



международный форум МИКРОЭЛЕКТРОНИКА 2017

> 2-7 октября 2017 г. г. Алушта (Республика Крым)

Международный Форум «Микроэлектроника - 2017»

Приглашает Вас и Ваших сотрудников принять участие в Международной научной конференции: «Микроэлектроника - ЭКБ и электронные модули»

Задачи Форума: комплексно рассмотреть актуальные вопросы разработки, производства и применения отечественной электронной компонентной базы и высокоинтегрированных модулей.



Оператор Форума: Компания «ПрофКонференции» • Тел.: +7 (495) 641-57-17 • Факс: +7 (495) 641-57-17 • E-mail: info@microelectronica.pro Подробная информация и регистрация участников на официальном сайте Форума: microelectronica.pro

TAHO- & MYKPOCHCEEMHAA

Том 19. № 7 🔶 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 техническим, физико-математическим и химическим наукам. 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

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

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) Редакционный совет:

Редакционный совет: Агеев О. А., д.т.н., проф., чл.-кор. РАН Аристов В. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Асеев А. Л., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Гапонов С. В., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН 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. РАН Климов Д. М., д.т.н., проф., акад. РАН Ковальчук М. В. д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Кульчин Ю. Н., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Дабунов В. А., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Никитов С. А., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Никитов С. А., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Килий В. И., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН Сауров А. Н., д.т.н., проф., акад. РАН Сауров А. Н., д.т.н., проф., акад. РАН Сигов А. С., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН Чаплыгин Ю. А., д.т.н., проф., акад. РАН Шевченко В. Я., д.х.н., проф., акад. РАН Редакционная коллегия: Абрамов И. И., д.ф.-м.н., проф. (Беларусь) 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) Гыжии М. Б., 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)

СОДЕРЖАНИЕ

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ Глухова О. Е. Савостьянов Г. В. Транспортные свойства оксилиро.

плухова С. Е., Савоствянов Г. Б. транспортные своиства оксидиро-	
ванных графеновых нанолент с зигзагообразным краем: влияние	
эпоксидных групп	387
Булярский С. В., Дудин А. А., Орлов А. П., Павлов А. А., Шама- наев А. А., Леонтьев В. Л. Резонанс углеродной нанотрубки с током	205
в электромагнитном поле	395
МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ	

Желаннов А. В., Ионов А. С., Петров А. В., Селезнев Б. И. Исполь-	
зование технологии микропрофилирования при формировании при-	
борных структур на основе нитрида галлия	399
Смолин В. К. Формирование 3D-элементов в кремниевых струк-	
турах	405
Данилаев М. П., Дорогов Н. В., Куклин В. А., Курангышев А. В.,	
Шилов Н. С. Измерение характерного размера субмикронных частиц	
в технологических процессах методом светового рассеяния	417
Камалджит Сингх. Выбор материала подложки в технологиях произ-	
водства МЭМС для СВЧ приложений	422

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

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.".

ПОДПИСКА:

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

Адрес для переписки: 107076 Москва, Стромынский пер., д. 4 e-mail: nmst@novtex.ru

Учредитель: Издательство "Новые технологии"

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

INTERDISCIPLINARY, SCIENTIFIC, TECHNIQUE AND PRODUCTION JOURNAL

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

(Title "NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEKHNIKA")

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

Vol. 19 No. 7 2017

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:

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. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Gribov B. G., Dr. Sci. (Chem.), Cor.-Mem. RAS Kaljaev I. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Klimov D. M., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS Kovalchuk M. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Kvardakov V. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Kuljchin Yu. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS Labunov V. A., (Belorussia), Sci. (Phys.-Math.), Acad. NASB Narajkin O. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Cor.-Mem. RAS Nikitov S. A., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Ryzhii V. I., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS Saurov A. N., Dr. Sci. (Tech.), 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. Gornev E. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Gradetskiy V. G., Dr. Sci. (Tech.), Prof. Kalnov V. A., Cand. Sci. (Tech.) Karjakin A. A., Dr. Sci. (Chem.), Prof. 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. 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. (Phys.-Math.), 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. Vikulin V. V., Cand. Chem. Sci., 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)

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.

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

NANOTECHNOLOGY AND SCANNING PROBE MICROSCOPY

Gluhova O. E., Savostyanov G. V. Transport Properties of the Oxidized Graphene Nanoribbons with a Zigzag Edge: Influence of the Bulyarskiy S. V., Dudin A. A., Orlov A. P., Pavlov A. A., Shamanayev A. A., Leontiev V. L. Resonance of a Carbon Nanotube with

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

Zhelannov A. V., Ionov A. S., Petrov A. V., Seleznev B. I. Micro- profiling Technique Use in Gallium Nitride Based Device Structure Formation	403
	1 05
Smolin V. K. Formation of 3D-elements on Silicon Structures	412
Danilaev M. P., Dorogov N. V., Kuklin V. A., Kyrangyshev A. V., Shilov N. S. Measurement of the Typical Sizes of the Submicron Particles in the Technological Processes by the Method of Light	120
Scattering	420
Kamaljeet Singh. Substrate Material Considerations in MEMS Pro-	
cesses for RF Applications	428

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Lukichev V. F., Lebedev K. V., Kalnov V. A. Modelling of Characteristics of a Low-Voltage Lateral MEMS Switch with a Spring of Masterov V. V., Rogatkin Y. B. Digital Phase-Look Loop Design in

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

Фланотехнологии и зондовая микроскопия Папотесноооду AND Scanning Probe Microscopy

УДК:538.935

DOI: 10.17587/nmst.19.387-394

О. Е. Глухова, д-р физ.-мат. наук, профессор, **Г. В. Савостьянов**, аспирант, ФГБОУ ВО "Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н. Г. Чернышевского", e-mail: glukhovaoe@info.sgu.ru

ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА ОКСИДИРОВАННЫХ ГРАФЕНОВЫХ НАНОЛЕНТ С ЗИГЗАГООБРАЗНЫМ КРАЕМ: ВЛИЯНИЕ ЭПОКСИДНЫХ ГРУПП

Поступила в редакцию 21.02.2017

Представлены результаты численного моделирования транспортных свойств оксидированных графеновых нанолент в рамках метода неравновесных функций Грина. Исследовано влияние присоединения эпоксидных групп к поверхности графеновых нанолент с зигзагообразным краем. Была найдена критическая ширина, для которой наличие даже единичных эпоксидных групп приводит к полному исчезновению характерного для нанолент с зигзагообразным краем пика проводимости на уровне Ферми. Была показана принципиальная возможность создания участка нулевой проводимости для оксидированных графеновых зигзагообразных нанолент в зоне проводимости с сохранением пика проводимости на уровне Ферми.

Ключевые слова: оксид графена, восстановленный оксид графена, графеновые наноленты, проводимость, энергетическая щель, квантовый транспорт, когерентный транспорт, метод неравновесных функций Грина

Введение

Уникальные свойства графена и его производных, в частности графеновых нанолент, являются причиной его пристального изучения как наиболее перспективного материала для наноэлектроники. Среди проблем, стоящих перед экспериментаторами, — создание структур с низким содержанием дефектов и примесей, а также обнаружение надежного способа управления их свойствами, в частности создания и управления запрещенной зоной. Для управления свойствами материалов на базе графена могут быть использованы различные способы, такие как гофрирование [1], деформация [2], функционализация атомами различных элементов [3, 4].

Одним из методов получения графена является метод химического отслаивания [5], при использовании которого образуется промежуточный продукт — оксид графена (GO), который впоследствии очищается [6]. При этом конечный продукт — восстановленный оксид графена (rGO) — с неизбежностью содержит некоторый процент примесей эпоксидных и гидроксильных групп, расположенных хаотично в разных участках листа графена [6]. Проводимость оксида графена существенно за-

висит от концентрации атомов кислорода. Наличие хаотично расположенных эпоксидных и гидроксильных групп на поверхности графена приводит к появлению запрещенной зоны и смене типа проводимости [7]. Помимо появления запрещенной зоны, значительно ухудшается подвижность носителей заряда [8, 9].

В работе [10] показано, что электронные состояния локализуются на зигзагообразных краях графена. В работе [11] была предложена модель туннельного полевого транзистора с сильно выраженным переключающим эффектом благодаря наличию краевых состояний. Можно предположить, что для структур на базе восстановленного оксида графена, имеющих зигзагообразные края, может иметь место высокая подвижность носителей заряда, вызванная краевыми состояниями, а также наличие запрещенной зоны, размер которой зависит от концентрации атомов кислорода. В совокупности эти два фактора могут давать существенно нелинейную вольт-амперную характеристику для таких структур, которой можно управлять с помощью затвора, что является существенным при конструировании устройств наноэлектроники.

Графеновые наноленты с зигзагообразным краем подходят под описание таких структур. В настоящее время существуют разнообразные способы для создания графеновых нанолент [12]. Расчеты показывают [12], что бездефектные, беспримесные наноленты будут иметь пик плотности электронных состояний на уровне Ферми, но у них не будет запрещенной зоны. Вопрос о влиянии гидроксильных групп на проводимость графеновых нанолент был рассмотрен в работе [13]. Были проведены исследования влияния присоединенных атомов кислорода и водорода на проводимость нанолент [14]. Также теоретически было исследовано влияние атомов кислорода, присоединенных к краям нанолент [15]. В данных работах рассматривали только периодически-упорядоченные структуры. В работе [16] изучали влияние хаотически расположенных эпоксидных групп на проводимость графеновых нанолент с краем типа "кресло" с позиции увеличения значения запрещенной зоны, авторами было рассмотрено большое число конфигураций, исследуемые характеристики усредняли. Аналогичных расчетов для нанолент с зигзагообразным краем не проводили.

Цель данной работы — исследование влияния оксидирования на проводимость графеновых нанолент с зигзагообразным краем, в частности рассмотрение вопроса о возможности одновременного создания вблизи уровня Ферми участков низкой и высокой проводимости в функции пропускания. В работе исследуется влияние ширины и длины оксидированного участка нанолент на проводимость. Были рассмотрены наноленты, ширина которых составляла 5 (5ZGNR), 7 (7ZGNR), 11 (11ZGNR) и 15 (15ZGNR) гексагонов.

Метод моделирования

Исследования проводили в рамках матричного метода неравновесных функций Грина (НРФГ) в формализме Ландауэра-Буттикера [17]. В рамках данного метода функция пропускания T(E) определяет число каналов проводимости на единицу энергии для исследуемого объекта с учетом его взаимодействия с контактами. Проводимость одного канала составляет величину $G_0 = e^2/h$, которая представляет собой квант проводимости. Значение этой величины нужно удваивать, если в расчетах явно не учитывается спиновое взаимодействие. В случае двухтерминального устройства (подсоединенного к двум контактам) функция пропускания исследуемого объекта вычисляется по формуле

$$T(E) = Tr(G(E)\Gamma_L(E)G^*(E)\Gamma_R(E)), \qquad (2)$$

где

$$G(E) = [S_M E^+ - H_M - \Sigma_L(E) - \Sigma_R(E)]^{-1}; \quad (3)$$

$$\Gamma_{\{L, R\}} = i[\Sigma_{\{L, R\}} - \Sigma_{\{L, R\}}]; \tag{4}$$

G(E) — запаздывающая функция Грина исследуемого объекта с учетом его взаимодействия с контактами; Г_{L, R} — так называемые матрицы уширения энергетических уровней. В формуле (3) H_M гамильтониан исследуемого объекта; S_M — матрица перекрываний базисных функций. В формулах (3) и (4) $\Sigma_{\{L, R\}}(E)$ — собственно-энергетические функции контактов, описывающие взаимодействие исследуемого объекта с контактами и определяемые следующими формулами:

$$\Sigma_{\{L, R\}}(E) = (s_{\{L, R\}}^* E^+ - \tau_{\{L, R\}}^*) \times g_{\{L, R\}}^S(E)(s_{\{L, R\}}E^+ - \tau_{\{L, R\}}),$$
(5)

где $\tau_{\{L, R\}}$ — матрицы энергии взаимодействия исследуемого объекта и контактов; $s_{\{L, R\}}$ — соответствующие матрицы перекрываний базисных функций; $g_{\{L, R\}}^{S}(E)$ — поверхностные функции Грина контактов, которые описывают участки контактов, непосредственно взаимодействующие с исследуемым объектом. В методе НРФГ обычно подразумевается, что контакты являются полубесконечными, т.е. могут быть представлены в виде бесконечной серии пронумерованных сегментов, называемых принципиальными слоями. Между функциями Грина сегментов имеет место рекуррентное соотношение

$$g^{i}(E) = (S_{ii}E - H_{ii} - (S_{ii+1}^{*}E - H_{ii+1}^{*})g^{i+1}(E) \times (S_{ii+1}^{*}E - H_{ii+1}^{*}))^{-1},$$
(6)

где *i* определяет номер принципиального слоя, причем $g_{\{L,R\}}^{S}(E) = g_{\{L,R\}}^{0}(E)$. Матрицы S_{ij} , H_{ij} имеют тот же смысл, что и соответствующие матрицы, описывающие исследуемый объект и его взаимодействие с контактами, индексы соответствуют номерам сегментов. В случае, когда сегменты идентичны, соотношение (6) эффективно разрешается с помощью итерационной процедуры, предложенной в работе [18].

В данной работе все перечисленные матрицы вычислялись в рамках полуэмпирического метода SCC-DFTB [19, 20]. В исследовании материалов на базе графена метод SCC-DFTB является очень хорошим компромиссом между точностью, сравнимой с классическим методом DFT, и скоростью вычислений [21]. Благодаря использованию алгоритма Слэтера—Костера [22] в методе SCC-DFTB значительно упрощается процедура вычисления матриц взаимодействия, поскольку вычисление интегралов осуществляется на основе эмпирических зависимостей. В данной работе была использована параметризация метода SCC-DFTB **pbc-0-3** [24, 25], предназначенная для вычисления электронных свойств кристаллических структур и поверхностей. Моделирование влияния эпоксидных групп на проводимость графеновых нанолент осуществляли в три этапа. На первом этапе вычислялись зонная структура, плотность электронных состояний и функция пропускания для каждого из рассматриваемых типов нанолент, имеющих идеальную периодическую структуру.

На втором этапе с помощью генератора случайных чисел атомы кислорода располагались над поверхностью участка графеновой наноленты определенной длины, после чего осуществлялась оптимизация геометрии оксидированных участков в рамках метода SCC-DFTB с помощью программы DFTB + [25]. Термодинамическая устойчивость и энергетические характеристики таких конфигураций ранее были рассмотрены нами в работе [26]. Атомы кислорода распределялись равномерно из расчета распределения в среднем одной эпоксидной группы на 2,5 нм длины. Таким образом, число эпоксидных групп было одинаковым для всех нанолент при одинаковой длине оксидированного участка.

На третьем этапе оксидированный участок разбивался на сегменты длиной 2,5 нм. Вычислялась функция пропускания центрального сегмента по формуле (2) в программе Kvazar [27]. Полубесконечные контакты состояли из оксидированного участка конечной длины и полубесконечного участка идеальной графеновой наноленты (рис. 1). Для каждого из рассматриваемых типов лент и длин оксидированного участка ге-

нерировалось 10 различных конфигураций. Полученные функции пропускания усредняли.

Результаты

На рис. 2 приведены функция пропускания, плотность электронных состояний и зонная диаграмма для двух случаев: наименьшей (5ZGNR) и наибольшей ширины нанолент (15ZGNR). Анализ полученных зависимостей показывает следующие закономерности.

1. У каждой из представленных структур наблюдается пик плотности состояний на уровне Ферми,



Рис. 1. Схема подсоединения оксидированного участка графеновой наноленты к полубесконечным контактам: A — исследуемый участок; B — оксидированные участки контактов; C — части контактов

Fig. 1. Circuit of connection of the oxidized site of a graphene nanoribbon to the semi-infinite contacts: A— investigated site; B— oxidized sites of contacts; C— parts of contacts



Рис. 2. Функция пропускания, зонная структура и плотность электронных состояний для идеальных нанолент шириной 5 и 15 гексагон

Fig. 2. Transmission function, band structure and density of the electronic states for ideal nanoribbons with the width of 5 and 15 hexagons

а также дополнительный пик в плотности состояний в валентной зоне вблизи уровня Ферми. Между данными пиками наблюдается слияние подзон, близких к уровню Ферми.

2. На обозначенном интервале энергий каждый из рассматриваемых объектов имеет три канала проводимости. Число каналов проводимости совпадает с числом подзон на данном уровне энергии. Следует отметить, что с увеличением ширины наноленты увеличивается также и ширина описываемого интервала (0,04, 0,05, 0,08, 0,11 эВ соответственно), что говорит об увеличении проводимости



Рис. 3. Зависимость функции пропускания от длины оксидированного участка для различных графеновых нанолент. Буквами А, В, С обозначены участки падения проводимости

Fig. 3. Dependence of the transmission function on the length of the oxidized site for various graphene nanoribbons. A, B, C designate the sites of declining conductivity

при низком напряжении с увеличением ширины нанолент с зигзагообразным краем.

3. С увеличением ширины происходит повышение уровня Ферми нанолент (-4,84, -4,82, -4,79, -4,76 эВ).

На рис. 3 показана зависимость функции пропускания от длины оксидированного участка нанолент. У нанолент, ширина которых составляет менее 11 гексагон, имеется щель проводимости в валентной зоне вблизи уровня Ферми (обозначено буквой А на рис. 3), ширина щели слабо зависит от длины оксидированного участка и уменьшается с увеличением ширины наноленты таким образом, что уже для наноленты шириной 11 гексагон значение проводимости не опускается до нулевого значения. Кроме того, было обнаружено, что для всех рассмотренных случаев с увеличением длины нанолент появляется щель проводимости в зоне проводимости вблизи уровня Ферми (обозначено буквой В на рис. 3). Ширина этой щели уменьшается от 0,3 эВ для узкой наноленты (5 гексагон) до

0,05 эВ для широкой наноленты (15 гексагон). Пик проводимости вблизи уровня Ферми полностью исчезает даже при наличии единственной эпоксидной группы для нанолент, ширина которых составляет менее 11 гексагон. Дальнейший анализ показывает, что при увеличении длины оксидированного участка пик проводимости пропадает и для наноленты шириной 11 гексагон (при концентрации эпоксидных групп в одну на каждые 2,5 нм оксидированного участка). При длине оксидированного участка 50 нм для наноленты шириной 15 гексагон обнаруживается как участок низкой проводимости вблизи уровня Ферми, составляющий 0,05 эВ, так и пик проводимости на уровне Ферми (составляющий приблизительно один канал проводимости на электронвольт). Дополнительные расчеты показывают, что при увеличении концентрации эпоксидных групп до трех на 2,5 нм длины пик на уровне Ферми полностью исчезает по мере увеличения длины оксидированного участка до 50 нм. Падение проводимости при оксидировании происходит асимметрично, в зоне проводимости наблюдается большее уменьшение проводимости, чем в валентной зоне, что также обнаружилось для нанолент с краем типа "кресло" в работе [16].

Заключение

Наши вычисления показывают, что для нанолент с зигзагообразным краем, ширина которых составляет менее 15 гексагон, обнаруживается щель проводимости в валентной зоне. Ее ширина уменьшается с увеличением ширины нанолент. Пик проводимости для нанолент шириной менее 11 гексагон полностью исчезает даже при наличии единственной эпоксидной группы на поверхности ленты. При увеличении длины оксидированного участка до 50 нм появляется щель проводимости в зоне проводимости. Для наноленты шириной 15 гексагон пик проводимости сохраняется при длине оксидированного участка 50 нм и концентрации эпоксидных групп, оцениваемых отношением $C/O \approx 350$. Сопротивление наноленты в данном случае приблизительно в 3 раза выше, чем для идеальной наноленты. Расстояние между пиком функции пропускания и серединой щели проводимости составляет приблизительно 0,1 эВ, поэтому переключающий эффект можно ожидать при напряжении затвора 0,1 В. Таким образом, показана принципиальная возможность создания участка нулевой проводимости с сохранением пика проводимости для оксидированных зигзагообразных нанолент.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант офи_м № 15-29-01025).

Список литературы

1. Atanasov V., Saxena A. Tuning the electronic properties of corrugated graphene: Confinement, curvature, and band-gap opening // Phys. Rev. B. 2010. Vol. 81. P. 205409.

2. Pereira V. M., Castro N. A. H., Peres N. M. R. Tightbinding approach to uniaxial strain in graphene // Phys. Rev. B. 2009. Vol. 80. P. 045401.

3. Liu B., Reddy C. D., Jiang J., Baimova J. A., Dmitriev S. V., Nazarov A. A., Zhou K. Morphology and in-plane thermal conductivity of hybrid graphene sheets // Applied Physics Letters. 2012. Vol. 101. P. 211909.

4. Withers F., Russo S., Dubois M., Dubois M., Craciun M. Tuning the electronic transport properties of graphene through functionalisation with fluorine // Nanoscale Res Lett. 2011. Vol. 6. P. 526.

5. Acik M., Chabal Y. J. A Review on Thermal Exfoliation of Graphene Oxide // Journal of Materials Science Research. 2013. Vol. 2. P. 101–112.

6. **Pei S., Cheng H.-M.** The reduction of graphene oxide // Carbon. 2012. Vol. 50. P. 3210–3228.

7. Eda G., Mattevi C., Yamaguchi H., Kim H., Chhowalla M. Insulator to Semimetal Transition in Graphene Oxide // J. Phys. Chem. C. 2009. Vol. 113. P. 15768–15771. 8. Gomez-Navarro C., Weitz R. T., Bittner A. M., Scolari M., Mews A., Burghard M., Kern K. Electronic Transport Properties of Individual Chemically Reduced Graphene Oxide Sheets // Nano Lett. 2007. Vol. 7. P. 3499–3503.

9. Punck C., Muckel F., Wolff S., Aksay I. A., Chavarin C. A., Bacher G., Mertin W. The effect of degree of reduction on the electrical properties of functionalized graphene sheets // Appl. Phys. Lett. 2013. Vol. 102. P. 023114.

10. Kobayashia Y, Kusakabeb K., Fukuia K., Enokia T. STM/STS observation of peculiar electronic states at graphite edges // Phys. E: Low Dimens. Syst. Nanostruct. 2006. Vol. 34. P. 678.

11. Katkov V., Osipov V. Planar graphene tunnel field-effect transistor // Appl. Phys. Lett. 2014. Vol. 104. P. 053102.

12. Celis A., Nair M. N., Taleb-Ibrahimi A., Conrad E. H., Berger C., Heer W. A., Tejeda A. Graphene nanoribbons: fabrication, properties and devices // J. Phys. D: Appl. Phys. 2016. Vol. 49. P. 143001.

13. Zhang C. X., He C., Yu Z., Zhang K. W., Sun L. Z., Zhong J. Transport Properties of Zigzag Graphene Nanoribbons Decorated by Carboxyl Group Chains // J. Phys. Chem. C. 2011. Vol. 115. P. 21893.

14. **Cao C., Chen L., Huang W., Xu H.** Electronic Transport of Zigzag Graphene Nanoribbons with Edge Hydrogenation and Oxidation // The Open Chemical Physics Journal. 2012. Vol. 4. P. 1–7.

15. Kan Z., Nelson C., Khatun M. Quantum conductance of zigzag graphene oxide nanoribbons // Journal of Applied Physics. 2014. Vol. 115, P. 153704.

16. Cresti A., Lopez-Bezanilla A., Ordejon P., Roche S. Surface functionalization of graphene nanoribbons for transport gap engineering // ACS Nano. 2011. Vol. 5. P. 9271–9277.

17. **Datta S.** Quantum Transport: Atom to Transistor. Cambridge University Press. Cambridge. 2005.

18. Sancho M. P L., Sancho J. M. L., Rubio J. Highly convergent schemes for the calculation of bulk and surface Green functions // Journal of Physics F: Metal Physics. 1985. Vol. 15. P. 851-858.

19. Elstner M., Porezag D., Jungnickel G., Elsner J., Haugk M., Frauenheim Th., Suhai S., Seifert G. Self-consistent-charge density-functional tight-binding method for simulations of complex materials properties // Phys. Rev. B. 1998. Vol. 58. P. 7260—7268.

20. Pecchia A., Penazzil G., Salvucci L., Di Carlo A. Nonequilibrium Greens functions in density functional tight binding: method and applications // New Journal of Physics. 2008. 10, 065022.

21. Zobelli A., Ivanovskaya V. V., Wagner P., Suarez-Martinez I., Yaya A., Ewels C. P. A comparative study of density functional and density functional tight binding calculations of defects in graphene // Phys. Status Solidi B. 2012. Vol. 249. P. 276–282.

22. **Papaconstantopoulos D. A., Mehl M. J.** The Slater–Koster tight-binding method: a computationally efficient and accurate approach // J. Phys.: Condens. Matter. 2003. Vol. 15. P. R413–R440.

23. Koehler C., Frauenheim Th. Molecular dynamics simulations of CFx (x = 2, 3) molecules at Si₃N₄ and SiO₂ surfaces // Surf. Sci. 2003. Vol. 600. P. 453–460.

24. Koehler C., Seifert G., Frauenheim Th. Density functional based caculations for Fe_n ($n \le 32$) // Chem. Phys. 2005. Vol. 309. P. 23-31.

25. Aradi B., Hourahine B., Frauenheim T. DFTB+, a sparse matrix-based implementation of the DFTB method // The journal of physical chemistry. A. 2007. Vol. 111. P. 5678–5684.

26. **Shunaev V. V., Glukhova O. E.** Topology Influence on the Process of Graphene Functionalization by Epoxy and Hydroxyl Groups // J. Phys. Chem. C. 2016. Vol. 120. P. 4145–4149. 27. http://nanokvazar.ru/

O. E. Gluhova, D. Sc., Professor, glukhovaoe@info.sgu.ru, **G. V. Savostyanov**, Postgraduate Student, Saratov National Research State University named after N. G. Chernyshevsky

Corresponding author:

Gluhova Olga E., D. Sc., Professor, Saratov National Research State University named after N. G. Chernyshevsky, Saratov, 410600, glukhovaoe@info.sgu.ru

Transport Properties of the Oxidized Graphene Nanoribbons with a Zigzag Edge: Influence of the Epoxy Groups

Received on February 21, 2017 Accepted on Marche 13, 2017

The articles presents the results of the numerical modeling of the transport properties of the oxidized graphene nanoribbons within the framework of the nonequilibrium Green function method. The influence of attachment of the epoxy groups to the surface of the graphene nanoribbons with a zigzag edge was investigated. The critical width was found, for which the presence of even individual epoxy groups leads to a complete disappearance of the peak of conductivity at Fermi level, typical for the nanoribbons with a zigzag edge. A basic possibility was demonstrated for creation of a site of a zero conductivity for the oxidized graphene zigzag nanoribbons in the conduction band with preservation of the peak of conductivity at Fermi level.

Keywords: graphene oxide, restored graphene oxide, graphene nanoribbons, conductivity, energy gap, quantum transport, coherent transport, nonequilibrium Green function method

For citation:

Gluhova O. E., **Savostyanov G. V.** Transport Properties of the Oxidized Graphene Nanoribbons with a Zigzag Edge: Influence of the Epoxy Groups, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, vol. 19, no. 7, pp. 387–394. DOI: 10.17587/nmst.19.387-394

Introduction

The unique properties of graphene and its derivatives, graphene nanoribbons, in particular, are the reason for its studying as a promising material for nanoelectronics. Among the problems facing the experimenters are creation of the structures with a low content of defects and impurities, discovery of a reliable way for control of their properties, in particular, creation of an energy gap. Control of the properties of the graphene-based materials can be implemented in various ways: corrugating [1], deformation [2], functionalization of the atoms of various elements [3, 4].

One of the methods for obtaining of graphene is chemical scaling [5], during the use of which the graphene oxide (GO) is formed, which is cleaned subsequently [6]. At that, the end-product is the restored graphene oxide (rGO), which inevitably contains a certain percent of impurities of the epoxy and hydroxyl groups located chaotically in different sites of the graphene sheet [6]. Conductivity of the graphene oxide depends on the concentration of the atoms of oxygen. Presence of the epoxy and hydroxyl groups, chaotically located on the surface of the graphene, leads to occurrence of an energy gap and a change of the type of conductivity [7]. Besides that, the mobility of the charge carriers [8, 9] worsens considerably.

In [10] it is demonstrated that the electronic states are localized on the zigzag edges of the graphene. In [11] a model of the tunnel field-effect transistor with a strongly expressed switching effect is offered, which is due to the presence of the edge states. It is possible to assume, that the structures based on the restored graphene oxide, which have zigzag edges, may be characterized by a high mobility of the charge carriers due to the edge states, and also by the presence of the energy gap, the size of which depends on the concentration of the atoms of oxygen. In aggregate, these two factors can produce a nonlinear voltage-current characteristic, which can be controlled by means of a gate, which is essential for designing of the nanoelectronic devices. The graphene nanoribbons with zigzag edges fit the description of such structures. Now, there are various ways for creation of the graphene nanoribbons [12]. Calculations show, that faultless, pure nanoribbons will have a peak of density of the electronic states at Fermi level, but they will not have an energy gap.

The question of the influence of the hydroxide groups on the conductivity of the graphene nanoribbons was considered in the work [13]. Research was carried out of the influence of the attached atoms of oxygen and hydrogen on the conductivity of the nanoribbons [14]. Also the influence of the atoms of oxygen attached to the edges of the nanoribbons [15] was investigated theoretically. But only periodically-ordered structures were considered in them. In [16] the authors studied the influence of the chaotically located epoxy groups on the conductivity of the graphene nanoribbons with the edges of "the armchair" type from the position of increasing of the energy gap. The authors considered a big number of configurations and averaged the investigated characteristics. Similar calculations for the nanoribbons with the zigzag edges were not done.

The aim of the work is research of the influence of oxidation on the conductivity of the graphene nanoribbons with the zigzag edges, in particular, consideration of the question of feasibility of a simultaneous creation of the sites of low and high conductivity in the transmission function near Fermi level. The work presents studies of the influence of the width and length of an oxidized site of the nanoribbons on the conductivity. The nanoribbons with the widths of 5 (5ZGNR), 7 (7ZGNR), 11 (11ZGNR) and 15 (15ZGNR) hexagons were considered.

