(t)$ на выходе усилителя, измеренная при коэффициенте передачи делителя $K_4 \approx 1,14 \cdot 10^{-4}$ и R = 40 кОм. Видно, что сигнал на рис. 3, *а* не гармонический. Искажение формы сигнала обусловлено насыщением усилителя на уровне $u_3 \approx 2,5$ В. Зависимость $u_3(H)$, показанная на рис. 3, *b*, измерена при скорости нарастания поля $\partial H/\partial t = 2,5$ Э/с. При изменении поля генерация наблюдалась только внутри интервала полей $H_1 \leq H \leq H_2$ ($H_1 \approx 1$ Э и $H_2 \approx 31$ Э при R = 40 кОм), где были выполнены условия амплитудного и фазового синхронизма.

На рис. 4 приведена зависимость полей "включения" и "выключения" генерации от сопротивления резистора делителя R(H), построенная с использованием кривых, аналогичных показанной на рис. 3, *b*. Видно, что зависимость R(H) на рис. 4 качественно повторяет зависимость $u_2(H)$ на рис. 2, *c*. Однако следует отметить, что пик на рис. 4 шире по полю и сдвинут в область более высоких магнитных полей, по сравнению с пиком на рис. 2, *c*. Это может быть связано с уменьшением коэффициента передачи МЭ резонатора при больших ам-



Рис. 3. Форма напряжения $u_3(t)$, генерируемого датчиком (a); зависимость генерируемого напряжения u_3 от постоянного поля H(b)Fig. 3. Voltage form $u_3(t)$, generated by the sensor (a); dependence of the generated voltage u_3 on the constant field H(b)



Рис. 4. Границы магнитных полей H и сопротивлений делителя R существования генерации в схеме с МЭ резонатором *Fig. 4. Borders of the magnetic fields H and resistances of divider R of*

the existence of the generation in the circuit with the ME resonator

плитудах возбуждающего магнитного поля, что согласуется с данными рис. 2, *a*, из работы [7].

Также обнаружено, что генерация в схеме возникает только при одном направлении постоянного поля *H*. При обращении направления поля генерация отсутствовала для любых значений поля. Это происходит вследствие изменения на 180° фазы напряжения, генерируемого PE слоем, приводящего к нарушению условий баланса фаз в контуре. Для восстановления генерации после обращения направления поля *H* было необходимо ввести в цепь дополнительный сдвиг фазы напряжения на 180°. Потребляемая датчиком мощность составляла 35 мВт в отсутствие генерации и возрастала до 36...42 мВт при возбуждении генерации.

Заключение

Таким образом, в работе предложен, изготовлен и исследован новый пороговый датчик магнитных

полей с радиочастотным выходом. Датчик содержит широкополосный усилитель, резистивный делитель напряжения и композитный магнитоэлектрический резонатор в цепи обратной связи. При приложении магнитного поля и выполнении условий баланса амплитуд и фаз, датчик генерирует радиосигнал с частотой, равной частоте продольных акустических колебаний резонатора, 87,5 кГц, и амплитудой до 2,5 В. Магнитные поля включения *H*₁ и выключения *H*₂ датчика можно изменять в широких пределах, изготавливая магнитные слои резонатора из различных магнитострикционных материалов, и регулировать в более узком интервале полей с помощью делителя напряжения. Частоту выходного сигнала датчика можно задавать в пределах от единиц килогерц [7] до сотен мегагерц [8] за счет подбора размеров резонатора и выбора изгибных, планарных или толщинных мод колебаний структуры. Радиочастотный выход датчика позволяет использовать его в беспроводных системах сбора и обработки информации.

Работа поддержана Минобрнауки России (проект N_{2} .76.2014К), грантом Президента Российской Федерации (N_{2} МК-7690.2016.9) и Российским фондом фундаментальных исследований (грант N_{2} 16-29-14017/16).

Список литературы

1. The measurement, Instrumentation, and Sensors. CRC Press LLC, Boka Raton, Fl, 1999.

2. Zilys D. M. Vehicle detection based on magneto-resistive magnetic field sensor // Electronics and Electrical Engineering. 2012. Vol. 2, N. 118. P. 27–31.

3. **Tumanski S.** Modern magnetic field sensors — a review // Przeglad Electrotechniczny. 2013. Vol. 89, N. 10.

4. Фетисов Л. Резонансный магнитоэлектрический эффект в композитных структурах. LAP LAMBERT Academic Publishing, 2010. 158 с.

5. Wang Y., Li J., Viehland D. Magnetoelectrics for magnetic sensor applications: status, challenges and perspectives // Materials Today. 2014. Vol. 9, N. 6. P. 269–275.