Modeling method

The research was done within the framework of the matrix method of nonequilibrium Green functions (NEGF) in Landauer-B_bttiker formalism [17]. Within the framework of the method the transmission function T(E) determines the

number of the channels of conductivity per energy unit for the investigated object, taking into account its interaction with the contacts. Conductivity of one channel equals to $G_0 = e^2/h$, which is a quantum of conductivity. If the calculations do not take into account the spin interaction, the value should be doubled. In case of a two-terminal device (connected to two contacts) the transmission function of the investigated object is calculated under the following formula

$$T(E) = Tr(G(E)\Gamma_L(E)G^*(E)\Gamma_R(E)), \qquad (2)$$

where

$$G(E) = [S_M E^+ - H_M - \Sigma_L(E) - \Sigma_R(E)]^{-1};$$
(3)

$$\Gamma_{\{L, R\}} = i[\Sigma_{\{L, R\}} - \Sigma_{\{L, R\}}];$$
(4)

G(E) — retarded Green function of the investigated object, with account of its interaction with contacts; $\Gamma_{L, R}$ — socalled matrixes for broadening of the energy levels. In formula (3) H_M — Hamiltonian of the investigated object; S_M — matrix of overlapping of the basic functions. In formulas (3) and (4) $\Sigma_{\{L, R\}}(E)$ — the self-energy functions of the contacts, describing interaction of the investigated object with the contacts and determined by the formulas:

$$\Sigma_{\{L, R\}}(E) = (s_{\{L, R\}}^* E^+ - \tau_{\{L, R\}}^*) \times g_{\{L, R\}}^S (E)(s_{\{L, R\}} E^+ - \tau_{\{L, R\}}),$$
(5)

where $\tau_{\{L, R\}}$ — matrixes of the energy of interaction of the investigated object and the contacts; $s_{\{L, R\}}$ — corresponding matrixes for overlapping of the basic functions; $g_{\{L, R\}}^{S}(E)$ — Green's surface functions of the contacts, which describe the sites of the contacts directly interacting with the investigated object. NEGF method usually assumes that the contacts are semi-infinite, i.e. they can be presented in the form of an infinite series of the numbered segments dubbed as the basic layers. Between Green's functions of segments a recurrent correlation takes place:

$$g^{i}(E) = (S_{ii}E - H_{ii} - (S_{ii+1}^{*}E - H_{ii+1}^{*})g^{i+1}(E) \times (S_{ii+1}^{*}E - H_{ii+1}^{*}))^{-1},$$
(6)

where *i* designates the number of a basic layer, at that, $g_{\{L,R\}}^{S}(E) = g_{\{L,R\}}^{0}(E)$. Matrixes of S_{ij} , H_{ij} have the same sense, as the corresponding matrixes describing the investigated object and its interaction with the contacts, the indexes correspond to the numbers of the segments. In a case, when the segments are identical, the correlation (6) is solved effectively by means of the iterative procedure offered in [18].

In the given work the presented matrixes were calculated within the framework of SCC-DFTB semi-empirical method [19–20]. In the research of the materials based on graphene the SCC-DFTB method is a good compromise between the accuracy, comparable with the classical DFT method, and the speed of calculations [21]. Thanks to the use of Slater-Koster algorithm [22] in SCC-DFTB method the procedure for calculation of the interaction matrixes is simplified considerably, because calculation of the integrals is carried out on the basis of the empirical dependences. The given work employs parametrization of SCC-DFTB **pbc-0-3** method [24, 25], intended for calculation of the electronic properties of the crystal structures and surfaces.

Modeling of the influence of the epoxy groups on the conductivity of the graphene nanoribbons was carried out in three stages. At the first stage the band structure, the density of the electronic states and the transmission function were calculated for each of the considered types of the nanoribbons having an ideal periodic structure.

At the second stage by means of a generator of random numbers the atoms of oxygen were placed over the surface of the site of the graphene nanoribbons of a certain length, then the geometry optimization of the oxidized sites was carried out within the framework of SCC-DFTB method by means of DFTB+ program [25]. We considered the thermodynamic stability and the power characteristics of such configurations earlier, in [26]. The atoms of oxygen were distributed evenly, on the average, at the rate of distribution of one epoxy group per 2.5 nm of the length. Thus, the number of the epoxy groups was the same for all the nanoribbons at an identical length of the oxidized site.

At the third stage the oxidized site was broken into 2.5nmlong segments. The transmission function of the central segment was calculated under the formula (2) in Kvazar program [27]. The semi-infinite contacts consisted of an oxidized site of the final length and a semi-infinite site of an ideal graphene nanoribbon (fig. 1). For each of the considered types of ribbons and lengths of the oxidized site ten various configurations were generated. The received transmission functions were averaged. They are translated to semi-infinity.

Results

Fig. 2 presents the transmission function, the density of the electronic states and the band diagram for two cases: for the least (5ZGNR) and for the greatest (15ZGNR) widths of the nanoribbons. An analysis of the received dependences demonstrates the following regularities.

1. Each of the presented structures has the peak of the density of states at Fermi level, and also an additional peak in the density of states in the valence band near Fermi level. Between the given peaks a merge of the subbands, close to the level of Fermi, is observed.

2. In the designated interval of energies each of the considered objects has three channels of conductivity, the number of which coincides with the number of the subbands at the given level of energy. It is necessary to point out, that with an increase of the width of the nanoribbons, the width of the described interval (0.04 eV, 0.05 eV, 0.08 eV, 0.11 eV) also increases, which testifies to a conductivity increase at a low voltage with an increase of the width of the zigzag-edge nanoribbons.

3. The growth of the width is accompanied by an increase of the Fermi level of the nanoribbons (-4.84 eV, -4.82 eV, -4.79 eV, -4.76 eV).

Fig. 3 presents the dependence of the transmission function on the length of the oxidized site of the nanoribbons. The nanoribbons, the width of which is less than 11 hexagon have a conductivity gap in the valence band near Fermi level (letter A in fig. 3), the width of the gap only slightly depends on the length of the oxidized site and decreases with an increase of the width of a nanoribbon in such a manner that already for a nanoribbon with the width of 11 hexagon the conductivity does not fall down to the zero value. Besides, it was revealed, that for all the considered cases with an increase of the length of the nanoribbons a conductivity gap appears in the conduction band near Fermi level (letter B in fig. 3). The width of this gap decreases from 0.3 eV for a narrow nanoribbon (5 hexagon), down to 0.05 eV for a wide nanoribbon (15 hexagon). The peak of conductivity near Fermi level com-

pletely disappears even in the presence of the only epoxy group for the nanoribbons, the width of which is less than 11 hexagon. The further analysis shows, that in case of an increase of the length of the oxidized site the conductivity peak vanishes also for a nanoribbon with the width of 11 hexagon (at the concentration of the epoxy groups in one per each 2.5 nm of the oxidized site). At the length of the oxidized site of 50 nm, for a nanoribbon with the width of 15 hexagon a site of a low conductivity is found near Fermi level, equal to 0.05 eV, and a peak of conductivity at Fermi level (approximately one channel of conductivity per electron-volt). Additional calculations show, that in case of an increase of the concentration of the epoxy groups up to three per 2.5 nm of the length, the peak at Fermi level disappears completely in the process of increase of the length of the oxidized site up to 50 nm. During oxidation the decline of the conductivity occurs asymmetrically, a greater reduction of the conductivity is observed in the conduction band, than in the valence band, which was revealed for the nanoribbons with the edge of "the armchair" type [16].

Conclusion

Our calculations show, that for the nanoribbons with the zigzag edge, the width of which is less than 15 hexagon, a conductivity gap is found in the valence band. Its width decreases with an increase of the width of the nanoribbons. For the nanoribbons with the width less than 11 hexagon the peak of conductivity disappears completely even in the presence of a single epoxy group on a ribbon's surface. At an increase of the length of the oxidized site up to 50 nm a conductivity gap appears in the conduction band. For a nanoribbon with the width of 15 hexagon the conductivity peak remains at the length of the oxidized site of 50 nm and concentration of the epoxy groups estimated by the correlation of C/O \approx 350. In this case the resistance of a nanoribbon is approximately 3 times higher, than for an ideal nanoribbon. The distance between the peak of the transmission function and the middle of the conductivity gap is approximately 0.1 eV, therefore, a switching effect can be expected at the gate voltage of 0.1 V. That proves a principle feasibility of creation of a site of the zero conductivity with preservation of the peak of conductivity for the oxidized zigzag nanoribbons.

The work was done with support of the Russian Foundation for Basic Research (grant N_{0} 15-29-01025).

References

1. Atanasov V., Saxena A. Tuning the electronic properties of corrugated graphene: Confinement, curvature, and band-gap opening, *Phys. Rev. B.*, 2010, vol. 81, p. 205409.

2. Pereira V. M., Castro N. A. H., Peres N. M. R. Tightbinding approach to uniaxial strain in graphene, *Phys. Rev. B.*, 2009, vol. 80, p. 045401.

3. Liu B., Reddy C. D., Jiang J., Baimova J. A., Dmitriev S. V., Nazarov A. A., Zhou K. Morphology and in-plane thermal conductivity of hybrid graphene sheets, *Applied Physics Letters*, 2012, vol. 101, p. 211909.

4. Withers F., Russo S., Dubois M., Dubois M., Craciun M. Tuning the electronic transport properties of graphene through functionalisation with fluorine, *Nanoscale Res Lett.*, 2011, vol. 6, p. 526.

5. Acik M., Chabal Y. J. A Review on Thermal Exfoliation of Graphene Oxide, *Journal of Materials Science Research*, 2013, vol. 2, pp. 101–112.

6. **Pei S., Cheng H.-M.** The reduction of graphene oxide, *Carbon*, 2012, vol. 50, pp. 3210–3228.

7. Eda G., Mattevi C., Yamaguchi H., Kim H., Chhowalla M. Insulator to Semimetal Transition in Graphene Oxide, *J. Phys. Chem. C.*, 2009, vol. 113, pp. 15768–15771.

8. Gomez-Navarro C., Weitz R. T., Bittner A. M., Scolari M., Mews A., Burghard M., Kern K. Electronic Transport Properties of Individual Chemically Reduced Graphene Oxide Sheets, *Nano Lett.*, 2007, vol. 7, pp. 3499–3503.

9. Punck C., Muckel F., Wolff S., Aksay I. A., Chavarin C. A., Bacher G., Mertin W. The effect of degree of reduction on the electrical properties of functionalized graphene sheets, *Appl. Phys. Lett.*, 2013, vol. 102, p. 023114.

10. Kobayashia Y., Kusakabeb K., Fukuia K., Enokia T. STM/STS observation of peculiar electronic states at graphite edges, *Phys. E: Low Dimens. Syst. Nanostruct.*, 2006, vol. 34, p. 678.

11. Katkov V., Osipov V. Planar graphene tunnel field-effect transistor, *Appl. Phys. Lett.*, 2014, vol. 104, p. 053102.

12. Celis A., Nair M. N., Taleb-Ibrahimi A., Conrad E. H., Berger C., Heer W. A., Tejeda A. Graphene nanoribbons: fabrication, properties and devices, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2016, vol. 49. P. 143001.

13. Zhang C. X., He C., Yu Z., Zhang K. W., Sun L. Z., Zhong J. Transport Properties of Zigzag Graphene Nanoribbons Decorated by Carboxyl Group Chains, *J. Phys. Chem. C.*, 2011, vol. 115. P. 21893.

14. Cao C., Chen L., Huang W., Xu H. Electronic Transport of Zigzag Graphene Nanoribbons with Edge Hydrogenation and Oxidation, *The Open Chemical Physics Journal*, 2012, vol. 4, pp. 1–7.

15. Kan Z., Nelson C., Khatun M. Quantum conductance of zigzag graphene oxide nanoribbons, *Journal of Applied Physics*, 2014, vol. 115, p. 153704.

16. **Cresti A., Lopez-Bezanilla A., Ordejon P., Roche S.** Surface functionalization of graphene nanoribbons for transport gap engineering, *ACS Nano*, 2011, vol. 5, pp. 9271–9277.

17. Datta S. Quantum Transport: Atom to Transistor, Cambridge University, Press. Cambridge, 2005.

18. Sancho M. P L., Sancho J. M. L., Rubio J. Highly convergent schemes for the calculation of bulk and surface Green functions, *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1985, vol. 15, pp. 851–858.

19. Elstner M., Porezag D., Jungnickel G., Elsner J., Haugk M., Frauenheim Th., Suhai S., Seifert G. Self-consistent-charge density-functional tight-binding method for simulations of complex materials properties, *Phys. Rev. B.*, 1998, vol. 58, pp. 7260–7268.

20. Pecchia A., Penazzi1 G., Salvucci L., Di Carlo A. Nonequilibrium Greens functions in density functional tight binding: method and applications, *New Journal of Physics*, 2008, no. 10, p. 065022.

21. Zobelli A., Ivanovskaya V. V., Wagner P., Suarez-Martinez I., Yaya A., Ewels C. P. A comparative study of density functional and density functional tight binding calculations of defects in graphene, *Phys. Status Solidi B.*, 2012, vol. 249, pp. 276–282.

22. **Papaconstantopoulos D. A., Mehl M. J.** The Slater–Koster tight-binding method: a computationally efficient and accurate approach, *J. Phys.: Condens. Matter.*, 2003, vol. 15, pp. R413–R440.

23. Koehler C., Frauenheim Th. Molecular dynamics simulations of CFx (x = 2, 3) molecules at Si₃N₄ and SiO₂ surfaces, *Surf. Sci.*, 2003, vol. 600, pp. 453–460.

24. Koehler C., Seifert G., Frauenheim Th. Density functional based caculations for Fe_n ($n \le 32$), *Chem. Phys.*, 2005, vol. 309, pp. 23–31.

25. Aradi B., Hourahine B., Frauenheim T. DFTB+, a sparse matrix-based implementation of the DFTB method, *The journal of physical chemistry*. *A.*, 2007, vol. 111, pp. 5678–5684.

26. **Shunaev V. V., Glukhova O. E.** Topology Influence on the Process of Graphene Functionalization by Epoxy and Hydroxyl Groups, *J. Phys. Chem. C.*, 2016, vol. 120, pp. 4145–4149. 27. http://nanokvazar.ru/

С. В. Булярский, д-р физ.-мат. наук, проф., нач. лаб., e-mail: bulyar2954@mail.ru,

А. А. Дудин, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр., А. П. Орлов, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр.,

А. А. Павлов, канд. техн. наук, зам. дир.,

Институт нанотехнологий микроэлектроники, г. Москва,

А. А. Шаманаев, мл. науч. сотр.,

НПК "Технологический Центр", г. Москва, г. Зеленоград,

В. Л. Леонтьев, д-р физ.-мат. наук, доц.,

Ульяновский государственный университет

РЕЗОНАНС УГЛЕРОДНОЙ НАНОТРУБКИ С ТОКОМ В ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ

Поступила в редакцию 16.02.2017

В углеродной нанотрубке, в которой протекает постоянный эмиссионный ток, возникают механические колебания, когда она находится в переменном электромагнитном поле. Колебания вызывают появление в нанотрубке переменного тока, который испытывает резонанс при определенной частоте электромагнитного поля. Частота резонанса зависит от значения напряжения, приложенного для возникновения эмиссионного тока. Частотой резонанса можно управлять, изменяя это напряжение. В работе проведен расчет колебаний нанотрубки и показано, что при малых аспектных отношениях частоту резонанса можно сдвинуть в терагерцовый диапазон.

Ключевые слова: углеродные нанотрубки, эмиссия электронов, колебания, резонанс

Углеродные нанотрубки (УНТ) имеют распределенные по длине кинетическую индуктивность и квантовую емкость. Они ведут себя как колебательный контур и обладают свойством поглощения и испускания электромагнитного излучения [1, 2]. Эта способность нанотрубок проявляется в широком диапазоне длин волн от радиочастотного до оптического. Поэтому можно использовать УНТ для создания приемно-передающих устройств [1, 2], в том числе путем создания ректенн. Контакт углеродной нанотрубки с металлом катализатора выпрямляет [3] электрический ток, поэтому нанотрубка представляет собой наноантенну, интегрированную с детектором излучения. Такие устройства наноэлектроники и называют ректеннами [4].

Применение углеродных нанотрубок в радиоустройствах требует глубокого понимания природы физических свойств этих объектов. В данной работе обнаружено экспериментально и описано теоретически физическое явление вынужденных колебаний в электромагнитном поле, являющееся следствием свойств углеродных нанотрубок. Нанотрубка с током, помещенная в электромагнитное поле высокой частоты, начинает колебаться. При определенной частоте электромагнитного поля колебания нанотрубки испытывают резонанс, при этом амплитуда колебаний возрастает. Эти колебания оказывают влияние на автоэлектронную эмиссию с концов углеродных нанотрубок, возбуждая высокочастотный эмиссионный ток. Это явление обусловливает перспективы создания усилителей электромагнитных колебаний, работающих на новых принципах.

Цель данной работы — выявление связи частотных характеристик системы с механическими параметрами нанотрубки. Это позволит определять данные параметры с необходимой точностью для практического использования радиочастотных свойств углеродных нанотрубок.

Экспериментальные результаты. Для исследования частотных характеристик углеродных нанотрубок как элементов наноэлектроники был создан измерительный стенд и разработаны методики измерений вольт-амперных, эмиссионных и амплитудно-частотных характеристик УНТ в высокочастотных электромагнитных полях на базе растрового электронного микроскопа FEI HeliosNanoLab 650 DualBeam с возможностью визуального наблюдения резонансных явлений.

В измерительной системе было задействовано три электрода (рис. 1). К электроду *1* (катоду) кре-



Рис. 1. Изображение исследуемой системы с углеродной нанотрубкой, которая находится в режиме резонанса вынужденных колебаний: 1 — катод с закрепленной нанотрубкой; 2 — анод; 3 — электрод, возбуждающий переменное магнитное поле

Fig. 1. Image of the investigated system with CNT, which is in the mode of resonance of the forced oscillations: 1 - cathode with a fixed nanotube; 2 - anode; 3 - electrode exciting a variable magnetic field



Рис. 2. Экспериментальный частотный спектр колебаний углеродной нанотрубки. Постоянный эмиссионный ток 100 нА Fig. 2. Experimental frequency spectrum of CNT oscillations. Direct emission current of 100 nA



Рис. 3. Зависимость частоты резонанса вынужденных колебаний углеродной нанотрубки от приложенного электрического напряжения между катодом и анодом: эксперимент — точки; сплошная линия — расчет по формулам (1) и (2)

Fig. 3. Dependence of the frequency of resonance of the forced oscillations of CNT on the applied electric voltage between the cathode and the anode: experiment — points; continuous line — calculation under formulas (1) and (2)

пилась углеродная нанотрубка. Электрод 2 (анод) позволял измерять вольт-амперную характеристику, когда нанотрубка его касалась, и эмиссионную характеристику, когда она была отодвинута от электрода 2 на расстояние нескольких нанометров. На электрод 3 подавалось высокочастотное напряжение, которое создавало в измерительном пространстве электромагнитное поле.

На рис. 1 зафиксирован момент резонанса колебаний, когда по цепи электрод 1 — нанотрубка вакуум — электрод 2 протекает постоянный эмиссионный ток значением 100 нА. Ток, текущий через нанотрубку, взаимодействует с окружающим электромагнитным полем, и нанотрубка начинает колебаться. В самой нанотрубке в добавление к постоянному току возникает переменная составляющая тока. На рис. 2 показана амплитудно-частотная характеристика этого переменного тока в указанной выше цепи. Полуширина резонансной кривой составляет около 0,2 МГц, что говорит о достаточно высокой добротности процесса. Частота резонанса зависит от напряжения между электродами 1 и 2 и, соответственно, от значения тока в нанотрубке (рис. 3, точки). Это создает возможность управления приемно-передающими свойствами устройства, использующего обнаруженный эффект.

Обсуждение результатов. На проводник с током, помещенный в магнитное поле, действует сила Ампера. В нашем случае эта сила изменяется с частотой вынуждающего сигнала, создаваемого электродом 3. В системе возникают вынужденные колебания. Для описания этого явления используем математическую модель динамического изгиба УНТ, жестко защемленной на одном конце (x = 0), свободной от кинематических связей на другом конце (x = L) и нагруженной постоянной продольной силой F [5]:

$$EI\frac{\partial^4 W(x,t)}{\partial x^4} - F\frac{\partial^2 W(x,t)}{\partial x^2} + \rho S\frac{\partial^2 W(x,t)}{\partial t^2} = q(x,t); \qquad (1)$$

$$W(0, t) = 0, \quad \frac{\partial W}{\partial x}\Big|_{x=0} = 0,$$
$$\frac{\partial^2 W}{\partial x^2}\Big|_{x=L} = 0, \quad \frac{\partial^3 W}{\partial x^3}\Big|_{x=L} = 0.$$

Здесь W — прогиб УНТ; E — модуль упругости УНТ; I — момент инерции поперечного кольцевого сечения УНТ (d_1 , d_2 — диаметры внутренней и внешней границ сечения); ρ — массовая плотность УНТ; S — площадь поперечного сечения УНТ; q(x, t) — значение поперечной нагрузки, порождаемой электромагнитным полем. Начальные условия не указываются, поскольку исследование модели свелось к анализу свободных колебаний УНТ с указанными граничными условиями.

Для расчета были использованы следующие параметры УНТ: L = 3450 нм, $d_1 = 55$ нм, $d_2 = 57$ нм, $E = 10^{11}$ Па, $\rho = 2,26 \cdot 10^3$ кг/м³. Величина растягивающей УНТ продольной силы *F*, действующей на УНТ и определяемой электрическим напряжением между электродами *I* и *2*, находилась по формуле [6]

$$F = \frac{\varepsilon_0 S_{\Im \Pi} V^2}{2h^2}, \qquad (2)$$

где $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \, \Phi/\text{м}; S_{3\pi} = 1,13 \cdot 10^{-16} \, \text{м}^2; h$ — расстояние между электродом 2 и свободным концом УНТ. Значению V = 110 В соответствует сила $F = 18 \cdot 10^{-10}$ Н. На рис. 3 (сплошная линия) приведена зависимость наименьшей частоты свободных колебаний УНТ от электрического напряжения. Расчет хорошо согласуется с экспериментом. Некоторое расхождение зависимостей, отображенных на рис. 3, имеется в окрестности точки V = 80 В, в которой в эксперименте наблюдается начало процесса эмиссии и, как следствие, увеличение продольной силы, действующей на УНТ. Физический эффект эмиссии в математической модели свободных колебаний УНТ не учитывался. Сравнение экспериментальных и расчетных результатов на рис. 3 показывает, что наблюдаемая зависимость первой гармоники частоты свободных механических колебаний УНТ от продольной силы является причиной зависимости резонансной частоты тока, протекающего по УНТ, от напряжения между электродами 1 и 2.

Моделирование колебаний нанотрубок на основе оболочечной модели в программе ANSYS показало возможность существования резонансных частот до 9 ТГц при малых аспектных отношениях нанотрубки. Для создания таких наноустройств, как показывают построенные здесь оценки, следует стремиться к использованию УНТ, у которых аспектное отношение является минимальным из области возможных (в смысле технической реализации) значений.

Список литературы

1. **Rutherglen C., Burke P.** Carbon Nanotube Radio // Nano Lett., 2007. Vol. 7, No. 11. P. 3296—3299.

2. Jensen K., Weldon J., Garcia H., Zettl A. Nanotube Radio // Nano Lett., 2007. Vol. 7, N. 11. P. 3508-3511.

3. Булярский С. В., Булярская С. А., Вострецова Л. Н., Дудин А. А., Орлов А. П., Павлов А. А., Басаев А. С., Кицюк Е. П., Шаманаев А. А., Шаман Ю. П. Параметры переноса тока контактов металл — углеродные нанотрубки // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 5 (158). С. 3-8.

4. Kempa K., Rybczynski J., Huang Z., Gregorczyk K., Vidan A., Kimball B. Carbon Nanotubes as Optical Antennae // Adv. Mater. 2007. Vol. 19. P. 421–426.

5. **Вибрации** в технике: Справочник. Т. 1 / Ред. В. Н. Челомей. М.: Машиностроение, 1978. 352 с.

6. Yong Zhu, Horacio D. Espinosa Reliability of Capacitive RF MEMS Switches at High and Low Temperatures // Int. J. of RF and Microwave Computer-Aided Eng. 2004. Vol. 14 (4). P. 317–328.

7. **Леонтьев В. Л.** О свободных и вынужденных колебаниях углеродных нанотрубок // XI Всероссийский съезд по фундаментальным проблемам теоретической и прикладной механики: Сб. докладов. Казань, 20—24 августа 2015 г. Казань: Изд-во Казан. ун-та, 2015. С. 2302—2303.

S. V. Bulyarskiy, D. Sc., Professor, Head of Laboratory, bulyar2954@mail.ru, **A. A. Dudin**, Ph. D., Senior Researcher, **A. P. Orlov**, Ph. D., Senior Researcher, **A. A. Pavlov**, Ph. D., Deputy Director, Institute of Nanotechnology of Microelectronics, RAS, Moscow, 119991, Russian Federation, **A. A. Shamanayev**, Junior Researcher,

NPK Technological Centre, Moscow Region, Zelenograd, 124498, Russian Federation,

V. L. Leontiev, D. Sc., Associate Professor

Ulyanovsk State University, Ulyanovsk, 432000, Russian Federation

Corresponding author: **Bulyarskiy Sergey V.,** Professor, Head of Laboratory, Ulyanovsk State University, Ulyanovsk, 432000, Russian Federation, bulyar2954@mail.ru

Resonance of a Carbon Nanotube with a Current in the Electromagnetic Field

Received on February 16, 2017 Accepted on February 28, 2017

The authors present a study of the phenomenon of the forced oscillations in a carbon nanotube, in which emission of a direct current occurs, when it is in an alternating electromagnetic field. The oscillations in a nanotube cause appearance of a direct current, which falls into resonance at a certain frequency of the electromagnetic field. The resonance frequency depends on the magnitude of the voltage, applied for occurrence of the emission current. The resonance frequency can be controlled by changing the voltage. The authors calculated the vibrations of the nanotube and demonstrated that at small aspect correlations the resonance frequency can be shifted into the THz range.

Keywords: carbon nanotubes, emission of electrons, oscillations, resonance

For citation:

Bulyarskiy S. V., Dudin A. A., Orlov A. P., Pavlov A. A., Shamanayev A. A., Leontiev V. L. Resonance of a Carbon Nanotube with a Current in the Electromagnetic Field, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 395–398.

DOI: 10.17587/nmst.19.395-398

The carbon nanotubes (CNT) have the kinetic inductance and quantum capacity distributed by the length. They behave as an oscillatory contour and possess absorption and emission of the electromagnetic radiation [1, 2]. This ability is revealed in the range from the radio-frequency up to the optical wavelengths. Therefore, it is possible to use CNT for development of the transmitting-receiving devices, including rectennas. CNT, when it comes in contact with a catalyst metal, rectifies [3] the electric current, therefore, a nanotube is nanoantenna, integrated with a radiation detector. Such devices are dubbed rectennas [4].

Application of CNT in radio devices demands a deep understanding of the physical properties of those objects. The given work reveals experimentally and describes theoretically the phenomenon of the forced oscillations in the electromagnetic field, which is a consequence of CNT properties. A nanotube with a current, placed in the electromagnetic field of high frequency, begins to oscillate. At a certain frequency of the electromagnetic field, the oscillations of the nanotubes come to the resonance, at that, the amplitude increases. These oscillations influence the autoelectronic emission from the ends of CNT, exciting a high-frequency emission current. This phenomenon opens prospects for development of amplifiers of electromagnetic oscillations working on new principles.

The aim of the given work is to reveal the connections between the frequency characteristics of the system and the mechanical parameters of the nanotubes. This will make it possible to determine the parameters with the necessary accuracy for a practical use of the radio-frequency properties of CNT.

Experimental results. For research of the frequency characteristics of CNT as elements of nanoelectronics an experimental stand was made and methods for measurement of the volt-ampere, emission and amplitude-frequency characteristics of CNT in high-frequency electromagnetic fields were developed on the basis of FEI HeliosNanoLab 650 DualBeam electron microscope with an option of a visual observation of the resonant phenomena.

The measuring system employed three electrodes (fig. 1). CNT was fastened to electrode 1 (cathode). Electrode 2 (anode) allowed to measure the volt-ampere characteristic, when CNT was in contact with it, and the emission characteristic, when it was moved back from electrode 2 at a distance of several nanometers. High-frequency voltage was supplied to electrode 3, which created an electromagnetic field in the measuring space.

Fig. 1 presents the moment of the resonance of oscillations, when direct emission current of 100 nA goes through the circuit of electrode 1 - nanotube - vacuum - electrode 2. The current flowing through CNT interacts with the surrounding electromagnetic field and nanotube starts to fluctuate. In CNT itself, in addition to the direct current, a variable component appears. Fig. 2 presents the amplitude-frequency characteristic of this current in the above circuit. The semiwidth of the resonant curve is about 0.2 MHz, which speaks of a rather high good quality of the process. The frequency of the resonance depends on the voltage between electrodes 1and 2 and, accordingly, on the current in the nanotube (fig. 3, points). This creates a possibility for control of the transmittingreceiving properties of the device using the discovered effect.

Discussion of the results. The conductor with a current placed in the magnetic field is influenced by Ampere force. In our case this force changes with the frequency of the driving signal created by electrode 3. Forced oscillations appear in the system. For description of the phenomenon we will use the mathematical model of a dynamic bend of CNT, rigidly jammed on one end (x = 0), free from the kinematic bonds on other end (x = L) and loaded by the constant longitudinal force *F* [5]:

$$EI\frac{\partial^4 W(x,t)}{\partial x^4} - F\frac{\partial^2 W(x,t)}{\partial x^2} + \rho S\frac{\partial^2 W(x,t)}{\partial t^2} = q(x,t); \quad (1)$$

$$W(0, t) = 0, \left. \frac{\partial W}{\partial x} \right|_{x=0} = 0, \left. \frac{\partial^2 W}{\partial x^2} \right|_{x=L} = 0, \left. \frac{\partial^3 W}{\partial x^3} \right|_{x=L} = 0.$$

Here W — deflection of CNT; E — modulus of elasticity of CNT; I — moment of inertia of the cross ring section of CNT $(d_1, d_2 - \text{diameters of the internal and external borders of the section}); <math>\rho$ — mass density of CNT; S — area of the cross-section of CNT, q(x, t) — value of the cross-section load generated by the electromagnetic field. The initial conditions are not specified, because the model research was reduced to the analysis of the free oscillations of CNT with the specified boundary conditions.

For calculation the following CNT parameters were used: L = 3450 nm, $d_1 = 55$ nm, $d_2 = 57$ nm, $E = 10^{11}$ pa, $\rho = 2,26 \cdot 10^3$ kg/m³. The value of the longitudinal force stretching CNT and determined by the electric voltage between electrodes *1* and *2* was defined by the formula [6]:

$$F = \frac{\varepsilon_0 S_{\scriptscriptstyle \mathcal{Y}} V^2}{2h^2},\tag{2}$$

where $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$ F/m, $S_{3\pi} = 1,13 \cdot 10^{-16}$ m², h — distance between electrode 2 and the free end of CNT. Force $F = 18 \cdot 10^{-10}$ N corresponds to the value of V = 110 V.

Fig. 3 (line) presents the dependence of the smallest frequency of the free oscillations of CNT on the electric voltage. The calculation agrees with the experiment. A certain divergence of the dependences (fig. 3) is in the vicinity of point V = 80 V in which in the experiment the beginning of emission and, as consequence, an increase of the longitudinal force operating on CNT, is observed. The physical effect of the emission in the model of free oscillations of CNT was not taken into account. A comparison of the experimental and calculated results shows, that the dependence of the first harmonic of the frequency of the free mechanical oscillations of CNT on the longitudinal force is the reason of the dependence of the resonant frequency of the current going through CNT, on the voltage between electrodes 1 and 2.

Modeling of the oscillations of CNT on a basis of a shell model in ANSYS program demonstrated a possibility of existence of the resonant frequencies up to 9 THz at modest estimates, it is necessary to aspire to the use of CNT, the aspect correlation of which is minimal from the area of the possible (in the sense of technical realization) values.

References

1. Rutherglen C., Burke P. Carbon Nanotube Radio, *Nano Lett.*, 2007, Vol. 7, No. 11, pp. 3296–3299.

2. Jensen K., Weldon J., Garcia H., Zettl A. Nanotube Radio, *Nano Lett.*, vol. 7, no. 11, 2007, pp. 3508–3511.

3. Bulyarskiy S. V., Bulyarskaya S.A, Vostretsova L. N., Dudin A. A., Orlov A. P., Pavlov A. A., Basayev A. S., Kitsyuk E. P., Shamanaev A. A., Shaman Y. P. Paramenry perenosa toka kontaktov metal — uglerodnye nanotrubky, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2015, no. 5 (158), pp. 3–8 (in Russian).

4. Kempa K., Rybczynski J., Huang Z., Gregorczyk K., Vidan A., Kimball B. Carbon Nanotubes as Optical Antennae, *Adv. Mater.*, 2007, no. 19, pp. 421–426.

5. *Vibratchii v technice*, Ed. V. N. Chelomey, Moscow, Mashinostroenie, 1978, vol. 1. 352 c. (in Russian).

6. Yong Zhu, Espinosa H. D. Reliability of Capacitive RF MEMS Switches at High and Low Temperatures, *Int. J. of RF and Microwave Computer-Aided Eng.*, 2004, vol. 14 (4), pp. 317–328.

7. Leontiev V. L. O svobodnyh i vynugdennyh kolebaniayah uglerodnyh nanotrubok, XI Vserossiyskiy sesd po fundamentalnym proplemam teoreticheskoy prikladnoy mechanici: Sbornic, Kazan, 2015, pp. 2302–2303. (in Russian).

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

УДК 621.382.2:621.79.025

DOI: 10.17587/nmst.19.399-405

A. B. Желаннов, инженер-технолог, e-mail: ZhelannovAV@okbplaneta.ru,

А. С. Ионов, зам. ген. директора по науке и развитию, А. В. Петров, ген. директор,

ОАО "ОКБ-Планета", г. Великий Новгород,

Б. И. Селезнев, д-р техн. наук, проф. e-mail: Boris.Seleznev@novsu.ru,

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, г. Великий Новгород

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ МИКРОПРОФИЛИРОВАНИЯ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ПРИБОРНЫХ СТРУКТУР НА ОСНОВЕ НИТРИДА ГАЛЛИЯ

Поступила в редакцию 28.03.2017

Микропрофилирование эпитаксиальных слоев $n-n^+$ —GaN выполнено методом реактивно-ионного травления на установке Sentech SI 500, оснащенной источником индуктивно связанной плазмы. Установлены режимы травления нитрида галлия, позволяющие удалять эпитаксиальные слои полупроводника на глубину до 10 мкм с получением гладкой поверхности. Скорости травления составляли около 0,8 мкм/мин при мощности источника ИСП 600 Вт, при смещении 100 Вт, давлении в камере 1,2 Па, расходе газовой смеси BCl₃/Cl₂/Ar 20/60/10 см³/мин. Диоды Шоттки с квазивертикальной геометрией контактов сформированы электронно-лучевым напылением методом взрыва по маске фоторезиста.

Ключевые слова: нитрид галлия, реактивно-ионное травление, микропрофилирование, электронно-лучевое напыление, диод Шоттки, высота барьера, коэффициент неидеальности, омический контакт

Введение

Структуры на основе нитридов III группы — GaN, AlN и соединений AlGaN, InGaN рассматриваются как перспективные материалы для электронной и оптоэлектронной техники. Их преимущество — широкий спектр применений. На основе нитрида галлия можно изготавливать структуры с барьерами Шоттки для приборов силовой электроники, мощные СВЧ транзисторы и монолитные интегральные схемы, инжекционные лазеры и светодиоды в области коротких длин волн [1, 2].

В настоящее время эпитаксиальные слои нитрида галлия преимущественно выращиваются на подложках Al_2O_3 и SiC, а в последнее время проявляется интерес к получению нитрида галлия и на кремнии [3]. Использование такого рода подложек приводит к необходимости введения в технологический процесс операции микропрофилирования в целях формирования областей для металлизации контактов к слоям материала *n*-типа проводимости, а также формирования изоляции между элементами. Ограничения жидкостного травления для нитридов III группы вызвало значительный интерес к развитию сухих методов травления. Из всех видов сухого травления наиболее перспективным является использование источников на индуктивном ВЧ разряде (индуктивно связанный плазменный — ИСП источник). Такие источники позволяют создавать более плотную плазму с высокой однородностью и управляемостью.

Используемые в настоящее время методы травления нитридов III группы основаны на использовании ИСП источников и хлорсодержащей среды. Газовые смеси, содержащие композицию трихлорида бора (BCl₃) с инертными газами аргон (Ar) и (или) азот (N₂), являются наиболее востребованными и позволяют получать скорости травления до 200 нм/мин [4, 5]. Однако при глубоком травлении нитрида галлия (до 10 мкм) таких скоростей может быть недостаточно в связи с длительностью процесса и сложностями в изготовлении защитных слоев. Для увеличения скоростей травления в газовую смесь BCl_3/Ar вводят чистый хлор (Cl₂), позволяющий существенно увеличить скорости травления [6].

Результаты экспериментальных исследований и их обсуждение

Целью настоящей работы является разработка технологии глубокого травления нитрида галлия с использованием плазмы ВЧ разряда в среде Cl₂/BCl₃/Ar для получения приборных структур диодов Шоттки с квазивертикальной геометрией контактов.

Проведена серия экспериментов по формированию рельефа. Травление образцов осуществлялось методом реактивно-ионного травления на установке Sentech SI-500, оснащенной источником индуктивно связанной плазмы при изменении ИСП и ВЧ мощностей, различных соотношениях газовых потоков BCl₃/Cl₂/Ar и давлении в реакторе, без нагрева образцов.

В качестве тестовых образцов использовали нелегированный слой нитрида галлия толщиной 1,7 мкм, выращенный методом MOCVD (химическое осаждение из газовой фазы с использованием металлорганических соединений) на сапфировой подложке диаметром 50,8 мм (2 дюйма). Для обеспечения селективности травления формировалась комбинированная маска, состоящая из никеля толщиной 0,25 мкм с подслоем диоксида кремния толщиной 0,3 мкм.

Толщины слоев и профили травления контролировали с помощью профилометра (Talysurf CCI-Lite), сканирующего электронного (Hirox) и атомно-силового (NT-MDT) микроскопов.

Эксперименты проводили для подбора режимов травления нитрида галлия, позволяющих получать близкий к вертикальному профиль травления при сохранении гладкой поверхности полупроводника.

В результате проведенных исследований определены режимы, позволяющие травить как глубокие слои нитрида галлия (около 7 мкм), так и достаточно тонкие (менее 100 нм) с получением гладкой поверхности полупроводника.

На рис. 1 и 2 показаны зависимости скорости травления нитрида галлия от основных параметров травления (ИСП и ВЧ мощность, давление в камере, расход газов).

Как следует из рис. 1, при увеличении как ИСП, так и ВЧ мощности происходит рост скорости травления нитрида галлия. Для ИСП мощности это объясняется увеличением концентрации активных частиц, для ВЧ мощности — увеличением физического распыления и скорости поверхностных химических реакций.

При увеличении давления уменьшается длина свободного пробега частиц, при этом уменьшается их энергия. Соответственно, уменьшается скорость травления материала, как и показано на рис. 2, *а*.

Сильное влияние на скорость травления оказывает правильный выбор реактивного газа или смеси газов (рис. 2, b). Однако подбор оптимальной газовой среды определяется не только производительностью процесса, но и достижением высокой селективности травления. Скорость ПХТ материалов быстро увеличивается с ростом скорости подачи или расхода газа. Она достигает максимума, а затем уменьшается при дальнейшем увеличении расхода газа. Малая скорость травления при малых расходах газа определяется недостаточным числом образующихся в разряде химически активных частиц из-за недостатка исходного вещества. Падение скорости при больших потоках можно объяснить тем, что активные частицы плазмы откачиваются быстрей, чем успевают взаимодействовать с обрабатываемым материалом.

Профиль травления в плазме эпитаксиального слоя GaN, снятый методом ACM, представлен на рис. 3 (см. третью сторону обложки).



Рис. 1. Зависимости скорости травления от ИСП мощности (*a*) и ВЧ мощности (δ) Fig. 1. Etching rate dependencies on ICP source power (*a*) and RF power (*b*)



Puc. 2. Зависимости скорости травления от давления в реакторе (a) и от расхода компонентов газовой смеси (δ) Fig. 2. Etching rate dependencies on pressure in the reactor (a) and on the gas mixture components' flow rates (b)

Для формирования приборных структур с глубиной травления более 5 мкм необходим выбор оптимальных режимов травления. Из рис. 1 следует, что скорость травления существенно зависит от ВЧ мощности и при 100 Вт достигает 800 нм/мин. По данным атомно-силовой микроскопии с увеличением ВЧ мощности наблюдается уменьшение угла наклона боковых стенок вытравленного эпитаксиального слоя GaN. Для сохранения высокой скорости травления и сравнительно резкого наклона боковых стенок вытравленного слоя оптимальной представляется ВЧ мощность ~100 Вт. Из рис. 1, а следует, что при ВЧ мощности 20...120 Вт скорость травления практически не меняется при ИСП мощности, большей 600 Вт. Это обусловливает выбор ИСП мощности. На рис. 2, а для кривой ВЧ мощности 100 Вт наблюдается заметное снижение скорости травления при давлении, большем 1,2 Па. Именно этим определяется выбор давления в реакторе. На рис. 2, в представлены зависимости скорости травления от расхода компонентов газовой смеси. Для кривой Cl₂ наблюдается значительный рост скорости травления до значения 720 мкм/мин, а далее наблюдается участок насыщения. При этом скорость травления не снижается при изменении расхода Ar и BCl₃.

Таким образом, установлены режимы глубокого травления GaN: ИСП и ВЧ мощность 600 и 100 Вт соответственно, давление 1,2 Па, соотношение газовых потоков BCl₃/Cl₂/Ar, равное 20/60/10 см³/мин. Данный режим обеспечивал получение приемлемой скорости и селективности травления при сохранении плоскопараллельности и гладкости поверхности полупроводника. Полученные в ходе эксперимента результаты были использованы при формировании приборных структур диодов Шоттки на основе GaN. В качестве исходного материала использовалась эпитаксиальная структура следующего вида: нелегированный слой *n*-GaN толщиной 50 нм, n^- -GaN толщиной 5,0 мкм, слой n^+ -GaN толщиной 1,0 мкм и буферный слой. Непосредственно в ростовой камере структуры пассивировались слоем нитрида кремния толщиной 1,7 нм. Эпитаксиальная структура выращивались на подложках сапфира толщиной 430 мкм методом химического осаждения из газовой фазы с использованием металлорганических соединений.

На таких структурах формировалась мезаизоляция и осуществлялось вскрытие окон до слоя n^+ —GaN путем травления в указанном выше режиме. При этом мезаизоляция вытравливалась до подложки (7,6 мкм), а глубина травления до слоя n^+ —GaN составляла порядка 5,6 мкм. Значение среднеквадратичной шероховатости при таком травлении ~3 нм.

К открытым областям n^+ —GaN формировались омические контакты напылением многослойной металлизации Si/Ti/Al/Ni/Au с последующим отжигом при температуре 600 °C в течение 45 с в атмосфере азота. В результате получены контакты с удельным контактным сопротивлением $\sim 2 \cdot 10^{-6}$ Ом · см².

Перед формированием барьерного контакта проводилось травление поверхности для определения влияния вносимых дефектов на параметры контакта Шоттки. В качестве барьерной металлизации использовали систему Ni/Au, формируемую с помощью взрывной фотолитографии. Травление проводили при следующих параметрах: соотношение газовых потоков $BCl_3/Cl_2/Ar - 20/60/10 \text{ см}^3/мин$, давление — 1,2 Па, ВЧ мощность — 20 Вт при изменении ИСП мощности от 50 до 400 Вт. Схематически изготовленные диоды представлены на рис. 4 (см. третью сторону обложки).

Качество барьеров Шоттки оценивалось по высоте барьера (φ_b) и коэффициенту неидеальности (*n*), определяемым из вольт-амперных характеристик (BAX), представленных на рис. 5. Оценивались падение напряжение при плотности тока 100 A/см² и обратное напряжение при уровне обратного тока 1 мА. Пробивные напряжения диодов составляли ~127 В.

Параметры полученных структур с барьером Шоттки представлены в таблице. По данным вольтфарадных характеристик (рис. 6) рассчитаны профили концентраций носителей заряда в слоях нитрида галлия, из которых определен уровень легирования в базовой области диода — 7 · 10¹⁵ см⁻³.

Как следует из таблицы, наилучшие результаты получены при мощности индуктивно связанной



Рис. 5. Прямые вольт-амперные характеристики диодных структур. На вставке представлены обратные ВАХ для структур без травления и после травления с ИСП мощностью 100 Вт

Fig. 5. Direct current-voltage characteristics of the diode structures. The inset: reverse I-V characteristics for structures without etching and after etching with a 100 W ICP source





Fig. 6. Capacitance-Voltage characteristics of the diode structures

Влияние режимов травления на параметры барьера Шоттки Etching mode's effect on Schottky barrier parameters

ИСП мощ- ность, Вт ICP source's power (W)	φ _b , эВ φ _b , eV	п	$U_{\rm пр}$, В при $J_{\rm пр} = 100 \text{ A/см}^2$ U_{frwd} (V) at $J_{frwd} = 100 \text{ A/cm}^2$	$U_{ m oбp}, B$ при $I_{ m oбp} = 1$ мА U_{rev} (V) at $I_{rev} = 1$ мА
Без травления No etching	0,68	2,0	4,25	78
50	0,82	1,2	2,95	92
100	0,87	1,0	1,55	>100
200	0,75	1,1	1,18	95
300	0,64	1,5	1,15	80
400	0,62	1,5	1,35	92

плазмы 100 Вт. При этом высота барьера составляет 0,87 эВ, коэффициент неидеальности — 1,0, обратное напряжение $U_{\rm ofp}$ — >100 В.

Заключение

Таким образом, в ходе экспериментальных исследований установлены режимы травления нитрида галлия, позволяющие травить эпитаксиальные слои полупроводника на глубину около 7 мкм с получением гладкой поверхности и наклоном боковых стенок порядка 70°. Получены маски, защищающие поверхность GaN от длительного плазмохимического травления в атмосфере BCl₃/Cl₂/Ar. На основе полученных режимов травления изготовлены приборные структуры диодов Шоттки для различных режимов травления. Определен режим плазмохимической обработки поверхности перед формированием барьера Шоттки, позволяющий получить приборные структуры с падением напряжения по уровню 100 А/см² 1,5 В и пробивными напряжениями –127 В.

Публикация подготовлена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках проектной части государственного задания, проект № 3.3572.2017/ПЧ.

Список литературы

1. Балакирев А., Туркин А. Перспективы нитрида галлия в СВЧ-электронике. Решения компании RFHIC // Электроника: НТБ. 2015. № 4. С. 64—68.

2. Желаннов А. В., Федоров Д. Г., Селезнев Б. И. Диоды Шоттки на нитриде галлия (тезисы) // "Мокеровские чтения" Матер. 5-й Научно-практ. конф. по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ-электроники., Москва, 21-22 мая 2014 г. С. 29—30.

3. Бессолов В. Н., Жиляев Ю. В., Коненкова Е. В. и др. Эпитаксия нитрида галлия в полуполярном направлении на кремнии // Письма в ЖТФ, 2012. Т. 38, вып. 1. С. 21–26.

4. Протасов Д. Ю., Вицина Н. Р. Использование маски из хрома для плазмохимического травления слоев $Al_xGa_{1-x}N$ // Журнал технической физики, 2014. Т. 84, вып. 9. С. 96—99.

5. **Basak D.** Reactive ion etching of GaN using BCl_3 , BCl_3/Ar and BCl_3/N_2 gas plasmas // Solid-State Electronics. 2000. N. 44. P. 725–728.

6. Yanjun H. Nonselective etching of GaN/AlGaN heterostructures by $Cl_2/Ar/BCl_3$ inductively coupled plasmas // Science in China Ser. Engineering & Materials Science. 2004. Vol. 47, N. 2. P. 150–158.

A. V. Zhelannov, Processing Engineer, e-mail: ZhelannovAV@okbplaneta.ru,

A. S. Ionov, Deputy Director for Research & Development, A. V. Petrov, Director General,

OCB-Planeta JSC, Velikiy Novgorod,

B. I. Seleznev, D. Sci. (Techn.), Prof., Boris.Seleznev@novsu.ru,

Novgorod State University, Velikiy Novgorod

Corresponding author: **Zhelannov Andrey V.,** Processing Engineer, OCB-Planet JSC, 173003, Velikiy Novgorod, Russian Federation, e-mail: ZhelannovAV@okbplaneta.ru

Microprofiling Technique Use in Gallium Nitride Based Device Structure Formation

Received on March 28, 2017 Accepted on April 14, 2017

Microprofiling of $n-n^+$ —GaN epitaxial layers was carried out by reactive-ion etching on Sentech SI 500 tool equipped with an inductively coupled plasma (ICP) generator. Gallium nitride etching modes were determined that made it possible to remove the epitaxial layers of the semiconductor to the depth of 10 μ m with a smooth surface production. Etch rate made about 0.8 μ m/min at the ICP source's power of 600 W, the bias of 100 W, chamber pressure 1.2 Pa, and BCl₃/Cl₂/Ar gas mixture flow rate 20/60/10 cm³/min, respectively. Schottky diodes with a quasi-vertical contact geometry were formed by electron beam-induced explosive sputtering using a photoresist mask.

Keywords: gallium nitride, reactive ion etching, micro-profiling, electron beam deposition, Schottky diode, barrier height, nonideality factor, ohmic contact

For citation:

Zhelannov A. V., Ionov A. S., Petrov A. V., Seleznev B. I. Microprofiling Technique Use in Gallium Nitride Based Device Structure Formation, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 399–405.

DOI: 10.17587/nmst.19.399-405

Introduction

Structures based on nitrides (GaN, AlN and AlGaN, and InGaN) are considered promising for the use in electronic and optoelectronic devices. A wide range of applications is the benefit of the nitride-based structures. Structures with Schottky barriers for power electronic devices, powerful RF transistors and monolithic integrated circuits, injection lasers and shortwave light-emitting diodes can be produced on the basis of gallium nitride [1, 2].

Epitaxial layers of gallium nitride are mostly grown on Al_2O_3 and SiC substrates. There is also an interest to fabrication of gallium nitride on a silicon substrate [3]. The use of the substrates of this kind implies a micro-profiling operation introduction into the production process in order to form metallization areas of contacts to the *n*-type conducting material and also to form insulation between the elements.

Limitations in wet etching technique application for the above nitrides aroused interest to dry etching methods development. Of all dry etching procedures, the ones based on the use of radio-frequency (RF) inductive discharge (inductively coupled plasma (ICP)) sources are the most promising. These sources produce more dense highly homogeneous and controllable plasma.

Current nitride etching methods are based on the use of ICP sources in a chlorine-containing media. The most popular are boron trichloride (BCl₃) mixtures with inert gases (Ar) or nitrogen (N₂), these providing for etch rates up to 200 nm/min [4, 5]. At GaN deep (to 10 μ m) etching, though, this rate might be insufficient due to the process durability and complications in protective layers fabrication. To enhance the etch rate, pure chlorine (Cl₂) is introduced into the BCl₃/Ar gas mixture [6].

Experimental results and discussion

The aim of the present work was to develop a technology for gallium nitride deep etching using radio-frequency (RF) plasma discharge in $Cl_2/BCl_3/Ar$ medium; the technology is intended for fabrication of Schottky diode's device structures with quasi-vertical contact geometry.

Experiments on relief formation were carried out. Reactive ion etching of samples was realized on a Sentech SI 500 tool equipped with an ICP source; in the course of the experiments, ICP source's and RF radiation's power, BCl₃/Cl₂/Ar gas mixture composition, and reactor pressure were varied; heating of samples was avoided.

As the test samples, a 1.7 μ m thick undoped GaN layer grown by MOCVD (Metal-Organic Chemical Vapor Deposition) on a sapphire substrate 50.8 mm (2 inches) in diameter were used. To ensure etching selectivity, a composite mask of 0.25 μ m thick nickel layer with a 0.3 μ m thick silica underlayer was formed.

Layer thickness and etching profiles were controlled with a Talysurf CCI-Lite profilometer, scanning electron microscope (SEM) Hirox, and atomic-force microscope (AFM) NT-MDT.

The target of the experiments was to choose gallium nitride etching modes that would produce etching profile close to vertical with smooth semiconductor surface preservation.

The conducted experiments resulted in determination of the modes providing for deep (about 7 μ m) and rather thin (<100 nm) GaN layers etching with the smooth semiconductor surface production.

Dependencies of gallium nitride etch rate on the main etching parameters (ICP source's and RF radiation's power, pressure in the chamber, and gas flow rate) are presented in the figs. 1 and 2.

An increase in pressure makes particles' free path shorter, their energy is thus decreased, and, consequently, the etch rate of the material is reduced (fig. 2, a).

Etch rate strongly depends on the choice of a reactive gas or gas mixture (fig. 2, b). The choice of the optimum gaseous media, though, is meant to provide not only for the high efficiency, but also for high selectivity of etching. The rate of material plasma chemical etching grows quickly with an increase in gas feed or gas flow rate. It reaches its peak value and then declines gradually with the further increase in gas flow rate. Low etch rate at low gas feed is due to the insufficiency of the number of chemically active particles formed from a small amount of the initial substance in the discharge. The etch rate drop at high gas flow rates may be the result of plasma particles being evacuated before they have time to interact with the etched material.

To form the device structures with the etch depth exceeding 5 μ m, the optimum etching mode should be selected.

As shown in fig. 1, the etch rate considerably depends on RF radiation power and it reaches 800 nm/min at the power of 100 W. According to AFM data, an increase in RF power leads to the reduction of the declination of the etched GaN epitaxial layer's side wall angle to the un-etched wafer surface from 90 deg. To maintain both the high etch rate and the tilt close to 90 deg., the optimum RF radiation power seems to make about 100 W. From fig. 1, one can conclude that at the RF radiation power within the range of 20 to 120 W, the etch rate remains practically the same, provided the ICP source's power is higher than 60 W. This determined the choice of ICP source's power.

In the fig. 2, a, the curve referring to the RF radiation power of 100 W shows an essential decrease in the etch rate under pressure exceeding 1.2 Pa. This was what determined the pressure value in the reactor.

In the fig. 2, *b* etch rate *vs.* gas mixture flow rate plots are presented. The Cl_2 curve shows the etch rate growing considerably until the gas mixture flow rate reaches 720 μ m/min, which is followed with a saturation area, where the etch rate remains stable at Ar- and BCl₃ flow rate variations.

The mode of GaN deep etching was thereby determined: the ICP source's and RF radiation's power of 600 and 100 W, respectively, pressure of 1.2 Pa, and $BCl_3/Cl_2/Ar$ gas flow rates of 20/60/10 cm³/min. This mode ensures the achievement of acceptable etch rate and selectivity along with the semiconductor surface smoothness and planarity.

The results obtained were used in GaN-based Schottky diode's device structures fabrication. The epitaxial structure of the initial material was as follows: undoped *n*-GaN layer (50 nm), n^- -GaN layer (5.0 µm), n^+ -GaN layer (1.0 µm), and a buffer layer. The structures were passivated with a layer of silicon nitride (1.7 nm) directly in the growth chamber. The epitaxial structures were grown by MOCVD technique on 430 nm-thick sapphire substrates.

On the above structures, mesa isolation was formed and etching of windows down to n^+ —GaN layer was realized in the above determined mode; mesa isolation was etched down to the substrate surface (7.6 µm); etch depth to the n^+ —GaN layer made about 5.6 µm; root mean square roughness was ~3 nm.

Ohmic contacts to the open areas of the n^+ -GaN layer were fabricated *via* multilayer Si/Ti/Al/Ni/Au metallization deposition with subsequent annealing for 45 min at 600 °C

under nitrogen. As the result, the contacts with the specific contact resistance of about $2 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot cm^2$ were formed.

Prior to the barrier contact fabrication, the surface was etched to determine the man-made defects' impact on Schottky contact's parameters. Ni/Au system formed by the lift-off photolithography was used for the barrier metallization. The etching parameters were as follows: $BCl_3/Cl_2/Ar$ gas mixture flow rates 20/60/10 cm³/min, respectively; pressure 1.2 Pa; RF power 20 W at ICP source's power variation from 50 to 400 W. The structure of the fabricated diode is presented in the fig. 4 (see the 3-rd side of the cover).

Quality of Schottky barriers was evaluated at the barrier height's (φ_b) and non-ideality factor's (*n*) values, these being determined from the current-voltage curves (CVC) presented in the fig. 5. Voltage drop at the current density of 100 A/cm² and the reverse voltage at the reverse current level of 1 mA were estimated. The breakdown voltage of the diodes was about 127 V.

The parameters of the fabricated structures with Schottky barrier are reported in the table. According to capacitance-voltage measurements (fig. 6), the profiles of charge carrier concentration in gallium nitride layers were calculated and further used for determination of doping level in the diode's base area: $7 \cdot 10^{15}$ cm⁻³.

As follows from the table, the best results were obtained at the ICP source's power of 100 W, when the barrier height was 0.87 eV, the non-ideality factor equaled 1.0, and the reverse voltage exceeded 100 V.

Conclusion

Gallium nitride etching modes are hereby experimentally established, which ensure semiconductor epitaxial layers etching to the depth of about 7 μ m with a smooth surface production and side wall inclination of about 70°. Masks are

fabricated that protect GaN surface against the impact of the conditions of long-term plasma chemical etching in $BCl_3/Cl_2/Ar$ atmosphere. The determined etching modes are used to fabricate Schottky diodes' device structures for different etching modes.

Plasma chemical treatment technique is developed for surface treatment before Schottky barrier fabrication; the surface treatment by this technique provides the possibility to form the device structures with the voltage drop of 1.5 V at the current density level of 100 A/cm² and breakdown voltage of 127 V.

The publication is prepared with the financial support from the Ministry of Education and Science of RF within the framework of the project part of the Governmental task; project no. 3.3572.2017/PCh.

References

1. Balakirev A., Turkin A. Jelektronika: NTB, 2015, no. 4, pp. 64–68. (in Russian).

2. Zhelannov A. V., Fedorov D. G., Seleznev B. I. Materialy 5-j nauchno-prakticheskoj konferencii po fizike i tehnologii nanogeterostrukturnoj SVCh-jelektroniki "MOKEROVSKIE ChTENIJa", Moscow, 2014, pp. 29–30. (in Russian).

3. Bessolov V. N., Zhiljaev Ju.V., Konenkova E. V., Poletaev N. K., Sharofidinov Sh., Shheglov M. P. *Pis'ma v ZhTF*, 2012, vol. 38, is. 1, pp. 21–26. (in Russian).

4. Protasov D. Ju., Vicina N. R. Zhurnal tehnicheskoj fiziki, 2014, vol. 84, is. 9, pp. 96–99. (in Russian).

 5. Basak D., Nakanishi T., Sakai S. Reactive ion etching of GaN using BCl₃, BCl₃/Ar and BCl₃/N₂ gas plasmas, *Solid-State Electronics*, 2000, no. 44, pp. 725–728.
 6. Yanjun H., Song X., Tong W., Zhen W., Wenping G.,

6. Yanjun H., Song X., Tong W., Zhen W., Wenping G., Yi L., Zhibiao H., Changzheng S. Nonselective etching of GaN/AlGaN heterostructures by Cl₂/Ar/BCl₃ inductively coupled plasmas *Science in China Ser. Engineering & Materials Science*, 2004, vol. 47, no. 2, pp. 150–158.

УДК 621.38

DOI: 10.17587/nmst.19.405-416

В. К. Смолин, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., ФГУП "ФНПЦ НИИ измерительных систем им. Ю. Е. Седакова", e-mail: niiis@niiis.nnov.ru

ФОРМИРОВАНИЕ ЗД-ЭЛЕМЕНТОВ В КРЕМНИЕВЫХ СТРУКТУРАХ

Поступила в редакцию 14.11.2016

Рассматриваются вопросы создания миниатюрных устройств на кремниевых подложках с использованием приемов объемной микрообработки, в том числе в сочетании с другими процессами технологии микроэлектроники. Показано, что при изготовлении чувствительных, исполнительных и энергообеспечивающих систем, в основе функционирования которых лежит использование классических физико-химических принципов, выбор конструктивно-технологического решения определяется конкретно поставленной задачей.

Ключевые слова: микроэлектромеханические устройства, объемная микрообработка, плазмохимическое травление, лазерный перенос, анизотропное травление, пористый кремний, ионная имплантация, маскирование, столбчатые структуры, электрохимическое травление

Введение

Одним из основных материалов для изготовления изделий микромеханики, интегральных микросхем и микросистем является кремний, обладающий, помимо общеизвестных полупроводниковых свойств, хорошими прочностными и упругими свойствами. Формирование 3D-структур на кремнии осуществляется прежде всего методами объемной микрообработки. Объемная микрообработка представляет собой выборочное удаление (травление) кремния для формирования микро- и наноразмерных элементов внутри пластины — подлож-

– НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 7, 2017 –

ки (выступов, впадин, отверстий, "бороздок" и др.) с использованием различных методов литографии и травления [3].