6. Тимошенко С. П. Колебания в инженерном деле. М.: Комкнига, 2007. 283 с. (Timoshenko S. P. Vibration problems in engineering. New York: P. Van Nostrand, 1962).

7. Fetisov L. Y., Fetisov Y. K., Sreenivasulu G., Srinivasan G. Nonlinear resonant magnetoelectric interactions and efficient frequency doubling in a ferromagnetic-ferroelectric layered structure // J. Appl. Phys. 2013. Vol. 113. N. 116101.

8. Sreenivasulu G., Fetisov L. Y., Fetisov Y. K., Srinivasan G. Piezoelectric single crystal langatate and ferromagnetic composites: Studies on low-frequency and resonance magnetoelectric effects // Appl. Phys. Lett. 2012. Vol. 100. P. 052901.

9. Nan T., Hui Y., Rinaldi M., Sun N. Self-Biased 215MHz Magnetoelectric NEMS Resonator for Ultra-Sensitive DC Magnetic Field Detection // Sci. Rep. 2013. Vol. 3. DOI: 10.1038/srep01985.

L. Yu. Fetisov, Ph. D., Associate Professor, e-mail: fetisovl@yandex.ru,

V. N. Serov, Ph. D., Associate Professor, Yu. A. Bukovtsev, Student, S. A. Makovkin, Engineer, Yu. K. Fetisov, D. Sc., Professor,

Moscow Technological University (MIREA), Moscow, 119454, Russian Federation, **I. S. Kazakevich**, Junior Researcher,

Scientific and Practical Materials Research Centre of NAS, Belarus, Minsk, Belarus

Corresponding author:

Fetisov Leonid Yu., Associate Professor, Moscow Technological University (MIREA), Moscow, 119454, Russian Federation, e-mail: fetisovl@yandex.ru

Threshold Magnetic Field Sensor Based on an Oscillator with a Magnetoelectric Resonator in the Feedback

Received on October 05, 2016 Accepted on November 08, 2016

The magnetic field proximity sensors of various types are widely used in the automobile industry, robotics, and safety systems, and so on. This work is dedicated to a new type of magnetoelectric effect-based threshold magnetic field sensor with a radio-frequency output. The sensor contains an amplifier, phase shifter, resistive voltage divider and a magnetoelectric resonator in the feedback loop. The resonator is a composite structure of a piezoelectric langatate plate located between two ferromagnetic amorphous alloy layers, in an electromagnetic coil. In such a resonator the magnetoelectric effect arises due to a combination of the magnetostriction of the ferromagnetic layers and the piezoelectric effect in the langatate plate, and this ensures a direct conversion of the AC magnetic field into the output electrical voltage. Under an external DC magnetic field, when the amplitude balance and phase matching conditions in the active loop are fulfilled, the circuit generates a radio-signal at the structure longitudinal acoustic resonance frequency of 87.5 kHz with the amplitude up to 2.5 V. The "switch on" and "switch off" magnetic fields of the sensor can be varied within the range of 0.3–50 Oe using the tuned voltage divider. The frequency of the output signal can be varied from units of kHz up to hundreds of MHz by choosing dimensions of the resonator and bending, in-plane or thickness acoustic modes. The radio-frequency output allows us to use this sensor in the wireless data acquisition and processing systems.

Keywords: magnetic field sensor, magnetoelectric effect, piezoelectric effect, magnetostriction, self-oscillator

For citation:

Fetisov L. Yu., Serov V. N., Bukovtsev Yu. A., Makovkin S. A., Fetisov Yu. K., Kazakevich I. S. Threshold Magnetic Field Sensor Based on an Oscillator with a Magnetoelectric Resonator in the Feedback, *Nano- i Mikrosistemnaya Tehnika*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 187–192.

DOI: 10.17587/nmst.19.187-192

Introduction

The proximity sensors are used in the automobile and aviation industries, the automated productions, robotics and safety systems [1, 2]. They employ contactless sensors: capacitive, inductive, magnetic, optical and acoustic ones. The magnetic sensors have a rather big working distance, high sensitivity and speed of actuation, they are independent of the environmental conditions. In the magnetic sensors [3] they use the phenomenon of electromagnetic induction, Hall effect, giant magnetoresistance, piezoelectric effect and the Ampere force.

A considerable progress has been achieved in development of the magnetic field sensors on the basis of the magnetoelectric (ME) effect in the ferromagnetic-piezoelectric composite structures [4, 5]. The effect arises due to a combination of a magnetostriction and a piezoelectric effect, and it realizes a direct transformation of a magnetic field into the electric voltage. ME sensors have a record high sensitivity — up to 10^{-11} T. At a room temperature they are distinguished by simplicity of their design and small energy consumption, they work on frequencies up to ~ 10^5 Hz and are promising for application in the proximity sensors.