В некоторых случаях трехмерную структуру создают путем соединения нескольких подложек с образованием вертикальных связей на атомарном уровне (метод наращивания) [4]. Для создания 3D-конструкций объединение отдельных фрагментов реализуется либо путем прямого соединения нескольких кремниевых пластин в определенный конструктив (например, механическая структура микротурбины газового двигателя может состоять из пяти кремниевых пластин [5]), либо с использованием промежуточных слоев или деталей. Прямое соединение представляет собой по сути термокомпрессионное соединение. Для соединения кремниевых пластин со стеклянными, содержащими оксиды щелочных металлов, широко используется метод анодного соединения, относящийся к методу твердофазной сварки, при котором когезионные оксиды металлов, образующиеся в процессе нагрева, хорошо смешиваются с вязким стеклом; наложение электрического поля позволяет снизить температуру процесса соединения. Стекло играет роль твердого электролита, а лимитирующей стадией процесса является перенос заряда в стекле. Соединение с использованием промежуточного слоя предполагает предварительное нанесение на пластины либо эвтектического сплава или фритты легкоплавкого стекла, либо компаунда [6—8].

В настоящее время в качестве альтернативного технологического решения исследуются возможности применения принтеров для создания электронных схем и принципиально новых классов продуктов при использовании жидких кремниевых чернил [9, 10].

В данной работе рассматриваются объекты и условия реализации 3D-структур на кремнии с использованием объемной микрообработки.

Основные направления разработок 3D-элементов

Первым звеном в процессе развития техники формирования 3D-элементов в кремниевых структурах следует считать микроэлектромеханические системы (МЭМС), возможности технологии которых были сформулированы еще в 1959 г. [11]. Хотя пористый кремний был получен несколько ранее, но побудительным мотивом к интенсификации изучения его свойств и практического применения явилось обнаружение эффективной фотолюминесценции пористого кремния при комнатной температуре в 1990 г. [12, 13].

В таблице представлены основные направления разработок, связанных с синтезом трехмерных объектов в кремниевых структурах.

Направления разработок 3D-элементов в кремниевых струк	турах
Basic directions for the developments of 3D elements in the silicon s	tructures

Направление разработок <i>Formation of porous silicon</i>	Область применения Spheres of application	Метод обработки Methods of processing
Формирование фасон- ных элементов Shaped elements fabrication	Изделия МСТ; формы для литья под давлением MST wares; Injection molding dies	Химическое травление; электроэрозионная обработка; плазменное травление Chemical etching; Electroerosive machining; Plasma etching
Формирование пористо- го кремния Formation of porous silicon	Фотолюминесцентные и электролюминесцентные структуры; фотоэлектрические преобразователи; микротопливные элементы; датчики влажности; газовые, химические и биологические сенсоры; датчики для регистрации СВЧ излучения; буферные слои в гетероструктурах; межэлементная диэлектрическая изоляция в микросхемах; <i>Photoluminescent and electroluminescent structures;</i> <i>photo-electric converters;</i> <i>microfuel elements;</i> <i>humidity sensors;</i> <i>gas, chemical and biological sensors;</i> <i>sensors for registration of microwave radiation;</i> <i>buffer layers in eterostructures;</i> <i>interelement dielectric insulation in microcircuits</i>	Электрохимическая обработка; химическое окрашивающее травление; имплантация с последующим химическим травлением Electrochemical processing; coloring etching; implantation with a subsequent chemical etching
Формирование высоко- аспектных столбчатых структур Formation of high-aspect columnar structures	Микротопливные элементы; аноды для литий-ионных аккумуляторов; газовые сенсоры, фотопреобразователи, солнечные элементы, термо- электрические устройства, фотокатоды для фотоэлектрического рас- щепления воды Microfuel elements; anodes for lithium-ion accumulators; gas sensors, photo- converters, solar elements, thermoelectric devices, photocathodes for photo- electric splitting of water	Металл-индуцированное трав- ление; шейпинг макропористого кремния; плазменное травление Metal-induced etching; shaping of macroporous silicon; plasma etching
Формирование переход- ных отверстий Formation of via-holes	Платы многокристальных модулей Boards of multicrystal modules	Реактивное ионное травление, лазерная абляция Reactive ion etching, laser ablation

Номенклатура изделий микросистемной техники довольно объемна и является базой для миниатюризации электронной аппаратуры (информационно-управляющих систем, сенсоров, актюаторов, ВЧ компонентов и т.п.) [14—18].

Формирование фасонных элементов

Для микропрофилирования прежде всего используют процессы анизотропного травления. Анизотропные травители являются многокомпонентными растворами, состоящими из окислителя, превращающего кремний в гидратированный диоксид кремния, и комплексообразователя, обеспечивающего в реакции с гидратированным диоксидом образование растворимого комплексного иона и воды. В качестве окислителей наиболее часто используют едкое кали (КОН), гидразин-гидрат (NH₂-NH₂-H₂O), этилендиамин (H₂NC₆H₄NH₂), а в качестве комплексообразователей — изопропиловый спирт, моноэтаноламин, гидроксид тетраметиламмония (CH₃)₄NOH₁₅(TMAH), многоатомные фенолы (пирокатехин, гидрохинон, пирогаллол и др.); вода во всех системах выполняет функцию катализатора в снабжении ионами ОН⁻ этапа окисления. Растворы на основе гидразин-гидрата и этилендиамина по сравнению с составами, содержащими едкое кали, обладают повышенной токсичностью (ПДК в воздухе для гидразин-гидрата составляет 0,1 мг/м³, а для этилендиамина — 2 мг/м³ в воздухе и 0,2 мг/л в воде), чувствительностью к загрязнениям поверхности пластины, менее устойчивы при работе (истощение раствора с существенным изменением свойств) и хранении (разложение, окисление) [19-33].

Широко применяемые растворы на основе КОН обеспечивают минимальное боковое и угловое растравливание. В состав травителя могут входить добавки, либо влияющие на анизотропию травления, либо уменьшающие плотность пирамид на дне вытравливаемого окна (обычно уменьшают скорость травления). Такими добавками могут быть перекись водорода, некоторые органические соединения (бензохинон, пиразин). Скорость травления кремния в растворах на основе едкого кали находится в пределах 0,5...8,0 мкм/мин; температура раствора — 60...110 °C, отношение скорости травления кремния к скорости травления диоксида кремния составляет примерно $(2...8) \cdot 10^3$. В работе [34] предложено использовать щелочной травитель в вспененном состоянии для уменьшения воздействия на элементы, не подлежащие обработке.

В качестве материалов маскирующих слоев широко используют пленки SiO_2 , Si_3N_4 , хрома, золота [35].

Среди методов контроля и обеспечения воспроизводимости толщины упругих элементов оптимальными являются самотормозящиеся виды травления, действие которых определяется следующими факторами:

- избирательным действием травителя в зависимости от типа проводимости кремния;
- концентрацией примеси в кремниевой пластине;
- химическим составом границы раздела.

В работах [36, 37] рассмотрена технология микропрофилирования, в которой действие стоп-слоя основано на процессах анодной пассивации при травлении кремния с обратносмещенным *p*-*n*-переходом; точность формирования мембран при этом определялась разбросом толщины эпитаксиального слоя и не превышала ± 2 мкм.

Формирование стоп-слоя может быть выполнено с помощью имплантации ионов бора с концентрацией на уровне 10^{20} см⁻² или ионов гелия с энергией более 100 кэВ при дозе облучения $2 \cdot 10^{12}$...3,5 · 10^{15} см⁻² [38, 39]; в последнем случае удается достигнуть снижения на несколько порядков плотности дефектов в виде бугорков и ямок травления. С помощью анизотропного травления при использовании фигур определенной конфигурации можно также решать задачу разделения пластины на кристаллы [40].

Изотропное травление в сочетании с анизотропным часто используют, например, для увеличения воспроизводимости формируемого рельефа, устранения краевых дефектов в виде острых кромок, углов [41].

Одним из методов безмасочного формообразования в кремнии является метод электроэрозионной обработки, точность формообразования в котором достигается за счет использования фасонных электродов-инструментов.

По результатам исследований электроэрозионного формообразования в кремниевых заготовках для изготовления полимерных микролинз методом литья под давлением (диаметр элементов 1,5 мм, глубина 0,25 мм) установлено, что при амплитуде импульсов 20...25 В, длительности импульсов 0,65...0,7 мкс и использовании воды деионизированной в качестве рабочей жидкости точность изготовления составляет 8,5...10 мкм, шероховатость — не более 1,5 мкм [42].

Импульсная микрообработка (при использовании импульсов тока микро-, нано- и пикосекундного диапазона) позволяет значительно повысить точность размера и формы макро- и микроразмерных геометрических тел, получить шероховатость поверхности до Ra = 10 нм [43—45].

Процесс анизотропного травления глубоких канавок в кремнии (h > 100 мкм) во фторсодержащей ($C_4F_8 + SF_6$, $SF_6 + O_2$) плазме ВЧ разряда широко применяют в микротехнологии при создании микроприводов, микрогироскопов и других микроэлектромеханических систем [46]. В качестве травящих сред при анизотропном плазменном травлении кремния используют газовые смеси на основе Cl_2 , CF_4 , SF_6 , SF_6 — $CBrF_3$, SF_6 — O_2 , CHF_3 — O_2 , $CHC1_3$ [47, 48]. Травление в плазме на основе Cl_2 обеспечивает формирование вертикальных стенок тренчей (канавок) с гладкой поверхностью, но имеет низкую скорость травления (на порядок ниже, чем во фторсодержащей плазме) и плохую селективность по отношению к маске [48].

Анизотропное ионно-реактивное травление реализуется в основном в двух вариантах: в плазме высокой плотности и в индуктивно связанной плазме.

Анизотропное травление при ионной бомбардировке поверхности может быть обусловлено образованием (при использовании при травлении фторсодержащих сред) на поверхности кремния относительно устойчивого слоя фторированного кремния, модификацией поверхности кремния за счет радиационных повреждений, образованием адсорбированного полимерного слоя при бомбардировке газовой среды низкоэнергетическими ионами (≤50 кэВ) [47, 49, 50]. Технологический процесс фирмы Bosch предусматривает в цикле обработки многократное переключение с режима травления на режим пассивации — на первой стадии осуществляется быстрое изотропное травление кремния в SF₆-плазме, а на второй стадии (пассивации) осаждение полимерной пленки во фторуглеродной плазме или окисление кремния в О2-плазме, что уменьшает подтрав под маску [46, 51]. В качестве масок при плазменном анизотропном травлении обычно используют фоторезист, SiO₂, металлы (Al, Ni, Cr) [46].

В работе [52] рассмотрена возможность размерного травления Si и SiO₂ без использования масок с помощью локализованного газового разряда, геометрия которого задается топологией поверхности одного из электродов; разрешающая способность процесса составляет ~5 мкм.

Достижимые на сегодня параметры при использовании глубинного плазменного травления и скорости травления несколько мкм/мин обеспечивают аспектное отношение более 50 и глубину травления 300 мкм и выше [52—54].

Классификация основных способов анизотропного жидкостного и плазмохимического травления приведена в работе [55].

Формирование пористого кремния

Принципиальное значение в нанокомпозитах имеют размер и форма частиц, их объемная доля, а также свойства поверхности. Существенная модификация свойств обусловлена ограничением движения носителей заряда в частицах, весьма развитой поверхностью нанокомпозитных сред, изменением электромагнитных полей, действующих на каждый атом среды по сравнению с объемными материалами.

Пористый кремний классифицируют условно по нескольким группам: макропористый (размер пор > 50 нм; пористость ~ 5...30 %), мезопористый (2...50 нм; 30...70 %) и микропористый (<2 нм; ~70...90 %). Пористый кремний в зависимости от условий формирования имеет широкий интервал значений удельного сопротивления (10^{-2} ... 10^{11} Ом · см), диэлектрической проницаемости (1,75...12) и показателя преломления (1,2...3,5) [56]. Это означает, что пористый кремний может быть использован в качестве как полупроводниковых, так и диэлектрических слоев в приборах микро-, нано- и оптоэлектроники, а также для управления примеснодефектным составом и полями механических напряжений приборных слоев в гетероструктурах [2].

Основными способами получения пористого кремния являются [57, 58]:

- низкотемпературная электрохимическая обработка монокристаллического кремния в растворах на основе плавиковой кислоты;
- химическое окрашивающее травление в растворах плавиковой кислоты с добавками сильных окислителей (KNO₂, HNO₃);
- низкоэнергетическая высокодозовая имплантация.

Высокая химическая активность пористого кремния (пористый кремний травится в 10—100 раз быстрее, чем монокристаллический кремний) позволяет использовать его в качестве "жертвенного" материала при формировании 3D-конструкций для микросистемной техники [59].

Формирование столбчатых структур

Высокоаспектные столбчатые структуры широко используют для решения многих задач электронной техники, в частности для изготовления электродов электрохимических источников тока. Исходным материалом для изготовления электродов служит макропористый кремний с упорядоченной решеткой.

Диаметр и форма сечения макропор после анодирования могут быть изменены с помощью дополнительной обработки (шейпинга) [60]. Для этого применяют как термическое окисление с последующим растворением оксида [61], так и жидкостное травление: изотропное или анизотропное [62]. Анизотропное травление привлекательно тем, что позволяет получать разнообразную архитектуру 3D-микроструктур с монодисперсными стенками, ограниченными одним типом кристаллографических плоскостей. Такие структуры представляют интерес, например, для анодов литий-ионных аккумуляторов [63—67].

При использовании в качестве исходного материала монокристаллического кремния формирование столбчатых структур осуществляется путем специальных способов маскирования и последующего плазмохимического травления. В работе [68] маскирующие элементы создавали сфокусированным пучком ионов Ga⁺; травлением нелегированной области сформирован рельеф глубиной до 80 нм и получены трехмерные структуры с линейными размерами порядка 100 нм.

В работе [69] рассмотрен кремниевый электрод для батареи, содержащий кремниевую подложку или структуру "кремний-на-диэлектрике" с закрепленным на ней массивом субмикронных кремниевых стержней, покрывающим не более 0,5 площади поверхности. Размер стержней составляет 0,1...1,0 мкм в диаметре и 1...10 мкм в высоту. При изготовлении массива стержней используют изолирующую (островковую) литографию, для чего на подложку вакуумным осаждением наносят пленку хлорида цезия, растворяют ее в воде с образованием на поверхности подложки полусферических изолированных участков, а затем проводят ионно-лучевое травление через маску хлорида цезия.

Маска из пленки золота может быть сформирована лазерно-индуцированным переносом материала с металлизированной подложки-донора [70].

Формирование переходных отверстий

Создание микроблоков с общей герметизацией, формируемых на основе законченных функциональных узлов, выполненных на основе многокристальных модулей (МКМ) или "систем в корпусе", выявило необходимость применения коммутационных пленочных микроплат и коммутационных печатных плат [71—74].

Одним из простых путей к достижению высокого уровня компоновки при относительно малых капитальных затратах является трехмерная интеграция с помощью сквозных отверстий через кремний (*through-silicon-vias*, TSV) [75—77].

Технология TSV позволяет осуществлять межсоединения на уровне смонтированных в трехразмерную сборку пластин или кристаллов. В технологический процесс получения сквозных переходных отверстий входят операции выполнения "глухих" отверстий (глубиной до 50...100 мкм) в кремниевой пластине сверлением или другим способом (плазменным травлением, реактивным ионным травлением, лазерной абляцией и т.п.), заполнения переходных отверстий проводниковыми материалами (поликремнием или металлом — медью, золотом, вольфрамом и др.), утонения пластин. Операцию утонения пластины применяют для вскрытия "глухих" переходных отверстий, а также для увеличения производительности и улучшения теплоотвода. С обратной стороны утоненной пластины готовят контактные площадки под сборку.

Применение лазерных технологий при выполнении таких операций, как резка, скрайбирование, модификация поверхности, сверление микроотверстий и создание канавок и т.д., позволяет повысить технико-экономические характеристики изделий микроэлектроники и МСТ [78—83]. С помощью лазера возможно выполнение отверстий в пластинах кремния любой произвольной формы с аспектным отношением до 100 (при механическом сверлении оно составляет 2, при ультразвуковом — 4).

При лазерной микрообработке широко применяют CO_2 -лазеры, лазеры на парах меди, эксимерные лазеры. Расширение возможностей использования лазерного излучения обеспечивается уменьшением длины волны излучения и сокращением длительности импульсов. Так, при использовании фемтосекундных импульсов реализуется механизм разрушения материала путем абляции, что позволяет реализовать особо качественную прецизионную размерную обработку (без следов оплавления или испарения материала) с разрешением <2 мкм. Для высокоинтегрированных систем при уровне топологических норм на кристалле 20...65 нм требуется выполнение переходных отверстий диаметром 2...5 мкм.

Заключение

Высокие технологии определяют уровень выпускаемой продукции, ее конкурентоспособность и, в конечном счете, эффективность всей производственной деятельности. К высоким технологиям относятся новейшие методы обработки материалов, разработанные на базе последних достижений фундаментальных наук, и, в частности, нетрадиционные методы. Эти методы обработки охватывают все технологии, основанные на механизмах, отличных от механического воздействия на материал. Освоение технологии 3D-обработки применительно к радиокомпонентам и другим микроминиатюрным изделиям требует дальнейшего развития методов проектирования, высокотехнологичной производственной базы, измерительных систем для контроля качества технологических процессов, средств измерения параметров процессов и изделий, взаимной интеграции новых информационных технологий. Этому должно способствовать наличие научной и технологической культуры, сформировавшейся в стране в период становления и развития микро- и оптоэлектроники.

Список литературы

1. Topol A., La Tulipe D. C., Shi Jr., L., Frank D. J., Bernstein K., Steen S. E., Kumar A., Singco G. U., Young A. M., Guarini K. W., Ieong M. 3D integrated circuits // IBM Journal of Research and Development. 2006. Vol. 50, N. 4/5. P. 491–506.

2. **Нано-** и микросистемная техника. От исследований к разработкам/ Сборник статей под ред. П. П. Мальцева. М.: Техносфера, 2005. 592 с.

3. **Huster R., Kovacs A., Mescheder U.** 3-D Micro Free-Form Manufacturing in Silicon // Micro System Technologies. 2005. Munchen, October 5–6. 2005. P. 55–62.

4. Белов Л., Житникова М. Микроэлектромеханические компоненты радиочастотного диапазона // Электроника: НТБ. № 8. 2006. С. 18—25.

5. **Телец В. А., Негина Ю. С., Орлов А. А.** Изготовление трехмерных МЭМС методами термокомпрессионной сварки // Микросистемная техника. № 3. 2004. С. 2—6.

6. Ваганов В. И. Интегральные тензопреобразователи. М.: Энергоатомиздат, 1983. 136 с.

7. Ганьшин В. А., Тимошенков С. П., Борисов А. Г. Модель процесса анодного сращивания стекол различного состава с кремнием и металлами // Оборонный комплекс — научно-техническому прогрессу России. 2000. № 4. С. 19–23.

8. Скупов В. Д., Смолин В. К. Современное состояние технологии изготовления первичных преобразователей MEMS-акселерометров // Новые промышленные технологии. 2004. № 1. С. 11—14.

9. http://stoom.ru./comtent/view/875/1/

10. http://zoom/cnews/ru/news/line/injdex.shtml?2006/04/11/199497

11. **Шурыгина В.** Долгожданные МЭМС. Технология малых форм // Электроника: НТБ. 2002. № 4. С. 8–13.

12. Кашкаров П. К. Необычные свойства пористого кремния // Соросовский образовательный журнал. 2001. Т. 7, № 1. С. 102—107.

13. Зимин С. П. Пористый кремний — материал с новыми свойствами // Соросовский образовательный журнал. 2004. Т. 8, № 1. С. 101–107.

14. **Нано-** и микросистемная техника. От исследований к разработкам // Сборник статей под ред. П. П. Мальцева. М.: Техносфера, 2005. 592 с.

15. Белов Л., Житникова М. Микроэлектромеханические компоненты радиочастотного диапазона // Электроника НТБ. 2006. № 8. С. 18—25.

16. **Куликов К. В., Ланцов В. Н.** Микроэлектромеханические устройства систем связи: учеб. пособие. Владимир: Изд-во ВлГУ, 2014. 94 с.

17. Буслов В., Кожевников В., Куликов Д., Рембеза С. Русских Д. Полупроводниковые чувствительные элементы для датчиков газов и систем сигнализации // Современная электроника. 2008. № 7. С. 22—27.

18. Алексеев В. Новые многофункциональные МЭМСдатчики движения производства STMicroelectronics // Компоненты и технологии. 2015. № 10. С. 28—31.

19. Готра 3. Ю. Технология микроэлектронных устройств: Справочник. М.: Радио и связь, 1991. 528 с.

20. Lee D. B. Anisotropie Etching of Silicon // J. App. Phys. 1969. Vol. 40, N. 11. P. 4569.

21. **Raisman A., Berkeablit M., Chan S. A.** The controlles etching of silicon in catalized ethylenedi-amin pyrocatechol — water solutions // J. Electrochem. Soc. 1979. Vol. 126, N. 8. P. 1406.

22. Физико-химические методы обработки поверхности полупроводников / Под ред. Б. Д. Луфт. М.: Радио и связь, 1982. С. 102—107.

23. **Bassous E.** Fabrication of novel three — demensional microstructures by the anisotropie etching of (100) and (110) silicon // JEEE Trans. Electron. Dev. 1978, Vol. ED-25. P. 1178—1184.

24. **Bean K. E.** Anisotropic etching of Silicon // JEEE Trans. Electron. Dev. 1978. Vol. ED-25. P. 1185—1193.

25. **Glembocki O., Stahlbush R. E.** Bias-dependent etching of silicon in aqueons KOH // J. Electrochim. Soc. 1985. Vol. 132. P. 145–151.

26. Nijdav A. J., Van Suchtelen J., Berenschot J. W. Etching of silicon in alkaline solutions: A critical look at the (111) minimum // J. Cryst. Growth. 1999. Vol. 198–199. P. 430.

27. Петрова В. З., Кошелев Н. И., Семенов О. Ю. Формирование структур кремния на изоляторе методом избирательного химического травления // Электронная промышленность. 1995. № 2. С. 44—46.

28. Чистяков Ю. Д., Райнова Ю. П. Физико-химические основы технологии микроэлектроники. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. 392 с.

29. Lehmann V. Electrochemistry of Silicon. Instrumentation, Science, Materials and Applications. Wiley-VCH Verlag GmbH. 2002. 277 p.

30. Fraden J. Handbook of modern sensors: physics, designs, and applications. 3rd ed. p. cm. Springer, 2006. 589 p.

31. Сугано Т., Икома Т., Такэиси Е. Введение в микроэлектронику: Пер. с яп. М.: Мир, 1988. 320 с.

32. Um D., Lloyd S. MEMS Research and Curriculum Development by Bulk Micromachining Technology // Journal of Education and Human Development. 2007. Vol. 1, Is. 1. P. 72–79.

33. Weber A. C., Lang J. H., Slocum A. H. {111} Silicon etched planar electrical contacts for power MEMS-relays // In Proc. 53rd IEEE Holm Conference on Electrical Contacts, Pittsburgh, PA, Sep. 2007. P. 31–43.

34. Шустров А. В., Кобозева Г. А., Мироненко И. А. Способ глубокого анизотропного травления кремниевой пластины и устройство для глубокого анизотропного травления кремниевой пластины / Патент РФ № : 2127926, опубл. 20.03.1999.

35. Сысоева С. МЭМС-технологии. Простое и доступное решение сложных системных задач // Электроника: НТБ. 2009. № 7. С. 80—89.

36. **Tenerz L., Hök B.** Micromachining of three- dimensional silicon structures by photoelectrochemical etching // Electron. Lett. 1985. Vol. 21. P. 1207–1209.

37. **Иващенко Е. И., Цветков Ю. Б.** Исследование процесса электрохимического анизотропного травления кремния // Известия вузов, сер. Электроника, 2000. № 1. С. 59—61.

38. Скупов В. Д., Смолин В. К. Способ анизотропного травления кристаллов кремния. Патент РФ № 2106717, опубл. 10.03.1998.

39. Ваганов В. И., Плохова Г. С. Защитная маска для группового химического разделения монокристаллических пластин, ориентированных в плоскости (100). А. с. № 858491, опубл. 10.05.2000.

40. Суворов А. Л., Чаплыгин Ю. А., Тимошенков С. П., Прокопьев Е. П. и др. Анализ преимуществ, перспектив применений и технологий производства структур КНИ. Препринт ИТЭФ 27—00, 2000. 51 с.

41. Обухов В. И., Карасева Т. В., Сычев С. В. Способ изготовления упругих элементов из монокристаллического кремния. Патент РФ № 2211504, опубл. 27.08.2003.

42. Абитов А. Р. Формообразование фасонных элементов в пластинах кремния с применением электроэрозионной обработки // Известия Тульского государственного университета. Сер. Технические науки. Тула: Изд-во ТулГУ. 2010. Вып. 4. С. 181—189.

43. Электрохимическая обработка изделий авиационнокосмической техники / Под ред. Б. П. Саушкина. М.: Форум, 2013. 430 с.

44. Саушкин Б. П., Атанасянц А. Г., Сычков Г. А. Проблемы и перспективы развития импульсной электрохимической размерной обработки // Электронная обработка материалов. 2003. № 2. С. 10—22.

45. Житников В. П., Зайцев А. Н. Импульсная электрохимическая размерная обработка. М.: Машиностроение, 2008. 413 с.

46. McAuley S. A., Ashraf H., Atabo L., Chambers A., Hall S., Hopkins J., Nicholls G. Silicon micromachining using a highdensity plasma sourcre // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. Vol. 18. P. 2769.

47. Bertz A., Kuchler M., Knofler R., Gessner T. A. Novel high aspect ratio technology for MEMS fabrication using standard silicon wafers // Sens. Actuators. 2002. Vol. A 97-98. P. 691–701.

48. Казанский Н. Л., Колпаков В. А., Колпаков А. И. Исследование особенностей процесса анизотропного травления диоксида кремния в плазме газового разряда высоковольтного типа // Микроэлектроника. 2004. Т. 33, № 3. С. 209—224.

49. Горовиц Б., Сайа Р. Дж. Реактивное ионное травление // Плазменная технология в производстве СБИС: Пер. с англ. / Под ред. Н Айнспрука, Д. Брауна. М.: Мир. 1987. С. 253—296.

50. Флэм Д. А., Донелли В. М., Ибботсон Д. Э. Основные принципы применения плазменного травления для изготовления кремниевых приборов // Плазменная технология в производстве СБИС: Пер. с англ. Под ред. Н. Айнспрука, Д. Брауна. М.: Мир, 1987. С. 140—206.

51. Абрамов А. В., Абрамова Е. А., Суровцев И. С. Размерное травление кремния и диоксида кремния локализованным газовым разрядом // Журнал технической физики. 2005. Т. 75, вып. 7. С. 70—74.

52. Dacheng Zhang, Zhihong Li. et al. A novel isolation technologi in bulk micromachining using deep reactive ion etching and polisilicon refill // J. of Micromechanics and Microengenering. 2001. Vol. 11, N. 1. P. 13–19.

53. Xinxin Liand, Minhang Bao. Micromachining of multithickness sensor-array structures with dual-stage etching technology // J. of Micromechanics and Microengenering. 2001. Vol. 11, N. 3. P. 239–244.

54. Голишников А. А., Путря М. Г. Разработка процесса глубокого анизотропного плазменного травления кремния для технологии трехмерной интеграции кристаллов // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. 2014. № 1. С. 36—41.

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

56. Зимин С. П. Пористый кремний — материал с новыми свойствами // Соросовский образовательный журнал. 2004. Т. 8, № 1. С. 101–107.

57. Смолин В. К. Пористый кремний: современное состояние и перспективы развития // Нано- и микросистемная техника. 2016. № 6. С. 373—379.

58. Кошевой В. Л. Исследование кристаллического пористого кремния, полученного методом электрохимического травления с использованием подсветки HeNe лазера // Молодой ученый. 2015. № 10. С. 233—236.

59. Скупов В. Д., Перевощиков В. А., Шенгуров В. Г. Способ формирования мембран в монокристаллической кремниевой подложке. Патент РФ 2099813, опубл. 20.12.1997.

60. Астрова Е. В., Парфеньева А. В., Ли Г. В., Жарова Ю. А. Анизотропный шейпинг макропористого кремния // Физика и техника полупроводников. 2015. Том 49, вып. 4. С. 561-568.

61. Lehmann V., Foll H. Formation Mechanism and Properties of Electrochmically Etched Trenches in n- Tipe Silicon // J. Electrochem. Soc. 1990. Vol. 137. P. 653–659.

62. **Trifonov T., Garın M., Rodriguez A., Marsal L. F., Alcubilla R.** Tuhing the shape of makroporous silicon // Phys. Status Solidi A. 2007. Vol. 204. P. 3237—3242. 63. Quiroga-Gonzalez E., Carstensen J., Foll H. Mikrostructured silicon anodes for lithjum-ion bhatteries // Electrochim. Acta. 2013. Vol. 101. P. 93.

64. Ли Г. В., Кулова Т. Л., Толмачев В. А., Черниенко А. В., Баранов М. А., Павлов С. И., Астрова Е. В., Скундин А. М. Трансформация структуры анодов из макропористого кремния в результате процессов циклического литирования // Физика и техника полупроводников. 2013. Т. 47, вып. 9. С. 1288—1294.

65. **Wu H., Cui Y.** Desgning nanostructured Si anodes for high energy lithium ion battries // Nano. Today. 2012. 7. P. 414–429.

66. **Ярославцев А. Б., Кулова Т. Л., Скундин А. М.** Электродные материалы для литий-ионных аккумуляторов // Успехи химии. 2015. Т. 84, вып. 8. С. 826—852.

67. **Федулова Г. В.** Особенности формирования макропористых кремниевых электродов для портативных топливных элементов // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2008. Вып. № 49. С. 259—267.

68. Бобринецкий И. И., Волкова А. В., Зайцев А. А. и др. Формирование кремниевых наноструктур плазменным травлением через маску, созданную сфокусированным пучком ионов Ga⁺ // Известия вузов. Электроника. 2014. № 2 (106). С. 43–49.

69. Грин М. Структурированный кремниевый анод. Патент РФ № 2325008, опубл. 20.05.2008.

70. Вейко В. П. Опорный конспект лекций "Лазерные микро- и нанотехнологии в микроэлектронике". СПб: НИУ ИТМО, 2011. 41 с.

71. Яшин А. А. Конструирование микроблоков с общей герметизацией. М.: Радио и связь, 1985. 100 с.

72. Седаков А. Ю., Смолин В. К. Тонкопленочные элементы микроэлектроники: основы проектирования и изготовления. М.: Радиотехника, 2011. 168 с.

73. Юдинцев В. Трехмерная кремниевая электроника. Что, где, когда? Ч. 1 // Электроника: НТБ. 2011. № 4. С. 70—78; Ч. 2. 2011. № 5. С. 96—103.

74. Васильев А. Современные технологии 3D-интеграции // Компоненты и технологии. 2010. № 1. С. 156—158.

75. Васин Е., Шахнович И. 3D-монтаж микросборок. Технология VPI как альтернатива TSV // Печатный монтаж. 2010. № 3. С. 12—16.

76. **Мухина Е., Башта П.** 3D-сборка. Технология сквозных отверстий в кремнии // Электроника: НТБ. 2011. № 3. С. 56–59.