The given work describes a new threshold ME magnetic field sensor with a radio frequency output. The sensor is constructed as a self-oscillator containing a broadband amplifier, a voltage divider and ME resonator in a feedback circuit. The threshold of the sensor's operation on a magnetic field can be controlled by means of a resistive divider. Due to the output in the form of a radio frequency signal the sensor can be used in the wireless systems for information collection and processing.

The block diagram and principle of operation of the sensor

The block diagram of the sensor is presented in fig. 1. Its basic elements are a broadband amplifier with amplification coefficient K_1 , a phase shifter with transmission coefficient K_2 , an output broadband amplifier with amplification coefficient K_3 , a ME resonator with transmission coefficient K_0 on the resonant frequency and a voltage divider on resistors Rand R_0 . All the elements are connected in series closed loop. As a broadband amplifier the INA326 precision tool amplifier is used. In the range of frequencies of 80...90 kHz it has voltage amplification coefficient $K_1 = 100$, input impedance ~1 G Ω , output impedance of several ohm units and the level of saturation of the output signal ~2 V. The phase shifter is made on RC circuit, it has transmission coefficient on voltage $K_2 = 0.33$ and on frequency 86.7 kHz ensures an advanced phase shift of 90°. OPA2314 output operational amplifier creates in the coil of the resonator a current up to 20 mA, it has transmission coefficient on voltage $K_3 = 2$ and the level of saturation of the output signal of 2.5 V.

The ME resonator was a plate from piezoelectric (PE) langatate (La₃Ga_{5.5}Ta_{0.5}O₁₄) and two layers of an amorphous ferromagnetic (FM) (Metglas 2605S3A) connected by an epoxy glue. PE plate had the size of 24.7 × 4 × 0.5 mm. On the plate surface Ag electrodes were deposited with thickness of ~2 μ m each. FM layers had the dimensions of 24.7 × 4 × 0.03 mm and magnetostriction saturation $\lambda_S \approx 20 \cdot 10^{-6}$ in the fields $H_S \approx 100$ Oe. The structure was rigidly fixed in the central part so, that it could accommodate the longitudinal acoustic fluctuations with the resonant frequency $f_0 = 87.6$ kHz. The resonator was placed in the coil with resistance $R_0 = 4.586 \Omega$ and inductivity $L = 550 \mu$ H, containing 200 coils of a wire of 0.2 mm. The coil created a variable magnetic field up to h = 10 Oe at current of 20 mA. All the design was placed in Helmholtz coils creating constant field H with intensity up to 100 Oe, directed along the structure axis. The variable resistor R in the voltage divider allowed to measure the coefficient of transmission of the resonator $K_4 = R_0/(R_0 + R)$ from 1 at R = 0 up to $8 \cdot 10^{-5}$ at R = 60 kΩ.

The principle of operation of the threshold sensor is the following. Voltage $u_1 \cos(2\pi ft)$ with amplitude u_1 and frequency f, applied to the resonator coil, creates a variable magnetic field h along the structure axis. Constant magnetic field H is applied to the structure in the same direction. As a result of the magnetostrictive deformations of the ferromagnetic layers, the longitudinal fluctuations are raised in the structure. Since PE plate is placed symmetrically between two magnetic layers, the bending fluctuations are absent. Deformation of the PE layer, mechanically connected with the FM layers, leads to generation by a piezoelectric of an alternating voltage with amplitude u_2 and the same frequency f. The amplitude of the generated voltage is proportional to the intensity of the field $u_2 \sim H$ and is increased in the quality Q times, when the frequency of the exciting field coincides with the frequency of the acoustic fluctuations of the structure. The coefficient of transmission of the resonator $K_0(H) = u_2(H)/u_1$ depends on the magnetic field and can change in a wide interval, if Hchanges.

If the conditions of the balance of the amplitudes and phases are met $\prod_i K_i \ge 1$ and $\sum_i \varphi_i = 2\pi n$ (where K_i and φ_i coefficient of transmission and phase shift in *i* circuit element, n — integral number) the self-oscillations are raised in the closed loop. For the circuit the frequency of the generation is equal to the frequency of the longitudinal acoustic fluctuations of the structure, while the amplitude of the generated voltage u_3 is limited by the level of saturation of the amplifier. When coefficient K_4 of the voltage divider changes, the balance of the amplitudes will be fulfilled for various transmission coefficients of the resonator K_0 . Thus, the generator can be used as a threshold sensor of the magnetic fields with an adjustable field of actuation.