77. **Хохлун А.** 3D-интеграции — один из возможных путей опережающего развития отечественной микроэлектроники // Компоненты и технологии. 2010. № 12. С. 148—150.

78. **Кудрявцева А.** Применение лазерных технологий в электронике // Современная электроника. 2010. № 3. С. 10—11.

79. Вакс Е. Д., Миленький М. Н., Сапрыкин Л. Г. Практика прецизионной лазерной обработки. М.: ТЕХНОСФЕРА, 2013. 708 с.

80. Парфенов В. А. Лазерная микрообработка материалов: учеб. пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ "ЛЭТИ", 2011. 59 с.

81. Бахманн Ф., Мюллер Д., Климт Б., Кнаппе Р. Микрообработка материалов пикосекундными лазерами // Фотоника. 2013. № 1 (37). С. 34—41.

82. **Макаров Г. Н.** Применение лазеров в нанотехнологии: получение наночастиц и наноструктур методами лазерной абляции и лазерной нанолитографии // Успехи физических наук. 2013. Т. 183, № 7. С. 673—718.

83. **Чесноков Д. В., Чесноков В. В.** Лазерное формирование наноразмерных структур // Известия вузов. Приборостроение. 2009. Т. 52, № 6. С. 69—74.

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., Ph. D., Senior Researcher, Research Institute of Measuring Systems named after Yu. Ye. Sedakov, N. Novgorod, 603950, Russian Federation, e-mail: niiis@niiis.nnov.ru

Formation of 3D-elements on Silicon Structures

Received on November 14, 2017 Accepted on January 12, 2017

The author considers the questions of development of the microsized devices on silicon substrates with the use of bulk microprocessing and in combination with the other microelectronic technologies. He demonstrates that during production of the sensitive, actuator and energy-efficient systems, the functionality of which is based on the classical physical-chemical principals, the selection of the design-technological solutions is determined by a specifically set task.

Keywords: microelectromechanical devices, bulk microprocessing, plasma-chemical etching, laser transition, anisotropy etching, porous silicon, ion implantation, masking, columnar structures, electro-chemical etching

For citation:

Smolin V. K. Formation of 3D-elements on Silicon Structures, Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 405-416.

DOI: 10.17587/nmst.19.405-416

Introduction

Silicon is one of the basic materials for products of micromechanics, integrated microcircuits and microsystems, and besides the semi-conductor properties, it has good strength and elastic characteristics. Formation of 3D structures on silicon is carried out by the methods of volume microprocessing. Volume microprocessing is a selective removal (etching) of silicon for formation of the micro- and nanosized elements inside of a plate — substrate (ledges, cavities, apertures, "grooves", etc.) with the use of the methods of lithography and etching [3].

In certain cases a three-dimensional structure is created by connection of several substrates with formation of vertical bonds at the atomic level (building-up) [4]. For creation of 3D structures separate fragments are integrated by a direct connection of several silicon plates into a certain design (for example, the mechanical structure of the microturbine of a gas engine may consist of five silicon plates [5]) or with the use of the intermediate layers or parts. A direct connection is. as a matter of fact, a thermocompression connection. For connection of the silicon plates with the glass ones, containing oxides of the alkaline metals, the anode connection, belonging to the method of a solid-phase welding, is widely used, in the process of which cohesive oxides of the metals, formed in the course of heating, mix up well with the viscous glass; the use of an electric field allows us to lower the temperature of the connection. The glass plays the role of a solid electrolyte, while the limiting stage is a charge transfer in the glass. A connection with the use of an intermediate layer envisages a preliminary deposition of a eutectic alloy or a frit of fusible glass or compound on the plates [6-8].

As an alternative technological solution, a possibility of application of printers for manufacture of the electronic circuits and essentially new classes of products with the use of liquid silicon inks are investigated [9, 10].

The given work presents objects and conditions for realization of 3D structures on silicon with the use of the volume microprocessing.

Main directions for development of 3D-elements

The microelectromechanical systems (MEMS), the opportunities for which were formulated back in 1959 [11], should be considered as the first step in development of the technology for formation of 3D elements in the silicon structures. Although, the porous silicon was obtained a little bit earlier, but the incentive motive to intensification of studying of its properties and practical application was the discovery of an effective photoluminescence of the porous silicon at a room temperature in 1990 [12, 13].

The table presents the basic directions of the developments connected with the synthesis of three-dimensional objects in the silicon structures.

The assortment of products of the microsystem technologies is rather big, and it makes a basis for miniaturization of the electronic equipment (information-control systems, sensors, actuators, high frequency components, etc.) [14–18].

Formation of shaped elements

For microprofiling, first of all, the processes of anisotropic etching are used. Anisotropic etchants are complex multicomponent solutions consisting of an oxidizer, which transforms the silicon into a hydrated silicon dioxide, and a complexing agent, which in reaction with the hydrated dioxide ensures formation of a soluble complex ion and water. As oxidizers caustic potash (KOH), hydrazine-hydrate (NH2-NH2-H2O), ethylenediamine $(H_2NC_6H_4NH_2)$ are often used, and as complexing agents - isopropyl alcohol, monoethanolamine, tetramethylammonium hydroxide (CH₃)₄NOH₁₅(TMAH), polyatomic phenols (pyrocatechin, hydroquinone, pyrogallol, etc.); in all the systems water performs the function of a catalyst in supplying of ions of OH⁻ of the oxidation stage. In comparison with the structures containing caustic potash, the solutions on the basis of hydrazine-hydrate and ethylenediamine have high toxicity (MPC in the air for hydrazine-hydrate is 0.1 mg/m^3 , and for ethylenediamine -2 mg/m^3 in the air and 0.2 mg/l in water), but they are less stable in operation (exhaustion of a solution with an essential change of the properties) and storage (decomposition, oxidation), and sensitive to pollution of the surface of a plate [19-33].

The widely applied solutions on the basis of KOH ensure the minimal lateral and angular etching. Composition of an etchant can include additives influencing the anisotropy of etching or reducing the density of the pyramids at the bottom of an etched window (usually reducing the speed of etching). Such additives can be hydrogen peroxide, and certain organic compounds (benzochinon pyrazine). The speed of etching of silicon in the solutions on the basis of caustic potash is within the limits of $0.5-8.0 \,\mu$ m/min.; the temperature of a solution is 60...110 °C, the relation of the speed of etching of the silicon to the speed of etching of the silicon dioxide is approximately $(2-8) \cdot 10^3$. In [34] it is offered to use an alkaline etchant in a foam state for reduction of the influence on the elements, which are not subject to processing.

As the materials for the masking layers, the films of SiO_2 , Si_3N_4 , chrome, and gold are widely used [35].

Out of the methods for control and reproducibility of the thickness of the elastic elements the optimal methods are the self-stopping kinds of etching, the action of which is determined by the following factors:

- Selective action of an etchant depending on the type of conductivity of the silicon;
- Concentration of an impurity in a silicon plate;
- Chemical composition of the interface.

In [36–37] the technology of microprofiling is considered, in which action of the stop layer is based on anode passivation during etching of the silicon with a reverse-biased *p*-*n*-junction; the accuracy of formation of the membranes was determined by the spread of the thickness of the epitaxial layer and did not exceed $\pm 2 \ \mu m$.

Formation of the stop layer can be implemented by means of implantation of ions of boron with concentration at the level of 10^{20} cm⁻² or of helium with the energy more than 100 keV at a dose of irradiation of $2 \cdot 10^{12}$...3, $5 \cdot 10^{15}$ cm⁻² [38, 39]; in the latter case it is possible to achieve a decrease by several orders of the density of defects in the form of pimples and pits of etching. By means of the anisotropic etching with the use of the figures of a certain configuration it is possible to solve also the problem of division of a plate into crystals [40].

Isotropic etching in combination with anisotropic one is often used for increasing the reproducibility of a formed relief, and elimination of the edge defects in the form of sharp edges and corners [41].

One of the methods of a maskless shaping in the silicon is the method of electroerosive processing, the accuracy of shaping in which is reached due to the use of the shaped electrodes-tools.

By the results of the research of the electroerosive shaping in the silicon workpieces for manufacturing of the polymeric microlenses by the method of moulding under pressure (the diameter of the elements was 1.5 mm, depth - 0.25 mm) it was established, that at the amplitude of the pulses of 20...25 V, duration of pulses of 0.65...0.7 µs and the use of the deionized water as the working liquid, the accuracy of manufacturing was 8.5...10 µm, and roughness - not more than 1.5 micrometers [42].

Pulse microprocessing (with the use of the pulses of the current of the micro-, nano- and picosecond ranges) allows

us to raise the accuracy of the size and form of the macro- and microdimensional geometrical bodies and receive a surface roughness up to Ra = 10 nm [43-45].

The process of anisotropic etching of the deep flutes in the silicon ($h > 100 \ \mu\text{m}$) in the fluorine-containing ($C_4F_8 + SF_6$, $SF_6 + O_2$) plasma of high-frequency discharge is widely applied in microtechnology for creation of microdrives, microgyroscopes and other microelectromechanical systems [46].

As the etching environments in the anisotropic plasma etching of the silicon, the gas mixes on the basis of Cl_2 , CF_4 , SF_6 , SF_6 — $CBrF_3$, SF_6 — O_2 , CHF_3 — O_2 , $CHC1_3$ are used [47, 48]. Etching in plasma on the basis of Cl_2 ensures formation of vertical trenches (flutes) with smooth surfaces, but it has a low etching speed (by an order less than in the fluorine-containing plasma) and poor selectivity in relation to the mask [48].

The anisotropic ion-jet etching is realized basically in two versions: in high density plasma and in inductively bound plasma.

The anisotropic etching during an ion bombardment of the surface can be determined by formation (at the use of the fluorine-containing environments) on the surface of the silicon of a relatively stable layer of the fluorinated silicon, modification of the silicon surface due to radiation damages, formation of an adsorbed polymeric layer during bombardment of the gas environment by the low-energy ions (\leq 50 keV) [47, 49–50]. Technological process of *Bosch Co.* envisages a multiple switching from the etching mode to the mode of passivation in the processing cycle. At the first stage a fast isotropic etching of the silicon in SF₆ plasma is done, and at the stage of passivation a sedimentation of a polymeric film in the fluorocarbon plasma or a silicon oxidation in O2-plasma occurs, which reduces underetching for a mask [46, 51]. As the masks for the plasma anisotropic etching, usually a photoresist, SiO₂, and metals (Al, Ni, Cr), are used [46].

In [52] a possibility of a dimensional etching of Si and SiO₂ without any masks, by means of a localized gas discharge, the geometry of which is set by the topology of the surface of one of the electrodes, is considered; the resolution power of the process is $\sim 5 \ \mu m$.

The achievable parameters at the use of the deep plasma etching and the speed of etching of several micrometers/min. ensure an aspect ratio more than 50 and the depth of etching of 300 micrometers and over [52-54]. Classification of the basic ways of the anisotropic liquid and plasma-chemical etchings is presented in [55].

Formation of the porous silicon

In nanocomposites the size and the form of the particles, their volume fraction and surface properties are of major importance. Modification of the properties is determined by restriction of movement of the charge carriers in the particles, ramified surface of the environments, and a change of the electromagnetic fields affecting an atom of the environment in comparison with the volume materials.

The porous silicon is classified by several groups: macroporous silicon (pores of >50 nm; porosity ~5...30 %), mesoporous silicon (2–50 nm; 30–70 %) and microporous silicon (<2 nm; ~70...90 %). Depending on the formation conditions, the porous silicon has a wide interval of specific resistance (10^{-2} ... $10^{11} \Omega \cdot cm$), dielectric permeability (1.75...12) and refractive index (1.2...3.5) [56]. This means, that the porous silicon can be used as a semi-conductor and a dielectric layer in the devices of micro-, nano- and optoelectronics, and also for control of the impurity-defective compositions and fields of mechanical stresses of the instrument layers in heterostructures [2].

The basic ways for obtaining of the porous silicon are the following [57, 58]:

- Low-temperature electrochemical processing of the monocrystal silicon in the solutions based on the hydrofluoric acid;
- Chemical coloring etching in the solutions of the hydrofluoric acid with additives of strong oxidizers (KNO₂, HNO₃);
- Low-energy high-dose implantation.

High chemical activity of the porous silicon (its etching is 10–100 times faster, than that of the monocrystal silicon) allows us to use it as a "sacrificial" material during formation of 3D designs for the microsystem technology [59].

Formation of the columnar structures

High-aspect columnar structures are used as solutions to the problems of the electronic technologies, in particular, for manufacture of the electrodes for the electrochemical sources of current. The macroporous silicon with an ordered lattice serves as the initial material.

After anodizing the diameters and the forms of section of the macropores can be changed by means of additional processing (shaping) [60]. For this purpose a thermal oxidation is applied with the subsequent dissolution of the oxide [61] and liquid etching: isotropic or anisotropic [62]. The anisotropic etching is attractive, because it allows us to receive the architecture of 3D microstructures with the monodispersed walls limited by one type of crystallographic planes. Such structures are of interest, for example, for the anodes of the lithium-ion accumulators [63–67].

During the use of a monocrystal silicon the formation of the columnar structures is carried out by special ways of masking and subsequent plasma-chemical etching. In [68] the masking elements were created by a focused beam of ions of Ga^+ ; by etching of the unalloyed area a relief was formed with the depth up to 80 nm, and three-dimensional structures were obtained with the linear sizes of about 100 nm.

In [69] the silicon electrode for the battery, containing a silicon substrate or "silicon-on-dielectric" structure is considered. A mass of the submicronic silicon cores is fixed on it, covering not more than 0.5 of the area of the surface. The size of the cores is $0.1...1.0 \mu m$ in diameter and $1...10 \mu m$ in height. For manufacturing of the cores the insulating (island) lithography is used. For this purpose a film of chloride of caesium is put on a substrate by the vacuum deposition, then it is dissolved in water with formation of a substrate of hemispherical isolated sites on the surface, and then an ionic-beam etching is done through a mask of caesium chloride.

A mask from a gold film can be formed by a laser-induced transfer of a material from a metalized substrate-donor [70].

Formation of the transitive apertures

Creation of microassemblies with a general hermetic sealing on the basis of the finished functional nodes, made on the basis of multicrystal modules (MCM) or "systems in package", revealed a necessity for application of the switching film microcards and the switching printed-circuit boards [71–74].

One of the simple ways to a high level of configuration at rather small capital costs is a three-dimensional integration by means of the apertures made through the silicon (*through-silicon-vias*, TSV) [75–77].

TSV technology allows us to carry out interconnections at the level of the plates included in a three-dimensional assemblage of plates or crystals. The process of reception of the through transitive apertures includes operations of making "blind" apertures (with the depth up to $50...100 \ \mu m$) in a silicon plate by drilling or in another way (plasma etching, reactive ion etching, laser ablation), filling of the transitive apertures with the semi-conductor materials (polysilicon or metal — copper, gold, tungsten), and thinning of the plates. The operation of thinning is applied for opening of the "blind" transitive apertures, and also for increasing the productivity and improvement of the heat removal. On the reverse side of a thinned plate the contact platforms for assemblage are prepared.

Application of the laser technologies for operations of cutting, scribing, modification of surface, drilling of microapertures and creation of flutes, allows us to improve the engineering-and-economical characteristics of products and MST [78-83]. By means of a laser it is possible to make apertures in the silicon plates of any form with the aspect ratio up to 100 (in case of mechanical drilling it is 2, in case of ultrasonic drilling - 4).

For laser microprocessing the CO₂ lasers, copper vapor lasers, and eximer lasers are widely applied. Wider opportunities of the laser radiation are ensured by reduction of the wavelength of the radiation and duration of pulses. So, in case when the femtosecond pulses are used, the mechanism of destruction of a material by ablation is realized, which makes it possible to implement a qualitative precision dimensional processing (without any traces of melting or material evaporations) with the resolution of $< 2 \mu m$. Highly integrated systems at the level of the topological standards on a crystal of 20...65 nm require implementation of the transitive apertures with diameter of 2...5 μm .

Conclusion

High technologies determine the level of products, their competitiveness and, in the long run, the efficiency of the industrial activity. Among high technologies are the newest methods for processing of the materials based on the latest achievements of the fundamental sciences, and nonconventional methods, in particular. These methods of processing embrace the technologies based on the mechanisms, different from a mechanical influence on a material. Mastering of the technology of 3D processing with reference to the radio components and other microminiature products demands development of the designing methods, hi-tech industrial base, measuring systems for the quality control of the technological processes, means for measurement of the parameters of the processes and products, and mutual integration of new information technologies. This should be promoted by the available scientific and technological culture, generated in the country in the period of formation and development of the micro- and optoelectronics.

References

1. Topol A., La Tulipe D. C., Shi Jr., L., Frank D. J., Bernstein K., Steen S. E., Kumar A., Singco G. U., Young A. M., Guarini K. W., Ieong M. 3D integrated circuits, *IBM Journal of Research and Development*, 2006, vol. 50, no. 4/5, pp. 491–506.

2. *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika. Ot issledovanij k razrabotkam*, Sbornik statej, ed. P. P. Mal'cev, Moscow, Tehnosfera, 2005. 592 p. (in Russian).

3. Huster R., Kovacs A., Mescheder U. 3-D Micro Free-Form Manufacturing in Silicon, *Micro System Technologies 2005. Munchen, October 5—6*, 2005, pp. 55—62.

4. **Belov L., Zhitnikova M.** Mikro'elektromehanicheskie komponenty radiochastotnogo diapazona, '*Elektronika: NTB*, 2006, no. 8, pp. 18–25. (in Russian).

5. **Telec V. A., Negina Yu. S., Orlov A. A.** Izgotovlenie trehmernyh M'EMS metodami termokompressionnoj svarki, *Mikrosistemnaya tehnika*, 2004, no. 3, pp. 2–6. (in Russian).

6. **Vaganov V. I.** Integral'nye tenzopreobrazovateli, Moscow, 'Energoatomizdat, 1983, 136 p. (in Russian).

7. Gan'shin V. A., Timoshenkov S. P., Borisov A. G. Model' processa anodnogo sraschivaniya stekol razlichnogo sostava s kremniem i metallami, *Oboronnyj kompleks — nauchno-tehni-cheskomu progressu Rossii*, 2000, no. 4, pp. 19–23. (in Russian).

8. **Skupov V. D., Smolin V. K.** Sovremennoe sostoyanie tehnologii izgotovleniya pervichnyh preobrazovatelej MEMS – akselerometrov, *Novye promyshlennye tehnologii*, 2004, no. 1, pp. 11–14. (in Russian).

9. http://stoom.ru./comtent/view/875/1/

10. http://zoom/cnews/ru/news/line/injdex.shtml?2006/04/11/199497

11. Shurygina V. Dolgozhdannye M'EMS. Tehnologiya malyh form, '*Elektronika: NTB*, 2002, no. 4, pp. 8–13 (in Russian).

12. **Kashkarov P. K.** Neobychnye svojstva poristogo kremniya, *Sorosovskij obrazovateľnyj zhurnal*, 2001, vol. 7, no. 1, pp. 102–107. (in Russian).

13. **Zimin S. P.** Poristyj kremnij — material s novymi svojstvami, Sorosovskij obrazovatel'nyj zhurnal, 2004, vol. 8, no. 1, pp. 101—107. (in Russian).

14. **Nano-** i mikrosistemnaya tehnika. Ot issledovanij k razrabotkam, Sbornik statej, Ed. P. P. Mal'cev, Moscow, Tehnosfera, 2005, 592 p. (in Russian).

15. **Belov L., Zhitnikova M.** Mikro'elektromehanicheskie komponenty radiochastotnogo diapazona, '*Elektronika NTB*, 2006, no. 8, pp. 18–25. (in Russian).

16. **Kulikov K. V., Lancov V. N.** Mikro'elektromehanicheskie ustrojstva sistem svyazi: ucheb. posobie. Vladimir, Izd-vo VlGU, 2014. 94 p. (in Russian).

17. Buslov V., Kozhevnikov V., Kulikov D., Rembeza S., Russkih D. Poluprovodnikovye chuvstvitel'nye 'elementy dlya datchikov gazov i sistem signalizacii, *Sovremennaya 'elektronika*, 2008, no. 7, pp. 22–27. (in Russian).

18. Alekseev V. Novye mnogofunkcional'nye M'EMSdatchiki dvizheniya proizvodstva STMicroelectronics, *Komponenty i tehnologii*, 2015, no. 10, pp. 28–31. (in Russian).

19. Gotra Z. Yu. Tehnologiya mikro'elektronnyh ustrojstv: spravochnik, Moscow, Radio i svyaz', 1991, 528 p. (in Russian).

20. Lee D. B. Anisotropie Etching of Silicon, J. App. Phys., 1969, vol. 40, no. 11, pp. 4569.

21. Raisman A., Berkeablit M., Chan S. A. The controlles etching of silicon in catalized ethylenedi-amin pyrocatechol — water solutions, *J. Electrochem. Soc.*, 1979, vol. 126, no. 8, pp. 1406.

22. Fiziko-himicheskie metody obrabotki poverhnosti poluprovodnikov, Ed. Luft B. D., Moscow, Radio i svyaz', 1982, pp. 102–107. (in Russian).

23. **Bassous E.** Fabrication of novel three - demensional microstructures by the anisotropie etching of (100) and (110)

silicon, JEEE Trans. Electron. Dev., 1978, vol. ED-25, pp. 1178-1184.

24. Bean K. E. Anisotropic etching of Silicon, *JEEE Trans. Electron. Dev.*, 1978, vol. ED-25, pp. 1185–1193.

25. Glembocki O., Stahlbush R. E. Bias-dependent etching of silicon in aqueons KOH, *J. Electrochim. Soc.*, 1985, vol. 132, pp. 145–151.

26. Nijdav A. J., Van Suchtelen J., Berenschot J. W. Etching of silicon in alkaline solutions: A critical look at the (111) minimum, *J. Cryst. Growth.*, 1999, vol. 198–199, pp. 430.

27. Petrova V. Z., Koshelev N. I., Semenov O. Yu. Formirovanie struktur kremniya na izolyatore metodom izbiratel'nogo himicheskogo travleniya, '*Elektronnaya promyshlennost'*, 1995, no. 2, pp. 44–46. (in Russian).

28. **Chistyakov Yu. D., Rajnova Yu. P.** Fiziko-himicheskie osnovy tehnologii mikro`elektroniki, Moscow, BINOM. Laboratoriya znanij, 2010, 392 p. (in Russian).

29. Lehmann V. Electrochemistry of Silicon. Instrumentation, Science, Materials and Applications. Wiley-VCH Verlag GmbH, 2002, 277 p.

30. Fraden J. Handbook of modern sensors: physics, designs, and applications. 3rd ed. p. cm. Springer, 2006, 589 p.

31. Sugano T., Ikoma T., Tak'eisi E. Vvedenie v mikro'elektroniku, Per. s yap., Moscow, Mir, 1988, 320 p.

32. Um D., Lloyd S. MEMS Research and Curriculum Development by Bulk Micromachining Technology, *Journal of Education and Human Development*, vol. 1, Is. 1, 2007, pp. 72–79.

33. Weber A. C., Lang J. H., Slocum A. H. {111} Silicon etched planar electrical contacts for power MEMS-relays, *in Proc. 53rd IEEE Holm Conference on Electrical Contacts, Pittsburgh, PA, Sep. 2007*, pp. 31–43.

34. Shustrov A. V., Kobozeva G. A., Mironenko I. A. Sposob glubokogo anizotropnogo travleniya kremnievoj plastiny i ustrojstvo dlya glubokogo anizotropnogo travleniya kremnievoj plastiny, Patent RF \mathbb{N} : 2127926, opubl. 20.03. 1999. (in Russian).

35. **Sysoeva S.** M'EMS-tehnologii. Prostoe i dostupnoe reshenie slozhnyh sistemnyh zadach, '*Elektronika: NTB*, 2009, no. 7, pp. 80–89. (in Russian).

36. **Tenerz L., Hök B.** Micromachining of three- dimensional silicon structures by photoelectrochemical etching. // Electron. Lett., 1985, vol. 21, pp. 1207–1209.

37. **Ivaschenko E. I., Cvetkov Yu. B.** Issledovanie processa 'elektrohimicheskogo anizotropnogo travleniya kremniya, *Iz-vestiya vuzov, ser.'Elektronika*, 2000, no. 1, pp. 59–61.

38. **Skupov V. D., Smolin V. K.** Sposob anizotropnogo travleniya kristallov kremniya, Patent RF № 2106717, opubl. 10.03.1998. (in Russian).

39. **Vaganov V. I., Plohova G. S.** Zaschitnaya maska dlya gruppovogo himicheskogo razdeleniya monokristallicheskih plastin, orientirovannyh v ploskosti (100), A. s. \mathbb{N} 858491, opubl. 10.05.2000. (in Russian).

40. Suvorov A. L., Chaplygin Yu. A., Timoshenkov S. P., Prokop'ev E. P. i dr. Analiz preimuschestv, perspektiv primenenij i tehnologij proizvodstva struktur KNI: Preprint IT`EF 27-00, 2000, 51 p. (in Russian).

41. **Obuhov V. I., Karaseva T. V., Sychev S. V.** Sposob izgotovleniya uprugih 'elementov iz monokristallicheskogo kremniya, Patent RF \mathbb{N} 2211504, opubl. 27.08.2003. (in Russian).

42. **Abitov A. R.** Formoobrazovanie fasonnyh 'elementov v plastinah kremniya s primeneniem 'elektro'erozionnoj obrabotki, *Izvestiya Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Ser. Tehnicheskie nauki*, Tula, Izd-vo TulGU, 2010, is. 4, pp. 181–189. (in Russian).

43. **'Elektrohimicheskaya** obrabotka izdelij aviacionno-kosmicheskoj tehniki, Ed. B. P. Saushkin, Moscow, Forum, 2013, 430 p.

44. Saushkin B. P., Atanasyanc A. G., Sychkov G. A. Problemy i perspektivy razvitiya impul'snoj `elektrohimicheskoj razmernoj obrabotki, `*Elektronnaya obrabotka materialov*, 2003, No 2, pp. 10-22.

45. **Zhitnikov V. P., Zajcev A. N.** Impul'snaya `elektrohimicheskaya razmernaya obrabotka, Moscow, Mashinostroenie, 2008, 413 p.

46. McAuley S. A., Ashraf H., Atabo L., Chambers A., Hall S., Hopkins J., Nicholls G. Silicon micromachining using a highdensity plasma sourcre, J. *Phys. D: Appl. Phys.*, 2001, vol. 34, no. 18, pp. 2769.

47. Bertz A., Kuchler M., Knofler R., Gessner T. A. Novel high aspect ratio technology for MEMS fabrication using standard silicon wafers, *Sens. Actuators.*, 2002, vol. A 97–98, pp. 691–701.

48. **Kazanskij N. L., Kolpakov V. A., Kolpakov A. I.** Issledovanie osobennostej processa anizotropnogo travleniya dioksida kremniya v plazme gazovogo razryada vysokovoľtnogo tipa, *Mikro'elektronika*, 2004, vol. 33, no. 3, pp. 209–224. (in Russian).

49. **Gorovic B., Saja R. Dzh.** Reaktivnoe ionnoe travlenie, *Plazmennaya tehnologiya v proizvodstve SBIS*, per. s angl. Ed. N. Ajnspruka, D. Brauna, Moscow, Mir, 1987, pp. 253–296. (in Russian).

50. **Fl'em D. A., Donelli V. M., Ibbotson D. 'E.** Osnovnye princi py primeneniya plazmennogo travleniya dlya izgotovleniya kremnievyh priborov. — V kn.: *Plazmennaya tehnologiya v proizvodstve SBIS*: Per. s angl. / Pod red. N Ajnspruka, D. Brauna. M.: Mir, 1987, pp. 140—206. (in Russian).

51. Abramov A. V., Abramova E. A., Surovcev I. S. Razmernoe travlenie kremniya i dioksida kremniya lokalizovannym gazovym razryadom, *Zhurnal tehnicheskoj fiziki*, 2005, vol. 75, is. 7, pp. 70–74. (in Russian).

52. Dacheng Zhang, Zhihong Li, et al. A novel isolation technologi in bulk micromachining using deep reactive ion etching and polisilicon refill, *J. of Micromechanics and Microengenering*, 2001, vol. 11, no. 1, pp. 13–19.

53. **Xinxin Liand, Minhang Bao.** Micromachining of multithickness sensor-array structures with dual-stage etching technology, *J. of Micromechanics and Microengenering*, 2001, vol. 11, no. 3, pp. 239–244.

54. **Golishnikov A. A., Putrya M. G.** Razrabotka processa glubokogo anizotropnogo plazmennogo travleniya kremniya dlya tehnologii trehmernoj integracii kristallov, *Tehnologiya i konstruirovanie v 'elektronnoj apparature*, 2014, no. 1, pp. 36–41. (in Russian).

55. Sokolov L.V., Zhukov A. A., Parfenov N. I., Anurov A. E. Analiz sovremennyh tehnologijob`emnogo mikro profilirovaniya dlya proizvodstva chuvstvitel'nyh `elementov datchikov i M`EMS, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2014, no. 10, pp. 27—35. (in Russian).

56. **Zimin S. P.** Poristyj kremnij — material s novymi svojstvami / Sorosovskij obrazovateľnyj zhurnal, 2004, vol. 8, no. 1, pp. 101—107. (in Russian).

57. **Smolin V. K.** Poristyj kremnij: sovremennoe sostoyanie i perspektivy razvitiya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2016, no. 6, pp. 373–379. (in Russian).

58. **Koshevoj V. L.** Issledovanie kristallicheskogo poristogo kremniya, poluchennogo metodom 'elektrohimicheskogo travleniya s ispol'zovaniem podsvetki HeNe lazera, *Molodoj uchenyj*, 2015, no. 10, pp. 233–236. (in Russian).

59. Skupov V. D., Perevoschikov V. A., Shengurov V. G. Sposob formirovaniya membran v monokristallicheskoj kremnievoj podlozhke, Patent RF 2099813, opubl. 20.12.1997. (in Russian).

60. Astrova E. V., Parfen'eva A. V., Li G. V., Zharova Yu. A. Anizotropnyj shejping makroporistogo kremniya, *Fizika i tekhnika poluprovodnikov*, 2015, vol. 49, is. 4, pp. 561–568.

61. Lehmann V., Foll H. Formation Mechanism and Properties of Electrochmically Etched Trenches in n- Tipe Silicon, J. *Electrochem. Soc.*, 1990, vol. 137, pp. 653–659. 62. Trifonov T., Garin M., Rodriguez A., Marsal L. F., Alcubilla R. Tuhing the shape of makroporous silicon, *Phys. Status Solidi A*, 2007, vol. 204, pp. 3237–3242.