Sensor characteristics

Fig. 2, *a* presents the measured peak-frequency and phase-frequency characteristics of the ME resonator. The resonant peak is seen close to $f_0 = 86.7$ kHz with quality factor $Q \approx 1080$, which corresponds to the excitation of the longitudinal fluctuations in the structure. Estimation of the resonant frequency of the longitudinal fluctuations [6] for the parameters corresponding to the experiment is equal to 90 kHz, and this coincides well with the measurement. On the reso-

nant frequency the phase of the generated voltage by 90° lags behind the phase of the voltage applied to the exciting coil. The phase shift generated by the electromagnetic coil itself is small and can be ignored. For its compensation and implementation of the conditions of the phase synchronism, the phase changer (fig. 1) is used. Fig. 2, *b* presents the dependence of voltage u_2 , generated by the structure on the resonance frequency of voltage u_1 , applied to the exciting coil. It is seen, that the dependence is linear in all the range of the voltages. The transmission coefficient of the resonator on voltage is equal to $K_0 = u_2/u_1 \approx 3.6$.

Fig. 2, *c* presents the dependence of voltage u_2 in the resonant frequency f_0 on the constant magnetic field *H* at the coil voltage $u_1 = 1$ V. With an increase of *H* the voltage u_2 grows and reaches its maximum of ~4.6 V at the constant field of $H_m \approx 7.5$ Oe (which corresponds to the maximum of the piezomagnetic coefficient of the FM layer $q = \partial \lambda / \partial H$, where $\lambda(H)$ — magnetostriction), and after that it lessens gradually alongside with the growth of *H*. From the dependence presented in fig. 2, *c* it follows that the generation in the circuit may arise within a limited range of the magnetic fields $H_1 \leq H \leq H_2$, where H_1 — the field of switch on of the generation.

Fig. 3 presents the signal form $u_3(t)$ on the amplifier output, measured at the transmission coefficient of divider $K_4 \approx 1.14 \cdot 10^{-4}$ and $R = 40 \text{ k}\Omega$. It is seen, that the signal in fig. 3, *a* is not harmonious. Distortion of the form of the signal is caused by saturation of the amplifier at the level of $u_3 \approx 2.5$ V. Dependence $u_3(H)$, shown in fig. 3, *b*, was measured at the speed of increase of the field $\partial H/\partial t = 2.5$ Oe/s. During the change of the field the generation was observed only inside the interval of the fields $H_1 \leq H \leq H_2$ ($H_1 \approx 1$ Oe and $H_2 \approx 31$ Oe at $R = 40 \text{ k}\Omega$), where the conditions of the amplitude and phase synchronism were implemented.

Fig. 4 presents the dependence of the fields of "switch on" and "switch off" on the resistance of the resistor of the divider R(H), constructed with the use of the curves similar to the one shown in fig. 3, b. It is seen, that the dependence R(H) in fig. 4 qualitatively repeats the dependence $u_2(H)$ in fig. 2, c. However, it should be pointed out that the peak in fig. 4 is wider by the field and shifted to the area of the higher magnetic fields, compared with the peak in fig. 2, c. This can be connected with a decrease of the transmission coefficient of ME resonator at big amplitudes of the exciting magnetic field, which agrees with the data of fig. 2, a from the work [7].

Also it was discovered, that the generation in the circuit appeared only at one direction of the constant field H. At the inversion of the direction of the field the generation was absent for any values of the field. That was due to a change by 180° of the phases of the voltage generated by the PE layer, leading to infringement of the conditions of the balance of the phases in the contour. For restoration of the generation after the inversion of the direction of the field H it was necessary to introduce into the circuit an additional shift of the voltage phase by 180°. The power consumed by the sensor was 35 mW in the absence of the generation and increased up to 36...42 mW at the excitation of the generation.

Conclusion

Thus, the work proposes a new threshold sensor of the magnetic fields with a radio-frequency output, which has been manufactured and investigated. The sensor contains a broadband amplifier, a resistive voltage divider and a composite resonator in the feedback circuit. When a magnetic field is applied and the balance of the amplitudes and phases is implemented, the sensor generates a radio signal with the frequency equal to the frequency of the longitudinal acoustic fluctuations of the resonator, 87.5 kHz, and the amplitude up to 2.5 V. The magnetic fields of switch on H_1 and switch off H_2 of the sensor can be changed in a wide range, by making the magnetic layers of the resonator from various magnetostrictive materials and can be controlled in a narrower interval of the fields by means of the voltage divider. The frequency of the output signal can be set from units of kilohertz [7] up to hundreds of megahertz [8] by selection of the sizes of the resonator and of the bending, planar or thickness modes of the fluctuations of the structure. The radiofrequency output of the sensor allows us to use it in the wireless systems for collection and processing of information.