63. Quiroga-Gonzalez E., Carstensen J., Foll H. Mikrostructured silicon anodes for lithjum-ion bhatteries, *Electrochim. Acta*, 2013, vol. 101, p. 93.

64. Li G. V., Kulova T. L., Tolmachev V. A., Chernienko A. V., Baranov M. A., Pavlov S. I., Astrova E. V., Skundin A. M. Transformaciya struktury anodov iz makroporistogo kremniya v rezul'tate processov ciklicheskogo litirovaniya, *Fizika i tekhnika poluprovodnikov*, 2013, vol. 47, is. 9, pp. 1288–1294. (in Russian).

65. Wu H., Cui Y. Desgning nanostructured Si anodes for high energy lithium ion battries, *Nano. Today*, 2012, no. 7, pp. 414–429.

66. **Yaroslavcev A. B., Kulova T. L., Skundin A. M.** 'Elektrodnye materialy dlya litij-ionnyh akkumulyatorov, *Uspehi himii*, 2015, vol. 84, is. 8, pp. 826–852. (in Russian).

67. Fedulova G. V. Osobennosti formirovaniya makroporistyh kremnievyh 'elektrodov dlya portativnyh toplivnyh 'elementov, *Nauchno-tehnicheskij vestnik informacionnyh tehnologij, mehaniki i optiki*, 2008, is. 49, pp. 259–267. (in Russian).

68. **Bobrineckij I. I., Volkova A. V., Zajcev A. A.** i dr. Formirovanie kremnievyh nanostruktur plazmennym travleniem cherez masku, sozdannuyu sfokusirovannym puchkom ionov Ga⁺, *Izvesti-ya vuzov, 'Elektronika*, 2014, no. 2 (106), pp. 43–49. (in Russian).

69. Grin M. Strukturirovannyj kremnievyj anod, Patent RF № 2325008, opubl. 20.05.2008. http://www.findpatent.ru/byauthors/335965/>. (in Russian).

70. **Vejko V. P.** Opornyj konspekt lekcij "Lazernye mikro- i nanotehnologii v mikro'elektronike", Sankr-Peterburg: NIU ITMO, 2011, 41 p. (in Russian).

71. Yashin A. A. Konstruirovanie mikroblokov s obschej germetizaciej, Moscow, Radio i svyaz', 1985, 100 p. (in Russian).

72. Sedakov A. Yu., Smolin V. K. Tonkoplenochnye 'elementy mikro'elektroniki: osnovy proektirovaniya i izgotovleniya, Moscow, Radiotehnika, 2011, 168 p. (in Russian).

73. **Yudincev V.** Trehmernaya kremnievaya `elektronika. Chto, gde, kogda? Ch. 1. `*Elektronika:NTB*, 2011, no. 4, pp. 70–78; Ch. 2, `*Elektronika: NTB*, 2011, no. 5, pp. 96–103.

74. Vasil'ev A. Sovremennye tehnologii 3D-integracii // Komponenty i tehnologii, № 1, 2010. S. 156–158. (in Russian).

75. Vasin E., Shahnovich I. 3D-montazh mikrosborok.Tehnologiya VPI kak al'ternativa TSV, *Pechatnyj montazh*, 2010, no. 3, pp. 12–16. (in Russian).

76. Muhina E., Bashta P. 3D-sborka. Tehnologiya skvoznyh otverstij v kremnii / `*Elektronika: NTB*, 2011, no. 3, pp. 56–59.

77. **Hohlun A.** 3D-integracii — odin iz vozmozhnyh putej operezhayuschego razvitiya otechestvennoj mikro`elektroniki, 2010, Komponenty i tehnologii, no. 12, pp. 148—150. (in Russian).

78. **Kudryavceva A.** Primenenie lazernyh tehnologij v `elektronike, *Sovremennaya* `*elektronika*, 2010, no. 3, pp. 10—11. (in Russian).

79. Vaks E. D., Milen'kij M. N., Saprykin L. G. Praktika precizionnoj lazernoj obrabotki, Moscow, TEHNOSFERA, 2013, 708 p. (in Russian).

80. **Parfenov V. A.** Lazernaya mikroobrabotka materialov: ucheb. posobie. Sankt-Peterburg, Izd-vo SPbG`ETU "L`ETI", 2011, 59 p. (in Russian).

81. **Bahmann F., Myuller D., Klimt B., Knappe R.** Mikroobrabotka materialov pikosekundnymi lazerami, *Fotonika*, 2013, no. 1 (37), pp. 34–41. (in Russian).

82. **Makarov G. N.** Primenenie lazerov v nanotehnologii: poluchenie nanochastic i nanostruktur metodami lazernoj ablyacii i lazernoj nanolitografii, Uspehi fizicheskih nauk, 2013, vol. 183, no. 7, pp. 673–718. (in Russian).

83. **Chesnokov D. V., Chesnokov V. V.** Lazernoe formirovanie nanorazmernyh struktur, *Izvestiya vuzov. Priborostroenie*, 2009, vol. 52, no. 6, pp. 69–74. (in Russian).

М. П. Данилаев, д-р техн. наук, проф., **Н. В. Дорогов**, доц., **В. А. Куклин**, канд. техн. наук, ст. преподаватель, **А. В. Курангышев**, магистр, e-mail: adiasusik@gmail.com, **Н. С. Шилов**, студент, Казанский национальный исследовательский технический университет им. А. Н. Туполева — КАИ, г. Казань

ИЗМЕРЕНИЕ ХАРАКТЕРНОГО РАЗМЕРА СУБМИКРОННЫХ ЧАСТИЦ В ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССАХ МЕТОДОМ СВЕТОВОГО РАССЕЯНИЯ

Поступила в редакцию 10.03.2017

Показано, что для реализации нефелометрического метода измерения характерного размера субмикронных частиц (0,1...1 мкм) при их капсулировании в многофазных газовых потоках целесообразной является оптическая схема, реализующая измерение отношения интенсивностей $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ под различными углами наблюдения. При этом углы наблюдения индикатрисы рассеяния не должны превышать 15° при концентрации частиц не более 10^8 см^{-3} .

Ключевые слова: нефелометрический метод, измерение характерного размера субмикронных частиц, полидисперсные частицы, метод малых углов, отношение интенсивностей рассеяния

Для исследования характеристик полидисперсных частиц в газовых потоках широко применяют оптические методы, основанные на анализе параметров рассеянного излучения дисперсной средой интенсивностью I_0 . Интенсивность рассеянного излучения является функцией целого ряда характеристик как газовых потоков, так и самих частиц:

$$I^{(s)} = I_0 F(V_{\text{M3M}}, N, f(a), n(\lambda, a), \lambda, \theta, r, ...),$$
(1)

где $V_{\rm изм}$ — измерительный объем, из которого собирается рассеянное излучение; N — концентрация рассеивающих частиц радиусом a с функцией распределения по размерам f(a); $n(\lambda, a)$ — показатель преломления вещества частицы; λ — длина волны зондирующего излучения; θ — угол наблюдения рассеянного излучения от частицы, находящейся от нее на расстоянии r. Вид функциональной зависимости (1), как правило, неизвестен. Это затрудняет выбор схемы измерений, позволяющей обеспечить требуемую точность и разрешающую способность.

В технологическом процессе при измерении характерных размеров субмикронных частиц (диаметр частиц 100...1000 нм) в процессе их капсулирования требуется обеспечить разрешающую способность ~10 нм с учетом изменения показателя преломления полидисперсной среды, нестабильности концентрации в измерительном объеме, а также при отсутствии априорной информации о функции распределения частиц по размерам [1, 2].

Целью настоящей работы является обоснование оптической схемы измерения характерного размера субмикронных частиц в процессе формирования на их поверхностях полимерной оболочки.

Известно, что с ростом характерного размера частиц, например, в процессе их капсулирования полимером суммарная интенсивность рассеянного излучения средой растет в области малых углов по оси распространения зондирующего излучения

(рассеяние вперед) и уменьшается в противоположном направлении (рассеяние назад) [3, 4]. Поэтому определение изменений характерного размера субмикронных частиц возможно по измерению отношения интенсивностей $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ pacceянного излучения под разными углами соответственно. Это позволит избавиться не только от нестабильности источника излучения, но и от влияния флуктуаций концентрации субмикронных частиц в измерительном объеме, что может оказаться важным при практической реализации рассматриваемого подхода к измерению изменения их характерного размера. Реализовать такой подход возможно двумя путями: за счет контроля изменения отношения интенсивностей $I^{(s)}(\theta_1, \lambda_1)/I^{(s)}(\theta_2, \lambda_2)$ под разными углами на разных длинах волн и за счет контроля изменения отношения интенсивностей $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ на одной длине волны λ_1 , например, при разных углах в зоне малых углов рассеяния.

Использование малых углов рассеяния "вперед" (до 15°) позволяет снизить влияние показателя преломления [4—6] на результат измерений, что крайне важно, когда на субмикронной частице формируется оболочка из другого материала. Обобщенная схема измерений, реализующая метод малоугловой индикатрисы рассеяния с контролем отношения интенсивности рассеянного излучения, представлена на рис. 1.

Анализ интенсивности рассеянного излучения $I^{(s)}$ с учетом ее функциональной зависимости (1) для схемы на рис. 1 проводили методом математического моделирования, основанного на теории Ми [3, 4, 7]. При этом считали, что формируемые субмикронные частицы с оболочкой являются сферическими. Это допущение не влияет на результаты анализа в случае, когда измерение осуществляется в многофазных газовых потоках, в которых отсутствует выделенная ориентация субмикронных частиц. Анализ проводили с учетом дисперсности частиц по размерам.

При переходе к исследованию ансамбля частиц с концентрацией N принципиальным является вопрос об однократности рассеяния. В работе [7] введен параметр τ , характеризующий степень многократности рассеяния:

$$\tau \sim \frac{a^2}{l^3} L \sim N a^2 L, \qquad (2)$$

где L — линейный размер рассеивающего тела (измерительного объема); l — расстояние между рассеивающими частицами. При соблюдении условия $\tau \leq 1$ многократным рассеянием можно пренебречь, а если и $l \ll \lambda$, то рассеивающие частицы можно рассматривать как множество некогерентных излучателей. При этом интенсивность излучения, рассеянного ансамблем частиц, возможно получить суммированием интенсивностей рассеянного излучения от каждой частицы. Если L не превышает 10 мм, то моделирование процесса рассеяния излучения в однократном приближении возможно при концентрации частиц (размером до 1 мкм), не превышающей 10^8 см⁻³. В этом случае функцию F(...) в выражении (1) можно представить в виде

$$I_{i}^{(3)}(\theta_{i}, \lambda_{i}, r, n, ...) =$$

$$= I_{0i} N V_{\text{M3M}i} \int_{a_{1}}^{a_{2}} (I_{i \parallel}^{(s)} + I_{i\perp}^{(s)}) f(a) da, \qquad (3)$$

где $I_{i\parallel}^{(s)}$ и $I_{i\perp}^{(s)}$ — поляризационные составляющие рассеянного излучения:

$$I_{\rm II}^{(s)} = \frac{(\lambda)^2}{4\pi^2 r^2} \bigg|_{l=1}^{\infty} (-i)^l \bigg(B_l^e P_l^{(1)'}(\cos(\theta))\sin(\theta) - \frac{B_l^m P_l^{(1)}(\cos(\theta))}{\sin(\theta)} \bigg) \bigg|^2,$$

$$I_{\perp}^{(s)} = \frac{(\lambda)^2}{4\pi^2 r^2} \bigg|_{l=1}^{\infty} (-i)^l \bigg(\frac{B_l^e P_l^{(1)}(\cos(\theta))}{\sin(\theta)} - \frac{B_l^m P_l^{(1)'}(\cos(\theta))\sin(\theta)}{\sin(\theta)} \bigg) \bigg|^2,$$
 (4)



Рис. 1. Обобщенная схема измерения малоугловой индикатрисы рассеяния *Fig. 1. Generalized scheme of measurement of a small-angle indicatrix of scattering*

 $B_{l}^{e}(n, q), B_{l}^{m}(n, q)$ — коэффициенты, зависящие от $q = 2\pi a/\lambda$ — безразмерного параметра дифракции в теории Ми, функции $\psi_{l}(q) = \sqrt{(\pi q)/2} J_{l+1/2}(q)$ и ее производной, функции $\zeta_{l}^{(1)}(q) = \sqrt{(\pi q)/2} H_{l+1/2}^{(1)}(q)$ и ее производной; $J_{l+1/2}(q)$ и $H_{l+1/2}^{(1)}(q)$ — функции Бесселя и Ханкеля соответственно.

С учетом соотношения (3) для отношения интенсивностей $I^{(s)}(\theta_1, \lambda_1)/I^{(s)}(\theta_2, \lambda_2)$ получаем выражение $U(\theta_1, \lambda_1) =$

$$= \frac{I_{i}^{(s)}(\theta, \lambda_{i}, r, n, ...)}{I_{j}^{(s)}(\theta_{j}, \lambda_{j}, r, n, ...)} = \frac{\int_{a_{1}}^{a_{2}} (I_{i \parallel}^{(s)} + I_{i \perp}^{(s)})f(a)da}{\int_{a_{1}}^{a_{2}} (I_{j \parallel}^{(s)} + I_{j \perp}^{(s)})f(a)da}.$$
 (5)

Функция $U_c(\theta, \lambda_i, \theta_j, \lambda_j)$ описывает индикатрису рассеянного излучения на длине волны λ_i, нормированную интенсивностью рассеянного излучения $I_{j}^{(s)}(\theta_{j}, \lambda_{j}, r, n, ...)$ другого зондирующего источни-ка в фиксированном направлении наблюдения θ_{j} . В этом случае для обращения интегрального уравнения (5) и получения функции распределения f(a)требуется априорная информация только о величине показателя преломления [8]. Влияние концентрации рассеивающих частиц на результат измерения индикатрисы $U_c(\theta, \lambda_i, \theta_j, \lambda_j)$ полностью исключается, а остальные переменные в функции (1), такие как I_{0i} , $V_{\rm измi}$, *r*, учитываются посредством калибровки системы измерения. В связи с этим выбор параметров оптической схемы измерения может быть сведен к выбору длины волны зондирующего излучения λ_i и диапазона углов, в пределах которого измеряются интенсивности рассеянного излучения.

На наш взгляд, определение характерного размера субмикронных частиц по результатам измерений отношения интенсивностей рассеянного излучения на различных длинах волн, как это осу-

> ществлялось в работе [9], нецелесообразно. Это обусловлено тем, что при этом возникает необходимость дополнительно учитывать зависимость показателя преломления от длины волны.

> Диапазон изменения углов наблюдения при моделировании ограничим малыми углами в связи с тем, что малоугловое рассеяние слабо зависит от формы рассеивающей частицы [4], а также от материала частицы (показателя преломления) в широком диапазоне размеров

[5, 6]. Несмотря на то что для измерений предлагается использовать отношение интенсивностей, также важно поведение зависимостей абсолютной величины рассеянного излучения от размеров исследуемых частиц. На рис. 2 приведены некоторые характерные расчетные зависимости интенсивности рассеянного излучения "вперед" вблизи малых углов.

Крутизна этих рабочих характеристик существенно уменьшается с увеличением угла наблюдения, и при углах более 30° изменение интенсивности, связанное с изменением размера частицы, становится сравнимым с величиной флуктуации, обусловленной дифракционными проявлениями согласно теории Ми. Кроме этого, при увеличении угла наблюдения появляется неоднозначность зависимости, когда одной и той же интенсивности рассеянного излучения могут быть сопоставлены частицы с существенно различными размерами. Увеличение длины волны зондирующего излучения позволяет расширить диапазон измерения характерных размеров частиц. Поэтому верхний предел используемых углов наблюдения при снятии индикатрисы рассеяния определяется длиной волны зондирующего излучения и в то же время определяет диапазон измерения размеров исследуемых частиц. Нижний же предел угла наблюдения ограничивается техническим совершенством оптической схемы измерения и может сколь угодно близко приближаться к 0° [7]. Рабочие характеристики с использованием отношения интенсивностей рассеянного излучения под разными углами излучения представлены на рис. 3.

Данные характеристики (рис. 3) в диапазоне характерных размеров субмикронных частиц (диаметр 100...1000 нм) не имеют неоднозначности при углах наблюдения до 30°, хотя неоднозначность зависимости интенсивности рассеянного излучения



Рис. 2. Расчетные зависимости интенсивности рассеянного излучения "вперед" вблизи малых углов: показатель преломления частицы 1,588, полуширина спектральной линии излучения 25 нм (светодиод). Длина волны зондирующего излучения 630 нм, угол наблюдения: $1 - 10^\circ$; $2 - 15^\circ$; $3 - 20^\circ$; $4 - 40^\circ$; $5 - 30^\circ$; $6 - 15^\circ$ *Fig. 2. Calculated dependences of the intensity of the "forward" scattered radiation near small angles: refraction index of a particle* – 1.588, halfwidth of the spectral line of radiation – 25 nm (light-emitting diode). *Wavelength of the probing radiation* – 630 nm, angle of observation: $1 - 10^\circ$; $2 - 15^\circ$; $3 - 20^\circ$; $4 - 40^\circ$; $5 - 30^\circ$; $6 - 15^\circ$



Рис. 3. Рабочие характеристики с использованием отношения интенсивностей рассеянного излучения под разными углами излучения: длина волны зондирующего излучения 630 нм, показатель преломления частицы 1,588, полуширина спектральной линии 25 нм (светодиод), отношение интенсивностей рассеянного излучения: $1 - J_{10'}/J_{30'}$; $2 - J_{20'}/J_{30'}$; $3 - J_{10'}/J_{20'}$

Fig. 3. The working characteristics with the use of the correlation of the intensities of the scattered radiation: wavelength of the probing radiation – 630 nm, refraction index of a particle –1.588, half-width of the spectral line – 25 nm (light-emitting diode), correlation of the intensities of the scattered radiation: $1 - J_{10^{-1}}J_{30^{-1}}; 2 - J_{20^{-1}}J_{30^{-1}}; 3 - J_{10^{-1}}J_{20^{-1}}$

при данных углах начинается при размерах частиц около 700 нм. Поэтому выбор диапазона изменения углов наблюдения при снятии индикатрисы должен быть основан на анализе характера зависимостей абсолютных значений интенсивностей рассеянного излучения, а не их отношений.

Таким образом, для реализации нефелометрического метода измерения характерного размера субмикронных частиц (0,1...1 мкм) при их капсулировании в многофазных газовых потоках целесообразной является оптическая схема, реализующая измерение отношения интенсивностей $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ под различными углами наблюдения. Угол наблюдения индикатрисы рассеяния не должен превышать 15° при концентрации частиц не более 10^8 см^{-3} .

Литература

1. Богомолова О. Ю., Данилаев М. П., Польский Ю. Е. Формирование сплошной полимерной оболочки вокруг субмикронных частиц // "Вестник КГТУ им. А. Н. Туполева". 2014. № 4. С. 68—73.

2. Данилаев М. П., Богомолова О. Ю., Богослов Е. А., Михайлов С. А., Польский Ю. Е., Пашин Д. М. Капсулирование полимером субмикронных частиц // Российские нанотехнологии. 2014. Т. 9, вып. 11–12. С. 41–44.

3. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука. 1973.

4. Борен К., Хафмен Д. Поглощение и рассеяние света малыми частицами. М.: Мир. 1986.

5. Беляев С. П., Никифоров Н. К., Смирнов В. В., Щелчков Г. И. Оптико-электронные методы изучения аэрозолей. М.: Энергоиздат. 1981.

6. Лысенко С. А., Кугейко М. М. Спектронефелометрические методы определения микрофизических характеристик пыли в аспирационном воздухе и отходящих газах цементных производств // Журнал прикладной спектроскопии. 2012. Т. 79, № 1. С. 66-77.

7. Шифрин К. С. Рассеяние света в мутной среде. М.: Изд-во технико-теоретической литературы. 1951.

8. Зуев В. Е., Наац И. Е. Обратные задачи оптики атмосферы. Ленинград: Гидрометеоиздат. 1990 г.

9. Козлов В. Л., Кугейко М. М. Измерительные системы на основе двухволновых полупроводниковых лазеров и концепции "безаприорности" // Приборы и методы измерений. 2012. № 2 (5). С. 20–27. 10. Тихомиров И. А., Мышкин В. Ф., Власов В. А., Борисов В.А, Сосновенко В. М., Васильев А. Г. Методы и устройства по определению индикатрисы рассеяния лазерного излучения в газодисперсной среде // Известия Томского политехнического университета. 2003. Т. 306, № 5. С. 41–44.

M. P. Danilaev, Professor, N. V. Dorogov, Associate Professor, V. A. Kuklin, Senior Lecture, A. V. Kyrangyshev, Magister, adiasusik@gmail.com, N. S. Shilov, Student, Kazan National Research Technical University named after A. N. Tupolev — KAI, Kazan

Corresponding author: **Kyrangyshev Andrey V.,** Kazan National Research Technical University named after A. N. Tupolev, Kazan, 420111, Russian Federation, adiasusik@gmail.com

Measurement of the Typical Sizes of the Submicron Particles in the Technological Processes by the Method of Light Scattering

Received on March 03, 2017 Accepted on April 17, 2017

An increase of the reproducibility of the mechanical characteristics of the dispersedly filled polymeric composite materials (DPCM) is reached, among other things, due to capsulation of the submicronic particles of the filler by a polymer. The technology for capsulation of the submicronic particles by a polymer demands a control of the thickness of the polymeric cover in the course of its formation. At that, it is necessary to ensure measurements of the thickness of the polymeric cover on the surfaces of the submicronic particles with account of the change of the refraction indicator of the polydisperse environment, the instability of concentration in the measuring volume, and also in the absence of the a priori information concerning the function of distribution of the particles by the sizes. The given work presents estimates of the parameters of the optical scheme realizing the nephelometric method of measurement of the thickness of the polymeric cover on the surfaces that for realization of the nephelometric method of measurement of the typical sizes of the submicronic particles during their capsulation in the multiphase gas flows, the optical scheme of $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$, which realizes measurement of the correlation of the intensities under various angles of observation, is expedient. At that, the angles for observation of the indicatrix should not exceed 15° at the concentration of the particles not exceeding 10^8 cm^{-3} .

Keywords: nephelometric method, measurement of the typical sizes of the submicronic particles, polydisperse particles, method of small angles, correlation of the scattering intensities

For citation:

Danilaev M. P., Dorogov N. V., Kuklin V. A., Kyrangyshev A. V., Shilov N. S. Measurement of the Typical Sizes of the Submicron Particles in the Technological Processes by the Method of Light Scattering, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 417–422.

DOI: 10.17587/nmst.19.417-422

The research of the characteristics of the polydisperse particles in the gas flows is done by means of the optical methods on the basis of analysis of the parameters of the scattered radiation by the disperse environment with intensity of I_0 . The intensity of the scattered radiation is a function of a number of characteristics, both of the gas flows, and of the particles themselves:

$$I^{(s)} = I_0 F(V_{\text{H3M}}, N, f(a), n(\lambda, a), \lambda, \theta, r, ...),$$
(1)

where $-V_{\text{HBM}}$ measuring volume, from which the scattered radiation is collected; N — concentration of the scattering particles with radius a and function of distribution by the sizes f(a); $n(\lambda, a)$ — refraction index of the substance of a particle; λ — wavelength of the probing radiation; a — angle of observation of the scattered radiation from a particle, which is at distance r from it. The kind of the dependence (1), as a rule, is unknown. This complicates selection of a scheme of the measurements ensuring accuracy and resolution.

The technological process of measurement of the typical sizes of the submicronic particles (diameters of 100...1000 nm) and their capsulation require resolution of ~10 nm with ac-

count of the change of the refraction index of the polydisperse environment, instability of the concentration in the measuring volume, and also in absence of information on the function of distribution of the particles by the sizes [1, 2].

The aim of the present work is substantiation of the optical scheme of measurement of the typical size of the submicronic particles in the course of formation of a polymeric cover on their surfaces.

As is known, with the growth of the typical size of the particles, for example, during their capsulation by a polymer, the total intensity of the radiation scattered by the environment grows in the area of the small angles on the axis of distribution of the probing radiation (forward scattering) and decreases in the opposite direction (backward scattering) [3, 4]. Therefore, determination of the changes of the typical sizes of the submicronic particles is possible by measurement of the correlation of the intensities of $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ of the scattered radiation at different angles. This will make it possible to get rid of the instability of a source of radiation and of the influence of fluctuations of the concentration of the submicronic particles in the measuring volume, which can be important for realization of an approach to measurement of the change of their typical sizes. There are two possible ways to realize the approach: due to control of the change of the correlation of the intensities $I^{(s)}(\theta_1, \lambda_1)/I^{(s)}(\theta_2, \lambda_2)$ at different angles on different wavelengths, and due to control of the change of the correlation of the intensities $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ on one length of wave λ_1 , for example, at different angles in the zone of small angles of scattering.

The use of small angles of "forward scattering" (up to 15°) allows us to lower the influence of the refractive index [4–6] on the results of measurements, which is extremely important when a cover of another material is formed on a submicronic particle. A generalized scheme of measurements realizing the method of a small-angle indicatrix of scattering with control of the correlation of the intensity of the scattered radiation, is presented in fig. 1.

The analysis of the intensity of the scattered radiation $I^{(s)}$ with account of its functional dependence (1) for fig. 1 was done by mathematical modeling based on Mi theory [3, 4, 7]. At that, it was assumed that the formed submicronic particles with a cover were spherical. This assumption does not influence the results in the case, when measurement is carried out in the multiphase gas flows, in which there is no allocated orientation of the submicronic particles. The analysis was done with account of the dispersion of the particles by sizes.

During transition to research of the ensemble of particles with concentration N the question of principle is the one of single-action scattering. In [7] parameter τ is presented, characterizing the degree of multiple-action scattering:

$$\tau \sim \frac{a^2}{l^3} L \sim N a^2 L, \qquad (2)$$

where L — the linear size of the scattering body (measuring volume); l — the distance between the scattering particles. If condition $\tau \le 1$ is observed, the multiple scattering can be neglected, but if $l \ll \lambda$, the scattering particles can be considered as a set of incoherent radiators.

At that, the intensity of the radiation scattered by an ensemble of particles can be obtained by summing up of the intensities of the scattered radiation from each particle. If *L* does not exceed 10 mm, modeling of the scattered radiation in a single approximation is possible at the concentration of particles (with the size up to 1 μ m), not exceeding 10⁸ cm⁻³. In this case function *F* () in expression (1) can be presented in the following form:

$$I_{i}^{(s)}(\theta_{i}, \lambda_{i}, r, n, ...) = l_{0i} N V_{\text{N3M}i} \int_{a_{1}}^{a_{2}} (I_{i\,\text{II}}^{(s)} + I_{i\perp}^{(s)}) f(a) da, \quad (3)$$

where $I_{i\parallel}^{(s)}$ and $I_{i\perp}^{(s)}$ are polarizing components of the scattered radiation:

$$I_{II}^{(s)} = \frac{(\lambda)^2}{4\pi^2 r^2} \bigg| \sum_{l=1}^{\infty} (-i)^l \bigg(B_l^e P_l^{(1)'}(\cos(\theta))\sin(\theta) - \frac{B_l^m P_l^{(1)}(\cos(\theta))}{\sin(\theta)} \bigg) \bigg|^2,$$

$$I_{\perp}^{(s)} = \frac{(\lambda)^2}{4\pi^2 r^2} \bigg| \sum_{l=1}^{\infty} (-i)^l \bigg(\frac{B_l^e P_l^{(1)}(\cos(\theta))}{\sin(\theta)} - \frac{B_l^m P_l^{(1)'}(\cos(\theta))\sin(\theta)}{\sin(\theta)} \bigg) \bigg|^2,$$
(4)

 $B_l^e(n, q), B_l^m(n, q)$ — coefficients depending on $q = 2\pi a/\lambda$ — dimensionless parameter of diffraction in Mi theory, function of $\psi_l(q) = \sqrt{(\pi q)/2} J_{k+1/2}(q)$ and its derivative, function of $\zeta_l^{(1)}(q) = \sqrt{(\pi q)/2} H_{l+1/2}^{(1)}(q)$ and its derivative; functions of Bessel and Hankel.

Taking into account correlation (3) for the relation of intensities $I^{(s)}(\theta_1, \lambda_1)/I^{(s)}(\theta_2, \lambda_2)$ we get the following expression:

$$U_{c}(\theta, \lambda_{i}, \theta_{j}, \lambda_{j}) =$$

$$= \frac{I_{i}^{(s)}(\theta, \lambda_{i}, r, n, ...)}{I_{j}^{(s)}(\theta_{j}, \lambda_{j}, r, n, ...)} = \frac{\int_{a_{1}}^{a_{2}} (I_{i \parallel}^{(s)} + I_{i \perp}^{(s)})f(a)da}{\int_{a_{1}}^{a_{2}} (I_{j \parallel}^{(s)} + I_{j \perp}^{(s)})f(a)da}.$$
(5)

Function $U_c(\theta, \lambda_i, \theta_j, \lambda_j)$ describes the indicatrix of the scattered radiation on the wavelength of λ_i , standardized intensity of the scattered radiation $I_j^{(s)}(\theta_j, \lambda_j, r, n, ...)$ of another probing source in the fixed direction of observation θ_j . In this case for transformation of the integral equation (5) and reception of the function of distribution f(a) the a priori information only about the size of the refraction index [8] is required. The influence of the concentration of the indicatrix $U_c(\theta, \lambda_i, \theta_j, \lambda_j)$ is completely excluded, while the other variables in function (1) are also considered by means of calibration of the system of measurement. In this connection the choice of the parameters of the optical scheme of measurement boils down to selection of the angles, within the limits of which the intensities of the scattered radiation are measured.

In our opinion, determination of the typical sizes of the submicronic particles by the results of measurements of the correlation of the intensities of the scattered radiation on various wavelengths, as it was carried out in [9], is not expedient. This is due to the fact that there is a necessity in additional consideration of the dependence of the refraction index on the wavelength.

We will limit the range of the change of the angles of observation during modeling to small angles, because a smallangle scattering depends little on the form of the scattering particle [4] and also on the material (refraction index) in a wide range of the sizes [5, 6]. Notwithstanding the fact that for the measurements a correlation of the intensities is proposed, the behavior of the dependences of the absolute value of the scattered radiation on the sizes of the investigated particles is important. Fig. 2 presents certain characteristic calculated dependences of the intensity of the "forward" scattered radiation near small angles.

The steepness of the working characteristics decreases essentially with an increase of the angle of observation, and at angles more the change of the intensity connected with a change of the size of a particle, becomes comparable with the value of the fluctuation caused by the diffractional displays in accordance with Mi. Besides, an increase of the angle of observation causes an ambiguity in the dependence, when one and the same intensity of the scattered radiation can be compared with the particles with essentially various sizes. An increase of the wavelength of the probing radiation allows us to expand the range of measurement of the typical sizes of the

particles, which is visible from comparison of dependences "2" and "6". Therefore, the top limit of the angles of observation used for measuring of the indicatrix of scattering is determined by the wavelength of the probing radiation and it defines the range of measurement of the sizes of the investigated particles. The bottom limit of the angles of observation is limited by the technological perfection of the optical scheme of measurement and can approach 0° as close, as necessary [7]. The working characteristics with the use of the correlation intensities of the scattered radiation at different angles of radiation are presented in fig. 3.

The given characteristics (fig. 3) within the range of the typical sizes of the submicronic particles (diameters of 100...1000 nm) have no ambiguity at the angles of observation up to 30°, although an ambiguity of the dependence of the intensity of the scattered radiation at the given angles begins from the sizes of the particles of about 700 nm. Therefore, selection of the range of the change of the angles of observation at measurement of the indicatrix should be based on the analysis of the character of the dependences of the absolute values of the intensities of the scattered radiation, instead of their correlations.

Thus, for realization of the nephelometric method for measurement of the typical sizes of the submicronic particles (0.11 micrometers) during their capsulation in the multiphase gas flows, the optical scheme realizing the measurement of the correlation of intensities $I^{(s)}(\theta_1)/I^{(s)}(\theta_2)$ at various angles of observation is expedient. The angle of observation of the indicatrix of scattering should not exceed 15° at the concentration of the particles not more than 10^8 cm⁻³.

References

1. Bogomolova O. Yu., Danilaev M. P., Pol'skij Yu. E. Formirovanie sploshnoj polimernoj obolochk vokrug submikronnyh chastic, Vestnik KGTU im. A. N. Tupoleva, 2014, no. 4, pp. 68-73 (in Russian).

2. Danilaev M. P., Bogomolova O. Yu., Bogoslov E. A., Mi-hajlov S. A., Pol'skij Yu. E., Pashin D. M. Kapsulirovanie polimerom submikronnyh chastic, Rossijskie nanotekhnologii, 2014, vol. 9, vyp. 11–12, pp. 41–44 (in Russian).
3. Born M., Vol'f Eh. Osnovy optiki. Moscow, Nauka. 1973.

(in Russian).

4. Boren K., Hafmen D. Pogloshchenie i rasseyanie sveta malymi chasticami. Moscow, Mir. 1986 (in Russian).

5. Belyaev S. P., Nikiforov N. K., Smirnov V. V., Shchelchkov G. I. Optiko-ehlektronnye metody izucheniya aehrozolej. Moscow, Ehnergoizdat. 1981 (in Russian).

6. Shifrin K. S. Rasseyanie sveta v mutnoj srede. Moscow, Izdatel'stvo tekhniko-teoreticheskoj literatury. 1951 (in Russian).

7. Tihomirov I. A., Myshkin V. F., Vlasov V. A., Borisov V. A., Sosnovenko V. M., Vasil'ev A. G. Metody i ustrojstva po opredeleniyu indikatrisy rasseyaniya lazernogo izlucheniya v gazodispersnoj srede. Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta, 2003, vol. 306, no. 5, pp. 41–44 (in Russian).
8. Zuev V. E., Naac I. E. Obratnye zadachi optiki atmosfery.

Leningrad: Gidrometeoizdat. 1990 (in Russian).

9. Lysenko S. A., Kugejko M. M. Spektronefelometricheskie metody opredeleniya mikrofizicheskih harakteristik pyli v aspiracionnom vozduhe I othodyashchih gazah cementnyh proizvodstv. Zhurnal prikladnoj spektroskopii. 2012, vol. 79, no. 1, pp. 66-77 (in Russian).

10. Kozlov V. L., Kugejko M. M. Izmeritel'nye sistemy na osnove dvuhvolnovyh poluprovodnikovyh lazerov I koncepcii "bezapriornosti". Pribory i metody izmerenij, 2012, no. 2 (5), pp. 20-27 (in Russian).

УДК 620.22

DOI: 10.17587/nmst.19.422-431

Камалджит Сингх (Kamaljeet Singh), ISRO Satellite Centre, Bangalore, e-mail: kamaljs@isac.gov.in

ВЫБОР МАТЕРИАЛА ПОДЛОЖКИ В ТЕХНОЛОГИЯХ ПРОИЗВОДСТВА МЭМС **ДЛЯ СВЧ ПРИЛОЖЕНИЙ**

Поступила в редакцию 01.03.2017

Приведены подробные сведения о критериях выбора материала для построения МЭМС — приборов, работающих в диапазоне СВЧ. Выбор пластины играет важную роль в обеспечении простоты обработки, но в случае приборов, работающих на радиочастотах, для точного прогнозирования рабочих характеристик следует также принимать во внимание потери, связанные с полупроводниковой подложкой. Интеграция электроники на одном чипе налагает ограничения на выбор пластины. Детально обсуждаются свойства и характеристики различных материалов, преобладающих в СВЧ МЭМС, критерии выбора материала подложки, технологические аспекты и ограничения в выборе материалов для СВЧ диапазона. Сообщается о различных подходах, которые, однако, не отменяют необходимости принимать во внимание перед построением схемы процессы производства, частотный диапазон и аспекты применения СВЧ прибора.

Ключевые слова: пластина, СВЧ диапазон, микроэлектромеханическая система (МЭМС), кремний, высокое удельное сопротивление

Введение

Основные трудности в производстве СВЧ МЭМС связаны с разработкой эффективной технологии корпусирования и с вопросами обеспечения надежности. Оба эти аспекта зависят от выбора материала и технологии изготовления.

Выбор материала — один из критических моментов в технологии производства МЭМС, зависящих, главным образом, от доступности материала и легкости его производства. Так как производство МЭМС в большой степени наследует технологии изготовления интегральных схем (ИС) благодаря доступности инфраструктуры производства и высокому качеству материалов, то с учетом простоты их производства и интеграции кремниевые пластины являются естественным выбором.

Тенденции в технологии СБИС ведут к постоянному уменьшению размеров транзисторов; в производстве МЭМС, идущем в ногу с развитием КМОП-структур, постепенно проявляются такие же тенденции, если говорить о быстром проникновении МЭМС-приборов в различные области [1].

Сегодня в производстве МЭМС используют различные материалы; производимые МЭМС-приборы находят разнообразное применение от инерционных, физических приборов, СВЧ техники до медицины и пр. Материалами для производства МЭМС являются полупроводники, металлы, полимеры, керамика, композиты, выбор которых диктуется требованиями электрической, механической, температурной, химической и производственной совместимости.

СВЧ оборудование — одна из ключевых областей, где технологии МЭМС могут способствовать зарождению нового поколения высокоэффективных СВЧ схем. В настоящее время применяются такие СВЧ компоненты, как переключатели, реле, резонаторы, конденсаторы переменной емкости, перестраиваемые генераторы и фильтры.

В СВЧ диапазоне предпочтительны планарные топологии передачи сигнала вследствие лучшей совместимости с процессами производства ИС и достижения желаемых миниатюризации и функциональности. Топология копланарного волновода — предпочтительная передающая среда в СВЧ МЭМС благодаря минимальному влиянию подложки и простоте изготовления. Предпочтительны подложки с малым тангенсом угла потерь, высоким удельным сопротивлением и обработкой поверхности на уровне требований к полупроводникам; самые распространенные — пластины из термически окисленного кремния с высоким удельным сопротивлением (high resistivity silicon, HRSi), из GaAs или стекла. В случае окисленного HRSi эффективность ограничивается накоплением заряда у границы оксид-кремний.

В настоящее время для изготовления схем МЭМС в СВЧ диапазоне, кроме технологии, основанной на использовании пластин HRSi, применяют и наложение более толстого изолирующего слоя (>20 мкм) поверх кремния [2, 3], и покрывающий толстый слой полиимида, и мезатравление, и заполнение. Но все эти технологии процессоемкие и приводят к схлопыванию и понижению степени планиризации и большим потерям.

Выбор материала подложки играет важную роль в формировании общих рабочих характеристик СВЧ устройств, так как увеличение частоты напрямую связано с возрастанием потерь [4]. Обычно используемые пластины для СБИС/МЭМС-структур — кремний на изоляторе (SOI), кремний класса КМОП, SOS и пр. Общепринято использование в СВЧ диапазоне пластин с высоким удельным сопротивлением (ρ > 2 кОм · см). Основным ограничением в использовании таких пластин является совместимость КМОП-транзистора и МЭМС-прибора для сборки на одном чипе и сохранение высокого удельного сопротивления при высокотемпературных операциях. Это затруднение привело к разработке альтернативной технологии или материала для преодоления ограничения, налагаемого высоким удельным сопротивлением вследствие малой концентрации примесей.

В предлагаемой статье детально обсуждены аспекты, которые следует учитывать при построении СВЧ схем для МЭМС-структур, и свойства, имеющие значение для реализации схем МЭМС в различных частотных диапазонах.

Выбор подложек для схем МЭМС в СВЧ диапазоне

Точность соблюдения ширины спектральной линии и длины рабочего зазора определяется такими параметрами подложки, как класс обработки поверхности, и производственными процессами, такими как металлизация и формирование рисунка. Другие параметры подложки — тангенс угла потерь, изотропия, устойчивость диэлектрической постоянной, удельная теплопроводность, поле пробоя, механическая прочность и химическая устойчивость. Наибольшие потери, связанные с высокими частотами, — это потери в проводнике и диэлектрические потери, зависящие от материала подложки, тогда как излучательные потери связаны, в первую очередь, с внутренней поляризацией. Потери в изолирующих СВЧ материалах, таких как кварц, оксид алюминия и сапфир, перекрываются релаксацией из-за малой величины свободного заряда. Потери в проводнике и тангенс угла потерь играют важную роль, как и поверхностное удельное сопротивление, зависящее от дебаевского радиуса экранирования. В кремнии и арсениде галлия (GaAs) доля свободного заряда значительна, и это приводит к потерям в проводнике.

Микрополоски и копланарный волновод являются предпочтительными средами передачи, так как в них происходит распространение квазипоперечных электромагнитных (quasi-TEM) волн, но затухание на единицу длины линии в копланарном волноводе больше, чем в микрополосковой линии вследствие краевых эффектов.

Основное преимущество полупроводниковой подложки в СВЧ диапазоне состоит в сокращении размеров схемы благодаря высокой диэлектричес-кой проницаемости. Но высокая диэлектрическая проницаемость усиливает перекрестные искажения между линиями и понижает КПД антенны. Имеют значение и эффекты близости. Чтобы уменьшить эти эффекты, между проводниками должно быть

достаточно пространства. Еще один аспект, который следует принимать во внимание, — выбор материала проводника и его толщина. Нанесение слоев металла непосредственно на кремниевую подложку приводит к образованию барьера Шоттки и может завершиться возникновением выбросов напряжения на полупроводниковом переходе и осаждени-



Рис. 1. Структуры, возникающие в подложках из кремния и GaAs после микромеханической обработки [7]

ем кремния. В случае подложки из GaAs такие материалы, как Au и Zn, образуют омические контакты, тогда как Ti, Pt и W приводят к образованию контактов Шоттки. Слой изоляции типа SiO₂ на подложке вызывает межинтерфейсные потери и потери в подложке, а также внутренние/собственные и внешние/примесные потери кремния, обусловленные конечным удельным сопротивлением [5]. Имеет значение и толщина изолирующего слоя: ее следует оптимизировать, чтобы уменьшить паразитные емкости на высоких частотах. Взаимосвязь предельной частоты и удельного сопротивления подложки можно выразить следующей формулой:

$$f_c = 1/(2\pi\rho\varepsilon'),\tag{1}$$

где р и є' — соответственно удельное сопротивление и диэлектрическая проницаемость кремниевой подложки. Над потерями в HRSi преобладают потери в проводимости, и в зависимости от сопротивления подложки существует определенная граничная частота, отделяющая потери в проводнике от диэлектрических потерь.

Выбор подложки — ответственный этап, и цель поиска — подложка с малым тангенсом угла потерь, высоким удельным сопротивлением и чистотой поверхности полупроводникового класса. Обычно в качестве подложки используют HRSi, GaAs, плавленый кварц и т.п. Существует альтернатива этим подложкам: ионной имплантацией протонами кремния КМОП-класса тоже возможно обеспечить высокое удельное сопротивление, и этот процесс также совместим с производством КМОПструктур [6].

Концепция микромеханической обработки

Существует два основных подхода, наиболее распространенных в производстве СВЧ МЭМС: объемная и поверхностная микромеханическая обработка. Главное достоинство объемной обработки в том, что она позволяет удалить материал подложки, который вызывает дисперсию скорости распространения волны. Эта технология позволяет расширить диапазон рабочих частот до 110 ГГц (W-полоса) и подходит для построения решеток СВЧ патч-антенн. Поверхностная обработка применяется в основном в топологиях СВЧ переключателей и фазовращателей. Материалы, из которых изготовляют МЭМС, приведены в табл. 1.

Объемная микромеханическая обработка (рис. 1) более популярна при изготовлении СВЧ уст-

Таблица 1 *Table 1*

		MEMS Materials			
Материал <i>Materials</i>	Коэффициент термиче- ского расширения, 10 ⁶ /К <i>Thermal expansion</i> <i>coefficient 10⁶/К</i>	Удельная теплопроводность при 300 K, Вт/м·К Thermal Conductivity at 300 K, W/m·K	Удельная тепло- емкость, Дж/кг · К Specific Heat, J/kg · К	Плотность, $K\Gamma \cdot M^{-3}$ <i>Density,</i> $Kg \cdot m^{-3}$	Удельное сопро- тивление, Ом · м <i>Electrical</i> <i>resistivity</i> , Ω·m
Si	2,6-3,1	150	700	2330	2330
SiO ₂	0,5	1,4	1000	2200	$10^{12} - 10^{14}$
Si_3N_4	3,3	30	1100	3270	$10^{6} - 10^{15}$
SiC	3,9	111	667	3210	$31,66 \cdot 10^{-8}$
Никель <i>Nickel</i>	13	90,7	$0,44 \cdot 10^3$	8900	$6,8 \cdot 10^{-8}$
Pt	8,8	70	130	21 090	$10,6 \cdot 10^{-8}$
Au	14	295	130,2	19 300	$2,2 \cdot 10^{-8}$
Воздух <i>Air</i>	3430	0,024	$1,0005 \cdot 10^3$	1,239	$1 \cdot 10^{18}$
Поликремний Poly silicon	2,8	29—34	702	2330	$3,22 \cdot 10^{-7}$
Пористый кремний Porous silicon	2	1	850	466	

Maтериалы MЭMC MEMS Materials



Рис. 2. Этапы обработки пластины

ройств, в частности, патч-антенн, благодаря резкому уменьшению связанных с ней диэлектрических потерь, меньшей дисперсии и меньшей чувствительности к изменениям в диэлектрической проницаемости подложки. Изотропное травление кремния осуществляют смесью плавиковой, азотной и уксусной кислот (HNA). Анизотропными мокрыми травителями при микромеханической обработке являются КОН, EDP, ТМАН и гидразин, причем обычно используют ТМАН ((CH₃)₄NOH), так как этот травитель совместим с технологией КМОП, а ионы щелочных металлов разрушают КМОП-структуры. Травление обычным гидроксидом щелочного металла (КОН) дает четкий рисунок, но существует вероятность образования пирамидальных вспучиваний (холмиков) на травленой поверхности и сквозных отверстий в травленой мембране (при травлении гидразином). Растворы этилендиамина — пирокатехина (EDP) и гидразина канцерогенны и токсичны. Химикаты EDP и ТМАН, давая гладкую поверхность, оказывают минимальное воздействие на оксидный слой.

Табл. 2 представляет сравнительный анализ обычных материалов подложки и топологии, получаемые мокрым травлением.

Размеры пластин

При выборе подложки для производства МЭМС руководствуются соображениями простоты создания 3D-структур с помощью мокрого травления и микромеханической обработки, что отличает производство МЭМС от стандартного процесса производства ИС. Технология СБИС стремительно продвигается от диаметра чипа 200 мм к диаметру 300 мм, более выигрышному в отношении цены, и в том же направлении двигается производство схем МЭМС.

Увеличение размеров пластины связано с ее утолщением и утяжелением, как показано в табл. 3. Толщина подложки играет важную роль в температурных эффектах, потерях на распространение, распространении в режиме высшего порядка, соотношении импеданс/ширина полосы и в хрупкости пластины.

Выбор подложки и толщины пластины в СВЧ МЭМС зависит от рабочей частоты и критерия рассеяния мощности. Более толстая подложка увеличивает потери на излучение и понижает теплопроводность. Уменьшение толщины и размеров прибора приводит к более рентабельным решениям, так как стоимость изготовления одного чипа при групповой обработке прямо пропорциональна его объему. Для кремния основные этапы обработки пластины представлены на рис. 2.

Обработка пластин большего диаметра представляет определенные трудности: неоднородность обработки и возникновение термических напряжений из-за радиального градиента температур, приводящие к смещению, проскальзыванию и искривлению пластин.

Выбор пластины

Стандартная кремниевая подложка (выращенная методом Чохральского) обладает удельным сопротивлением 10 $\Omega \cdot$ см, и при частотах, превышающих 1 ГГц, толщина скин-слоя превышает толщину подложки, что приводит к распространению СВЧ потерь на всю подложку. Удельное сопротивление высокорезистивной подложки на два порядка выше удельного сопротивления стандартной подложки, изготовленной по технологии низколегированного кремния, т. е. плавающей зоны (ПЗ), или MeV ионной имплантацией протонов.

> Таблица 2 *Table 2*

Материалы СВЧ подложки и соответствующие травители RF substrate material and subsequent etchants

		-
Материал подложки Substrate material	Химикаты для мокрого травления Wet chemistry	Топология Remarks
GaAs	H ₂ SO ₄ /H ₂ O ₂ /H ₂ O	Анизотропная с шероховатостями Anisotropic with roughness
Стекло/кварц Glass/Quartz	HF	Изотропная с шероховатостями Isotropic with roughness
Кремний/HRSi Silicon/HRSi	КОН/ТМАН	Анизотропная с глад- кой поверхностью Anisotropic with smooth surface

Таблица 3 *Table 3*

Соотношения размера и массы пластины

Comparative chart of wafer size vs weight

Размер/толщина пластины (Si)	Macca пластины, г
Size/Thickness	Weight, g
4″/525 мкм (µm)	9,5
6″/675 мкм (µm)	25
8″/725 мкм (µm)	53,4

Альтернативный подход — использование пористого кремния [8], что также совместимо с технологией получения КМОП-структур и может, наряду с уменьшением перекрестных помех, гарантировать необходимое электромагнитное экранирование.

Еще одна возможность состоит в использовании полиSi и аморфного кремния, но у них высок уровень внутренних напряжений и они нестабильны при температуре выше 250 °С.

В МЭМС-технологиях используются разнообразные подложки, такие как кремний, GaAs, стекло, силикон. Стандартными свойствами пластины являются:

- удельное сопротивление (Ом · см);
- легирующая добавка;
- плоскостность/планарность (поверхности);
- ориентация кристалла;
- доводка поверхности (мкм);
- толщина пластины (мкм);
- метод выращивания (по Чохральскому/ПЗ);
- диаметр пластины (мм);
- содержание кислорода и углерода (ppm);
- изгиб, искривление/коробление, конусность (мкм);
- радиальное изменение удельного электрического сопротивления;
- изменение общей толщины (TTV);
- дислокации (на см²).

Основной стандартный показатель, который отличает кремний от высокорезистивного кремния, удельное сопротивление. В эпитаксиальных пластинах тонкий эпитаксиальный слой имеет другое сопротивление, чем вся масса подложки, однако потери, связанные с конечным удельным сопротивлением, все же присутствуют.

Другой возможный вид пластины представляет SOI (кремний на изоляторе); технология изготов-

ления SOI-подложек с использованием SIMOX (кремния, имплантированного кислородом) и соединенных пластин применяется в производстве ИС.

При применении SOS (кремния на сапфире) сапфир исключает потери, связанные с полуизолирующим кремнием; добавочным преимуществом при этом служит возможность использования MESFET-технологии, но ограничением является внутренняя анизотропность, связанная с ним.

По сравнению со стандартной подложкой из оксида алюминия с коэффициентом затухания $5 \cdot 10^{-4}$ (10 ГГц) потери в кремнии существенно изменяются с изменением удельного сопротивления. Удельное сопротивление подложек из высокорезистивного кремния HRSi имеет порядок величины 10^{-3} по сравнению с 10^{-4} у кремния с удельным сопротивлением 10 к $\Omega \cdot$ см [9].

Для уменьшения влияния низкого удельного сопротивления кремниевой подложки, получения лучших электрических показателей, однородности и гранулярной структуры применяют сочетание толстого оксидного слоя с пластиной высокого удельного сопротивления.

Общие свойства СВЧ материалов представлены в табл. 4.

При выборе пластины, который играет большую роль, принимаются во внимание различные электрические свойства материалов.

Привлекательным материалом подложки в СВЧ диапазоне является стекло благодаря его высокому удельному сопротивлению и дешевизне (это самый дешевый из всех материалов). Ограничениями для использования стеклянных пластин являются их малая механическая прочность, плохая теплопроводность и различные потери: на электропроводность, релаксационные, вибрационные и связанные с ними деформационные потери. Наблюдае-

> Таблица 4 *Table 4*

Common properties of various substrate materials for RF						
Свойство Characteristic	GaAs	Si	Полуизолирующий GaAs Semi-insulating GaAs	Полуизолирующий GaAs Semi-insulating GaAs	Оксид алюминия <i>Alumina</i>	
Диэлектрическая постоянная Dielectric constant	12,9	11,7	12,9	11,7	9,7	
Диэлектрические потери Dielectric Loss	0,003	0,0025	0,003	0,0025	0,0001	
Плотность (г/см ³) Density (g/cm)	5,32	2,33	5,32	2,33	3,00	
Удельная теплопроводность (W /см · K) Thermal conductivity (W /сm · °K)	0,48	1,45	0,48	1,45	0,37	
Удельное электрическое сопротивление (Ом \cdot см) Resistivity ($\Omega \cdot$ сm)	_	_	$10^{7} - 10^{9}$	$10^3 - 10^5$	$10^{11} - 10^{14}$	
Подвижность электронов (см ² /V \cdot с) Electron mobility (cm ² /V \cdot s)	4300	700	—	—	—	
Насыщенная скорость дрейфа электронов (см ² /с) Saturated electron velocity (cm^2/s)	1,3 • 107	9,0 · 10 ⁶	_	_	—	

Общие свойства материалов подложек для CBЧ приборов Common properties of various substrate materials for RF

Таблица 5 *Table 5*

Характеристики стеклянных подложек Glass substrate characteristics

Материал Material	Диэлект- рическая проницае- мость (ε_r) <i>Permittivi-</i> <i>ty</i> (ε_r)	tgδ	Трихлор- этилен (ppm/°C) <i>TCE</i> (ppm/°C)	Удельная теплопро- водность BT/M · °C <i>Thermal</i> <i>conductivity</i> (W/m · °C)
Стеклокерамика	6,0	0,0050	8,6	0,75
Ceramic glass Pyrex® 7740 (Corning® 7740) Pyrex 7740 (Corning 7740)	4,6	0,003	3,25	1,13
Плавленый кварц	4,0	0,0001	0,5	1,58
Боросиликатное стекло (Corning® 7050) Borosilicate	4,3	0,0047	3,3	1.1.4
(Corning 7050) Натриево-каль- циевое стекло Soda lime	6,0	0,02		0,94

мое расхождение между результатами измерений и данными, полученными на модели, в диапазоне радиочастот объясняется именно этими потерями, изменяющимися от пластины к пластине. Потери в плавленом кварце в 1,8 раза меньше, чем в стекле, но из кварца трудно изготовить детали с точным соблюдением крайне малых размеров.

В табл. 5 приведено сравнение характеристик стеклянных подложек.

Боросиликатное стекло — аморфное твердое вещество, содержащее SiO₂, бор и другие элементы, которые добавляют для изменения термических, механических и химических свойств стандартных стекол.

Еще один аспект, который следует рассматривать при выборе материала подложки, — микромеханическая обработка. Микромеханическая обработка кремния хорошо разработана. Возможно как мокрое, так и сухое анизотропное травление, но с другими подложками эти методы неосуществимы.

Рабочие характеристики в СВЧ диапазоне

Потери в кремниевых пластинах могут варьировать от 17 дБ/см для подложек класса КМОП до <1 дБ/см для HRSi; в случае прямого контакта металлического слоя с подложкой/базой из HRSi на частотах от 1 до 35 ГГц потери могут убывать до 0,1...0,2 дБ/см [10]. Использование HRSi требует осаждения изолирующего пассивирующего слоя перед созданием СВЧ МЭМС — схемы для исключения электропроводности между металлическими элементами и пробоя выпрямляющих контактов металл—полупроводник, но наличие такого слоя приводит к накоплению зарядов у границы оксид—кремний.

Табл. 6 представляет сравнительный анализ потерь в линиях передачи над обычно используемыми подложками

Корпусирование СВЧ МЭМС-прибора также имеет критическое значение, и главным соображением при выборе способа корпусирования является то, что из-за него не должны пострадать рабочие характеристики прибора.

Идеальным для СВЧ МЭМС-прибора является корпусирование уровня 0 (называемое "thin-film capping" или "chip capping"), при котором защитное покрытие формируется на пластине соразмерно прибору. Корпусирование нулевого уровня обеспечивает защиту от суровых условий во время резки, экранирования и приработки/старения, от окружающей среды, легкую интеграцию с внешними интерфейсными процессами и минимальное влияние на рабочие СВЧ характеристики. Благодаря этому методу корпусирования главным предметом рассмотрения остается разработка переходов с малыми потерями и снижение потерь от расстройки линий передачи.

Важен также выбор материала защитного покрытия; нанесение покрытия с использованием бензоциклобутена (ВСВ) в качестве связующего и герметизирующего слоя гарантирует, помимо лучших СВЧ характеристик, минимальную дегазацию (обезгаживание) и малое влагопоглощение. В ка-

> Таблица 6 *Table 6*

Сравнение потерь в линиях передачи над различными подложками	
Comparison of transmission line losses over various substrate	

Подложка Substrate	Потери (дБ/см) Losses (dB/cm)	Примечание <i>Remarks</i>
Стандартный кремний Std Silicon HRSi с изолирующим слоем HRSi with insulating layer	17 (135 ГГц <i>(GHz)</i>) 1 (135 ГГц <i>(GHz)</i>)	Большие потери из-за массивной подложки Higher losses associated with bulk substrate Интерфейсные и другие потери, связанные с оксидным слоем Interface & other losses associated with oxide lower
Henocpeдственно на HRSi Direct on HRSi	0,1—0,2 (135 ГГц (GHz))	Образование контакта Шоттки; тонкопленочная адгезия Formation of Schottky contact, thin film adhesion
Стекло Glass Оксид алюминия Alumina	<2,5 (Х-полоса) <i>(X-band)</i> <0,1	Изменение потерь; тонкопленочная адгезия Loss variation, thin film adhesion Гибридный подход для интеграции СВЧ и КМОП Hybrid approach for RF-CMOS integration

честве приработочного материала обычно выбирают оксид, полиимид или фоторезист, учитывая "нижнюю" топологию, а также планаризацию, толщину и соображения однородности.

В мембране используется металл, который может быть нанесен распылением и испарением, и он также вносит свой вклад в происходящие потери. Кроме того, металлические слои в СВЧ микроэлектронике используют и как скрытые проводники, открытые электроды или электрические контакты. Обычно применяют золото, никель, алюминий, хром, титан, вольфрам, платину и серебро, обосновывая выбор применением (того или иного металла) для предотвращения коррозии, высокотемпературной обработки, наличием низкой каталитической активности и адгезионных свойств.

Заключение

Технология СВЧ МЭМС развивается и претерпевает взрывной (экспоненциальный) рост во многих областях от беспроводных до бытовых и военных приложений. Коммуникационные системы будущего с улучшенной функциональностью потребуют большого разнообразия устройств малой массы, объема и энергопотребления.

Выбор топологии основан на учете того факта, что для минимизации потерь интеграция КМОПструктур нуждается в пластинах с низким удельным сопротивлением, тогда как СВЧ устройствам для этого требуются высокорезистивные пластины.

Другой путь, который может привести к достижению высокой эффективности, состоит в сочетании СВЧ и КМОП-структур с использованием пластин SOS или комбинировании микромеханической обработки с вариантами производства. Материалы играют важную роль в этих разработках, так как от них зависит производство и функционирование устройств.

Эта статья содержит краткий обзор материалов, обычно применяемых при изготовлении СВЧ МЭМС, и их сравнительный анализ.

Автор благодарит коллег из SCL и директора группы SEG, ISAC за постоянную поддержку и ободрение.

Список литературы

1. Adolfo C. Reyes, Samir M. El-Ghazaly, Steve Doml, Michael Dydyk, and Dieter K. Schroder. Silicon as microwave substrate // IEEE MTT-S Digest. 1994. P. 1759–1762.

2. **Roy J. N. & Zarabi M. J.** Materials for VLSI Process // IETE Journal of Research. 1997. Vol. 43, N. 2 & 3, March— June, pp. 207–213.

3. Yang R.-Y., Huang C.-Y., Su Y.-K., Weng M.-H. and Wu H.-W. Loss characteristics of silicon substrate with different resistivties. Microwave and Optical Technology Letters. 2006. Vol. 48, N. 9. P. 1773–1776.

4. Singh K. & Nirmal A. V. Reliability Aspects in RF-MEMS Circuits for Space Applications // Journal of Engineering And Technology Research, 2016, N. 4 (6). P. 1–11.

5. Singh K., Bhatnagar D. & Pal S. CAD Analysis of microstrip lines using micromachining techniques // High frequency electronics, May 2007. P. 30–35.

6. Singh K., Bhatnagar D. & Pal S. Characterization of RF Transmission Lines on Ion-Implanted CMOS Wafers // High frequency electronics. April 2008. P. 32–36.

7. Singh K. & Pal S. Micromachining Concept on GaAs and a mm-Wave Oscillator Example // High Frequency Electronics, Oct 2006. P. 40–44.

8. Sarafis P., Hourdakis E. and Nassiopoulou A. G. Dielectric permittivity of Porous Si for use as substrate material in Siintegrated RF devices // IEEE Transactions on electron devices. April 2001. Vol. 60, N. 4. P. 1436–1443.

9. Singh K. & Nagachenchaiah K. Effect of resistivity variations on the performance of lossy micro-machined resonators // Microwave Journal, March 2008.

10. Karamakar A. and Singh K. Design and Development of X-band Planar Balun on Silicon // IETE Journal of research, Sept—Oct. 2013. P. 510—514.