The work was supported by the Ministry of Education and Science of RF (project N_2 2.76.2014K), grant of the President of the RF (N_2 MK-7690.2016.9) and the Russian Foundation for Basic Researche (grant N_2 16-29-14017/16).

References

1. **The measurement**, Instrumentation, and Sensors, CRC Press LLC, Boka Raton, Fl, 1999.

2. Zilys D. M. Vehicle detection based on magneto-resistive magnetic field sensor, *Electronics and Electrical Engineering*, 2012, vol. 2, no. 118, pp. 27–31.

3. **Tumanski S.** Modern magnetic field sensors — a review, *Przeglad Electrotechniczny*, 2013, vol. 89, no. 10.

4. Fetisov L. Resonance magnetoelectric effect in composite structures, LAP LAMBERT Academic Publishing, 2010, 158 c.

5. Wang Y., Li J., Viehland D. Magnetoelectrics for magnetic sensor applications: status, challenges and perspectives, *Materials Today*, 2014, vol. 9, no. 6, pp. 269–275.

6. **Timoshenko S. P.** *Vibration problems in engineering*, New York, P. Van Nostrand, 1962, 283 p.

7. Fetisov L. Y., Fetisov Y. K., Sreenivasulu G., Srinivasan G. Nonlinear resonant magnetoelectric interactions and efficient frequency doubling in a ferromagnetic-ferroelectric layered structure, *J. Appl. Phys.*, 2013, vol. 113, no. 116101.

8. Sreenivasulu G., Fetisov L. Y., Fetisov Y. K., Srinivasan G. Piezoelectric single crystal langatate and ferromagnetic composites: Studies on low-frequency and resonance magnetoelectric effects, *Appl. Phys. Lett.*, 2012, vol. 100, p. 052901.

9. Nan T., Hui Y., Rinaldi M., Sun N. Self-Biased 215 MHz Magnetoelectric NEMS Resonator for Ultra-Sensitive DC Magnetic Field Detection, *Sci. Rep.*, 2013, vol. 3, DOI: 10.1038/srep01985.

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 21.01.2017. Подписано в печать 22.02.2017. Формат 60×88 1/8. Заказ MC0317. 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



Рис. 2. Пример полировки поверхности (001) в пробной модели растворителя Diamond-4: *a* – структура исходной шероховатой поверхности;

b – промежуточный этап растворения; *с* – финал полировки – атомно-гладкая поверхность

Fig. 2. An example of polishing of a surface (001) in a trial model of Diamond-4 solvent:
a - structure of the initial rough surface;
b - intermediate stage of dissolution; c - final polishing - an atomic-level smooth surface

Рисунок к статье Д. В. Козлова, И. П. Смирнова, А. А. Жукова, Н. Н. Болотника

«МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ КОМПОНЕНТЫ МИКРОРОБОТОТЕХНИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ КОСМИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ»

D. V. Kozlov, I. P. Smirnov, A. A. Zhukov, N. N. Bolotnik «MICROMECHANICAL COMPONENTS FOR THE SPACE MICROROBOTIC DEVICES»

 $\alpha \times n$

3

4

α

3

C

Ū

5

0

4

α

Рис. 1. Термомеханические актюаторы с обратной связью:

1 – термомеханический микроактюатор;
 2 – диэлектрическое основание;
 3 – металлические обкладки конденсатора;
 4 – полиимид; 5 – кремний

Fig. 1. Thermomechanical feedback actuators:
1 - thermomechanical microactuator; 2 - dielectric basis;
3 - metal facings of the condenser; 4 - polyimide; 5 - silicon Рисунки к статье Д. В. Козлова, И. П. Смирнова, А. А. Жукова, Н. Н. Болотника «МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ КОМПОНЕНТЫ МИКРОРОБОТОТЕХНИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ КОСМИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ»

D. V. Kozlov, I. P. Smirnov, A. A. Zhukov, N. N. Bolotnik «MICROMECHANICAL COMPONENTS FOR THE SPACE MICROROBOTIC DEVICES»

> **Рис. 5.** Экспериментальные образцы полиимидных сочленений Fig. 5. Experimental samples of the polyimide joints

Рис. 6. Конструкция двунаправленного актюатора Fig. 6. Design of a bidirectional actuator



Рис. 9. Фотография лабораторных образцов подвижной части микросистемного робота Fig. 9. Photo of the laboratory samples of the mobile part of a microsystem robot