Kamaljeet Singh,

ISRO Satellite Centre, Bangalore, e-mail: kamaljs@isac.gov.in

Corresponding author: **Kamaljeet Singh**, ISRO Satellite Centre, Bangalore, e-mail: kamaljs@isac.gov.in

Substrate Material Considerations in MEMS Processes for RF Applications

Received on March 01, 2017 Accepted on March 24, 2017

This article details material selection criteria for realization of the RF-MEMS devices. Wafer selection plays an important role in MEMS keeping into consideration of ease of processing but in case of radio frequency devices the losses associated with the semiconductor substrate is to be taken into account for accurate prediction of the performance. Further, integration of the electronics on the same chip imposes restriction on the selection of wafer. This article details the properties and characteristics of various materials prevalent in RF-MEMS, selection criteria for the substrate material, process considerations and constraints associated with the material selection particularly in RF domain. Various methodologies are reported but process, frequency considerations, application aspects are to be considered before circuit realization.

Keywords: wafer, radio-frequency(RF), micro-electro mechanical systems(MEMS), silicon, high resistivity

For citation:

Kamaljeet Singh. Substrate Material Considerations in MEMS Processes for RF Applications, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 422–431.

DOI: 10.17587/nmst.19.422-431

Introduction Tehnika

Main challenges being faced in RF-MEMS industry is the development of appropriate packaging technology and reliability issues. Both of these aspects are dependent on the choice of material and process technology. Material selection is one of the most critical aspects in MEMS technology and mainly depends on its availability and ease of fabrication. As the MEMS processes are mostly derived from IC technology due to availability of processing infrastructure and high quality materials so silicon wafer is the natural choice in due to ease of production and integration. Trends in VLSI technology leads to continuous shrinkage of transistor size and keeping in pace with the CMOS developments the same trend is slowly happening in the area of MEMS in terms of rapid penetration of these devices in various domains [1]. MEMS presently use various materials, processes covering wide range of applications ranging from inertial, physical, RF to medical domain etc. Materials for MEMS are semiconductor, metals, polymers, ceramics, composite and are selected based on the electrical, mechanical, thermal, chemical and processing compatibility.

RF domain is one of the key areas where MEMS technology can enable new generation of high performance RF circuits. RF components such as switches, relays, resonators, variable capacitors, tunable oscillators and filters are presently employed. Planar transmission topologies in RF are preferable due to compatibility with integrated circuit process and are preferable so as to achieve miniaturization and functionality. CPW topology is the preferred transmission media in RF-MEMS due to minimal substrate effect and ease of circuit realization. Substrate with a low loss tangent, high-resistivity and semiconductor grade finish are preferred and most common are thermally oxidized high-resistivity silicon (HRSi) wafers, GaAs and glass wafers. In case of oxidized HRSi the performance is limited by accumulation of charges at the oxide-silicon interface. Various other methodologies apart from HRSi (high-resistivity silicon) wafer presently in use for RF circuits in MEMS domain such as thicker insulating layer (>20 um) over silicon [2, 3], thick polyimide layer on top, mesa etching and filling but all these techniques are process intensive resulting in casping, lower degree of planarization and higher losses. Substrate selection of RF devices plays an important role for the overall performance as increase in frequency is directly related with the enhanced losses [4]. Commonly employed wafers in VLSI/MEMS domain are SOI, epi, CMOS grade silicon, SOS etc and especially for RF domain high resistivity wafer ($\rho > 2k\Omega \cdot cm$) is generally employed for processing. The main limitation of employing high resistivity wafer is compatibility of having CMOS transistor along with MEMS device on the same chip and maintaining resistivity while carrying out high temperature operations. This leads to finding out the alternative methodology or material so as to overcome the limitation imposed by the higher resistivity due to low implant. This article details various aspects to be taken into consideration for RF circuits in MEMS domain and various properties to be considered for realization of MEMS circuits at various frequency bands.

Substrate choice for RF circuits in MEMS domain

Substrate properties such as surface finish and the fabrication processes such as metallization and definition determine the accuracy of the line width and gap width. The other substrate parameters are loss tangent, isotropicity, consistency in dielectric constant, thermal conductivity, breakdown field, mechanical strength and chemical resistance. The major losses associated with high frequency are conductor and dielectric loss which depends on the substrate material whereas radiation losses are associated primarily with internal polarization. Losses in insulating microwave materials such as quartz, alumina, and sapphire are dominated by relaxation because they have very little free charge. Conductor losses and loss tangent also plays an important role along with surface resistivity parameter which is dependent on debye length. Si and gallium arsenide (GaAs) have a large component of free charge resulting in conductor loss. Microstrip and coplanar waveguide (CPW) are the preferred transmission media having quasi-TEM wave propagation but attenuation per unit line length in CPW is more compared to microstrip line due to edge-coupling effect. The basic advantage of the semiconductor substrate in RF domain is the reduction of circuit size due to high permittivity. But high permittivity increases the crosstalk between lines and decreases antenna efficiency. Proximity effects also are important and sufficient spacing to be ensured between conductors to reduce these effects. Another aspect taking into consideration is the choice of conductor material and its thickness. Directly putting metal layers over silicon wafer results in schottky barrier formation which can lead to junction spiking and silicon precipitation. In case of GaAs, materials such as Au, Tn, Zn forms ohmic contact whereas Ti, Pt, W forms schottky contact. The insulation layer such as SiO₂ over substrate results in interface and substrate losses along with intrinsic and extrinsic losses of silicon associated with the finite resistivity [5]. Further the thickness of insulator also plays an important role and to be optimized to reduce parasitic at higher frequencies. The cut off frequency in terms if substrate resistivity can be expressed as

$$f_c = 1/(2\pi\rho\varepsilon'),\tag{1}$$

where ρ and ε' are the resistivity and permittivity of the silicon substrate. The loss of HR Si is dominated by conductive losses and depending on the substrate resistivity, there is a particular frequency boundary demarcating between the conductor losses and dielectric losses. Choice of the substrate is an important consideration and substrate having low loss tangent, high-resistivity and semi-conductor grade finish is chosen and most commonly employed substrates are HRSi, GaAs, Glass, Fused quartz etc. Alternatively proton ion implantation on CMOS grade silicon can also results in high resistivity which is also CMOS compatible process [6].

Micromachining Concept

The two main concepts are more often used in RF-MEMS are: bulk and surface micromachining. The major advantage in bulk micro machined circuits is the removal of bulk sub-



Fig. 1. Micromachining structure in silicon and GaAs substrate [7]

strate beneath the transmission line leading to dispersion free wave propagation. This technique further extends the frequency ranges up to 110 GHz (W-band) and is suitable for high frequency patch array realization. Surface micromachining is primarily used in realization of RF-switch and phase shifter topologies.

Bulk micromachining concept (fig. 1) is more popular in RF domain particularly in patch antenna due to drastic reduction in the associated dielectric losses, less dispersive behaviour and less sensitive to substrate permittivity variations. HNA solution yield isotropic etching in silicon whereas anisotropic wet etchants for micromachining are KOH, EDP, TMAH, Hydrazine where TMAH ((CH_3)₄NOH) is generally employed due to CMOS compatibility as alkali metal ions are detrimental to CMOS structures. Conventional alkali metal hydroxide (KOH) etching provides well-defined pattern but possibility of pyramidal hillock on the etched surface exists and possibility of hole formation on etched membrane in case of hydrazine is observed. Ethylenediamine-pyrocatechol (EDP) and Hydrazine solutions are carcinogenic and toxic. EDP and TMAH chemicals are having minimal effect on oxide layer along with smooth surface.

Table 2 provides the comparative analysis of common substrate materials and topology due to wet etching.

Wafer sizes and thickness

430 -

The choice of substrate in MEMS process is governed by the ease of processing to create 3D structures employing wet environment and micromachining technique makes it apart from standard IC processes. VLSI technology is moving rapidly from 200 mm to 300 mm chip diameter due to cost advantage and the same is applicable to the MEMS circuits. The increase in wafer size is associated with higher thickness and weight as shown in Table. 3. Substrate thickness plays an important role in thermal effects, propagation losses, higher order mode propagation, impedance-bandwidth and fragility of wafer.

The choices of substrate and wafer thickness in RF-MEMS are dependent on the operating frequency and power dissipation criteria. Thicker substrate increases radiation losses and decreases heat conduction. Lower material thickness and size of the device leads to cost effective solution as processing cost per chip in batch processing is directly proportional to the volume of the chip. The main steps of wafer processing applicable to silicon show on fig. 2.

The large diameter wafer poses certain challenges such as processing nonuniformity, thermal stress due to radial

temperature difference leading to dislocations, slip and wafer distortions.

Wafer Selection

Standard silicon substrate (czochralski-grown) is having resistivity of 10 $\Omega \cdot$ cm and at frequencies beyond 1 GHz, the skin depth exceeds the substrate thickness resulting in RF losses extending over the full substrate. High resistivity substrate is having two order of magnitude higher resistivity compared to standard substrate which can be realized with low doped silicon technology i. e. Float-zone (FZ) or MeV proton implantation. The alternative methodology is to use porous silicon [8] which is also CMOS compatible process and can provide necessary electromagnetic shielding along with reduce cross talk. Alternatively, poly-Si and amorphous silicon can be employed but are having high level of intrinsic stresses and are unstable at >250 °C. MEMS technology employs variety of substrate such as silicon, GaAs, Glass, Silicone. Standard properties of the wafer are:

- resistivity $(\Omega \cdot cm)$;
- dopant;
- flatness;
- crystal orientation;
- surface finish (μm);
- wafer thickness (μm);
- growth method (CZ/FZ);
- wafer diameter (μm);
- oxygen and carbon content (ppm);
- bow, Warpage, Taper (μm);
- radial resistivity variation;
- TTV;
- dislocation (per cm²).

The main standard silicon and high resistivity are distinguished due to resistivity difference. In epi wafers, thin layer of epi is having different resistivity compared to the bulk substrate but losses associated with finite resistivity are still present. SOI (silicon on insulator) is another option where SOI substrate technologies using SIMOX (silicon implanted by oxygen) and bonded wafers are used for IC technology. In case of SOS (silicon on sapphire), sapphire eliminates the losses associated



with semi-insulating silicon and availability of MESFET technology is an added advantages but limitation is the inherent an-isotropicity associated with it. Compared to standard alumina substrate having attenuation of $5 \cdot 10^{-4}$ (10 GHz), the losses in silicon considerably changes with the resistivity. High resistivity silicon substrate (1 k $\Omega \cdot$ cm) is having attenuation of the order of 10^{-3} compared to 10^{-4} for silicon with resistivity of 10 k $\Omega \cdot$ cm [9]. To mitigate the effect of silicon substrate low resistivity, combination of thick oxide with high-resistivity wafer concept is implemented to achieve better electrical performance, uniformity and granular structure. Table. 4 shows the common properties of RF materials.

Wafer selection plays an important role and various electrical properties are taken into consideration. Glass substrate becomes an attractive alternative in RF due to its high resistivity and is the cheapest of all the materials. The limitation associated with the glass wafer is low mechanical strength, poor thermal conductivity and various losses such as conduction, relaxation, vibration and deformation losses associated with it. In case of RF mismatch between the simulated and measured results is observed due to these losses which varies from wafer to wafer. Fused quartz is having 1.8 times less losses than glass but precise fabrication of extremely small feature size is difficult. Table. 5 shows the comparative analysis of the glass.

Borosilicate glass is amorphous solid having SiO_2 with boron and various other elements added to change the thermal, mechanical and chemical conditions of the standard glass. Micromachining is another aspect to be considered for the choice of material. Micromachining in silicon is well defined and anisotropic etching using both wet and dry techniques is possible but same is not applicable for other substrates.

RF performance characterization

The losses associated with the silicon wafers can vary from 17 dB/cm for CMOS grade substrate to <1 dB/cm for HRSi and further can reduce to 0.1...0.2 dB/cm with direct contact of metal layer with HRSi substrate from 1...35 GHz [10]. High-R Si requires the deposition of an insulating passivation layer prior to processing RF MEMS circuits in order to prevent conduction between metal features and breakdown of metal-semiconductor rectifying contacts but it leads to the accumulation charges at the oxide-silicon interface. Table 6 brings out the comparative analysis of losses observed on the transmission lines over the commonly employed substrate.

The package of the RF-MEMS device is also critical and main consideration in selection of the same is the unchanged device performance due to packaging. The ideal packaging for the RF-MEMS devices is 0-level packaging which creates onwafer device scale enclosure and are classified as 'thin-film capping' and 'chip-capping'. 0-level package provides protection against harsh environment during dicing, shielding, ageing, harsh environment, easy integration with front-end processes and minimal effect on RF performances. Due to capping phenomena the main consideration is to develop low loss transitions and effect of detuning of transmission lines. Further the capping material plays an important role and chip capping using Benzocyclobutene (BCB) material as the bonding and sealing layer provides minimal out gassing with low moisture intake apart from better RF performances. Sacrificial material generally chosen is oxide, polyimide, photoresist keeping into consideration of beneath topology along with planarization, thickness and uniformity aspects. Membrane material uses metal which can be deposited by sputtering and evaporation and also plays role in determining losses. Metal layers in RF-MEMS are also used as buried conductors, exposed electrodes and in electrical contacts. Commonly used metals are gold, nickel, aluminium, chromium, titanium, tungsten, platinum and silver and selection is based on the application such as non-corrosion, higher temperature operation, low catalytic activity and adhesion property.

Discussion

RF-MEMS technology is evolving and showing explosive growth in various domains ranging from wireless to consumer and military applications. Future communication systems with enhanced functionality needs wide range of devices with low weight volume and power consumption. Selection of topology is based on the requirement as CMOS integration needs low resistivity wafer whereas RF needs high resistivity wafer for low losses. Alternatively, combination of RF and CMOS using SOS wafer or combining micromachining technique with process modifications can result in high performance realization. Material aspects play an important role in these developments as process and performance are dependent on the choice of the material. In this article an overview of the various materials commonly employed for RF-MEMS are shown and comparative analvsis is carried out.

Acknowledgement: Authors are thankful to colleagues at SCL and Group Director SEG, ISAC his constant support and encouragement.

References

1. Adolfo C. Reyes, Samir M. El-Ghazaly, Steve Doml, Michael Dydyk, and Dieter K. Schroder, Silicon as microwave substrate, *IEEE MTT-S Digest*, 1994, pp. 1759–1762.

2. Roy J. N. & Zarabi M. J. Materials for VLSI Process, *IETE Journal of Research*, March–June 1997, vol. 43, no. 2 & 3, pp. 207–213.

3. Yang R.-Y., Huang C.-Y., Su Y.-K., Weng M.-H. and Wu H.-W. Loss characteristics of silicon substrate with different resistivties, *Microwave and Optical Technology Letters*, Sept. 2006, vol. 48, no. 9, pp. 1773–1776.

4. Singh K. & Nirmal A. V. Reliability Aspects in RF-MEMS Circuits for Space Applications, *Journal of Engineering And Technology Research*, 2016, no. 4 (6), pp. 1–11.

5. Singh K., Bhatnagar D. & Pal S. CAD Analysis of microstrip lines using micromachining techniques, *High frequency electronics*, May 2007, pp. 30–35.

6. Singh K., Bhatnagar D. & Pal S. Characterization of RF Transmission Lines on Ion-Implanted CMOS Wafers, *High frequency electronics*, April 2008, pp. 32–36.

7. Singh K. & Pal S. Micromachining Concept on GaAs and a mm-Wave Oscillator Example, *High Frequency Electronics*, Oct. 2006, pp. 40–44.

8. Sarafis P., Hourdakis E. and Nassiopoulou A. G. Dielectric permittivity of Porous Si for use as substrate material in Si-integrated RF devices, *IEEE Transactions on electron devices*, vol. 60, no. 4, April 2001, pp. 1436–1443.

9. Singh K. & Nagachenchaiah K. Effect of resistivity variations on the performance of lossy micro-machined resonators, *Microwave Journal*, March 2008.

10. Karamakar A. and Singh K. Design and Development of X-band Planar Balun on Silicon, *IETE Journal of research*, Sept.—Oct. 2013, pp. 510—514.

Элементы MHCT Micro-AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

УДК 621.372, 621.049.7

DOI: 10.17587/nmst.19.432-442

В. Ф. Лукичев, д-р физ.-мат. наук, чл.-кор. РАН, директор, К. В. Лебедев, аспирант, e-mail: kiriklebov@gmail.com, В. А. Кальнов, канд. техн. наук, ученый секретарь, e-mail: vkalnov@ftian.ru Физико-технологический институт Российской академии наук (ФТИАН)

МОДЕЛИРОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК НИЗКОВОЛЬТНОГО МЭМС-ПЕРЕКЛЮЧАТЕЛЯ ЛАТЕРАЛЬНОГО ТИПА С ПРУЖИНОЙ ТИПА "МЕАНДР"

Поступила в редакцию 27.02.2017

Представлен смоделированный методом конечных элементов электростатический МЭМС-переключатель латерального типа с омическими контактами. В конструкции кантилевера применена пружина типа "меандр", благодаря чему кантилевер имеет малый коэффициент упругости, позволяющий достичь относительно низкого значения напряжения срабатывания (5,5 В). Проведено моделирование и теоретический анализ основных электромеханических характеристик переключателя.

Ключевые слова: нано- и микроэлектромеханические системы, электростатический переключатель, кантилевер, меандр, коэффициент упругости, алюминий, резонансная частота, напряжение срабатывания, время переключения

Введение

Микро- и наноэлектромеханические системы (МЭМС и НЭМС) — это устройства, объединяющие в себе микро- и наноэлектронные и микро- и наномеханические компоненты. Широкий класс МЭМС и НЭМС составляют переключатели. Они находят применение в ВЧ и СВЧ системах, таких как адаптивные антенны, переключательные матрицы и приемопередающие блоки беспроводных устройств связи.

Основную долю серийно выпускаемых МЭМС/НЭМС-переключателей составляют электростатические переключатели. Электростатические микроэлектромеханические переключатели приводятся в действие принципом электростатического возбуждения, где механическая часть переключателя (кантилевер) перемещается под действием электростатических сил. Электростатическое усилие создается путем подачи разности потенциалов на электроды [1]. Таким образом, эти переключатели могут быть сконфигурированы, чтобы быть во включенном (pull-in) или выключенном состоянии (pull-out). Электростатические механические переключатели являются более привлекательными, чем другие виды механических переключателей по причине простоты в изготовлении, высокой скорости переключения, низкого энергопотребления и возможности интеграции с другими элементами электрической цепи.

Сегодня механические переключатели изготавливают с использованием КМОП-технологии [2]. Путем уменьшения размеров электростатических механических переключателей было достигнуто значительное улучшение характеристик, сопровождающееся снижением рабочего напряжения и повышением скорости переключения, что сделало эти переключатели привлекательным решением для использования в широком диапазоне применений.

Однако существует серьезная проблема, препятствующая широкому применению МЭМС/НЭМСпереключателей в современных электронных схемах, имеющих низкое энергопотребление, — это высокое напряжение срабатывания (до нескольких десятков вольт) [3]. Именно поэтому разработка новых конструкций МЭМС/НЭМС-переключателей, имеющих низкое напряжение срабатывания, является актуальной задачей.

Существует несколько способов уменьшения напряжения срабатывания переключателей. Одним из них является применение в конструкции МЭМС/НЭМС-переключателей материалов, отличающихся низким коэффициентом упругости, но в то же время имеющих достаточную механическую прочность для большого числа циклов переключения. Также для снижения напряжения срабатывания (*pull-in*) МЭМС- и НЭМС-переключателей уменьшают расстояние между управляющим электродом (*gap*) и кантелевером [4], но это не всегда возможно ввиду особенностей конструкции. Другим способом снижения напряжения является применение совершенно новых конструкций МЭМС- и НЭМС-кантилеверов, например, использование вертикального МЭМС-переключателя с пружинным элементом типа "меандр", имеющим малый коэффициент упругости [5].

Обзор литературы

В работе [6] представлены различные типы емкостных вертикальных МЭМС-переключателей на основе конструкции со складчатыми петлями (меандрами), имеющими низкие значения коэффициента упругости кантилевера. Резонансные частоты переключателя лежат в диапазоне 2...40 ГГц. Напряжение срабатывания лежит в диапазоне 1,5...4,75 В. Исследованы конструкции переключателей с различным числом пружин.

В работе [7] сообщается о разработке МЭМСпереключателя с весьма низким напряжением срабатывания (1,7 В), имеющего конструкцию в виде сложенной петли. Применение такой конструкции было ключевым для достижения проектного воздушного зазора в 45 нм в подвешенном кантилевере практически без прогиба. Изготовленные переключатели работали стабильно до 10⁶ циклов переключения без заметного изменения напряжения срабатывания. Процесс изготовления полностью совместим со CMOS-технологией.

В работе [8] представлен вертикальный МЭМСпереключатель, в конструкции которого использованы меандровые пружины. Были исследованы конструкции с числом меандров от 1 до 5, получено наименьшее напряжение срабатывания 9 В при значении резонансной частоты 15 ГГц.

В работе [9] представлен смоделированный и изготовленный МЭМС-переключатель вертикального типа с ультранизким напряжением срабатывания. За счет использования конструкции пружины типа "меандр" вместе с контактной пластиной, содержащей квадратные отверстия, достигается напряжение срабатывания около 0,5 В, что делает его привлекательным в плане интеграции с низковольтными КМОП-устройствами. Диапазон частот переключателя колеблется от 3 кГц до 3 ГГц, время срабатывания составляет ~0,22 мс.

Как видно из результатов, представленных в вышеуказанных работах, применение в конструкции кантилевера складчатой структуры или меандра существенно снижает значения напряжения срабатывания переключателей.

Моделирование резонансных частот кантилевера

Моделирование методом конечных элементов в различных программных пакетах резонансных частот кантилевера [10] и электромеханических характеристик [11] МЭМС/НЭМС-переключателей позволяет сократить время и материальные средст-



Рис. 1. Общий вид и геометрические размеры модели кантилевера (в нм)



ва на производство тестовых образцов и смоделировать эффективную конфигурацию устройств, снижая при этом процент брака при их серийном производстве.

Моделирование выполнялось в программном пакете Comsol Multiphysics. В качестве материала модели использован металл — алюминий (плотность 2700 кг/м³, модуль Юнга равен 70 ГПа, коэффициент Пуассона — 0,34) [12].

Общий вид модели исследуемого кантилевера представлен на рис. 1.

Исследовали кантилевер следующей конфигурации: общая длина — 2000 нм, ширина — 80 нм, длина меандра кантилевера — 500 нм, высота меандра — 820 нм.

Цель модального анализа — установление значений собственных частот и форм колебаний кантилевера. Необходимость в расчете собственных частот и соответствующих им форм колебаний нередко возникает при анализе динамического поведения конструкции под действием переменных нагрузок. Наиболее распространена ситуация, когда при проектировании требуется убедиться в малой вероятности возникновения в условиях эксплуатации такого механического явления, как резонанс. Как известно, суть резонанса заключается в значительном (в десятки раз и более) усилении амплитуд вынужденных колебаний на определенных частотах внешних воздействий — так называемых резонансных частотах. В большинстве случаев возникновение резонанса является крайне нежелательным в плане обеспечения надежности изделия явлением. Многократное увеличение амплитуд колебаний при резонансе и вызываемые этим высокие уровни напряжений — одна из основных причин выхода из строя изделий, эксплуатируемых в условиях вибрационных нагрузок. Резонансные частоты собственных колебаний кантилевера должны быть максимально высокими, иначе в нем легко будут возбуждаться собственные колебания при срабатывании МЭМС-переключателя.

Моделирование проводили в окружающей среде — воздухе, при нормальных условиях (атмосферном давлении и комнатной температуре).



Рис. 4. Первая резонансная кривая (17 МГц) Fig. 4. The first resonant curve (17 MHz)

На рис. 2 и 3 (см. четвертую сторону обложки) показаны колебательные моды кантилевера в горизонтальной плоскости. Интерес представляют только первая (17 МГц) и третья (69 МГц) колебательные моды, так как кантилевер латерального (то есть горизонтального) МЭМС-переключателя также движется под влиянием электростатической силы в горизонтальной плоскости.

В целях определения добротности, соответствующей каждой колебательной моде, резонансные пики были смоделированы детально, с малым шагом по частоте. Добротность определяли как отношение резонансной частоты к ширине резонансного пика на уровне $1/\sqrt{2}$ от максимума. Детально измеренные пики, соответствующие первой и третьей колебательным модам, представлены на рис. 4 и 5. Полученные значения собственных частот колебаний, резонансных частот и добротности алюминиевого кантилевера приведены в таблице.

Наиболее низкой добротностью обладает первая изгибная колебательная мода. Изгибная мода 2-го порядка имеет добротность более чем на порядок выше. Стоит отметить, что резонансные частоты (координаты вершин резонансных пиков) несколько превышают собственные частоты модели. Предположительно, это связано с тем, что

мода Oscillatory modes	частота, МГц Own frequency, MHz	частота, МГц Resonant frequency, MHz	Доброт- ность Q Good quality Q		
Первая First Третья Third	17,5 69,09	17,5 69,1	58 230		



Рис. 5. Третья резонансная кривая (69,6 МГц) Fig. 5. The third resonant curve (69.6 MHz)

воздушный слой, окружающий кантилевер, действует как пружина, создавая дополнительную упругость. С уменьшением толщины воздушного слоя (т.е. с уменьшением расстояния между кантилевером и электродами) следует ожидать уменьшения добротности.

Далее по следующей формуле был рассчитан коэффициент упругости меандра кантилевера [13]:

$$k = E \cdot w \left(\frac{t}{L_c}\right)^3 \times \left(1 + \frac{L_s}{L_c} \left\{ \left(\frac{L_s}{L_c}\right)^2 + 12(1+\nu) \right\} \left[1 + \left(\frac{w}{t}\right)^2\right]^{-1}\right\}^{-1},$$

где E — модуль Юнга материала кантилевера; w — ширина кантилевера; L_s — длина пружины; L_c — длина консоли; t — толщина кантилевера; v — ко-эффициент Пуассона материала.

Общий коэффициент упругости меандра определяется выражением $k_1 = 4k/N$, где N — число меандров.

Коэффициент упругости прямоугольной части кантилевера определяется по формуле:

$$k_2 = \frac{Ewt^3}{4L^3}.$$
 (1)

Таким образом, общий коэффициент упругости *К* кантилевера выражается в виде

$$K = k_1 + k_2$$

и равен $2,7 \cdot 10^{-7}$ H/м.

Также было проведено исследование влияния изменения высоты кантилевера на значения частот его собственных колебаний. Высота кантилевера



Рис. 6. Зависимость значений резонансных частот от изменения высоты кантилевера: 1 — первая частота; 2 — третья частота Fig. 6. Dependence of the values of the resonant frequencies on a change of the height of the cantilever

менялась в диапазоне от 500 до 50 нм. Длина, ширина, кантилевера оставались неизменными.

Как следует из графика, приведенного на рис. 6, значения первой и третьей резонансных частот кантилевера очень незначительно зависят от изменения высоты кантилевера (толщины приборного слоя). Также было проведено исследование зависимости значения резонансных частот от ширины кантилевера. Значения ширины варьировали в диапазоне 40...120 нм.

Как видно из графика, изображенного на рис. 7, значения резонансных частот кантилевера возрастают при увеличении ширины в диапазоне 40...120 нм.

Моделирование и теоретический расчет основных электромеханических характеристик МЭМС-переключателя

По результатам моделирования нескольких конфигураций была определена оптимальная конфигурация низковольтного МЭМС-переключателя:

длина управляющего электрода — 1400 нм; ширина — 520 нм, расстояние между кантилевером и управляющим электродом — 60 нм, толщина переключателя — 100 нм.

На рис. 8, *а* и *b* (см. четвертую сторону обложки) изображено срабатывание МЭМС-переключателей. Кантилевер был заземлен, на управляющий электрод подавалось напряжение.

Как видно из результатов моделирования, при подаче напряжения 5,5 В на управляющий электрод свободный конец кантилевера отклоняется на расстояние 60 нм. Переключатель аналогичных размеров без меандра имеет напряжение срабатывания 8,5 В.

Для проверки результатов моделирования был проведен расчет напряжения срабатывания МЭМСпереключателя балочной конструкции с пружин-



Рис. 7. Зависимость значений резонансных частот от изменения ширины кантилевера: 1 — первая частота; 2 — третья частота Fig. 7. Dependence of the values of the resonant frequencies on a change of the width of the cantilever

ным элементом с использованием следующей формулы [13]:

$$V = \sqrt{\frac{8 K g_0^3}{27 \varepsilon_0 L t}},$$
(2)

где g_0 — первоначальный зазор между кантилевером и управляющим электродом; L — длина управляющего электрода; t — толщина МЭМС-переключателя; K — коэффициент упругости кантилевера; ε_0 — диэлектрическая проницаемость среды между кантилевером и управляющим электродом (в данном случае — воздух). В результате вычисления было получено напряжение срабатывания 5,5 В.

Для проверки результатов моделирования по формуле Стоуни [13] был выполнен расчет значения отклонения свободного конца кантилевера:

$$\delta = 6 \frac{F(1 - v^2)L^3}{E} \frac{L^3}{Wt^3},$$
(3)

где F — электростатическая сила; L, W, t — длина, ширина и толщина кантилевера; E — модуль Юнга материала; v — коэффициент Пуассона. В результате было получено значение $\delta = 60$ нм. Таким образом, результаты моделирования полностью соответствуют математическим расчетам.

На рис. 9 представлена зависимость электростатической силы от напряжения на управляющем электроде.

Как видно из рис. 9, при увеличении напряжения происходит увеличение значения перемещения свободного конца кантилевера. При некотором значении напряжения (напряжение срабатывания, *pull-in voltage*) положение кантилевера становится нестабильным, его свободный конец падает на контактный электрод. Электростатичес-



Рис. 9. Зависимость отклонения свободного конца кантилевера от приложенного напряжения

Fig. 9. Dependence of a deviation of the free end of the cantilever on the applied voltage

кая сила, полученная в результате моделирования, равна 2,5 $\cdot 10^{-7}$ H.

Был проведен расчет электростатической силы по следующей формуле [14]:

$$F = \frac{\varepsilon_0 A V^2}{2g^2},\tag{4}$$

где ε_0 — диэлектрическая проницаемость среды между пластинами; A — эффективная площадь пластины; V — напряжение срабатывания; g — расстояние между кантилевером и управляющим электродом. Значение электростатической силы равно $3,5 \cdot 10^{-7}$ H.

Силу упругости кантилевера определяли по формуле [14]

$$F = K \cdot x, \tag{5}$$

где K — коэффициент упругости кантилевера; x — расстояние, на которое отклонился кончик кантилевера. Сила упругости кантилевера равна $1,62 \cdot 10^{-14}$ H.

Одной из важнейших проблем при проектировании, производстве и эксплуатации различных МЭМС- и НЭМС-устройств и, в частности переключателей, является эффект залипания, непреднамеренного сцепления совместимых поверхностей микроструктур, при котором силы упругости не могут преодолеть силы межатомного взаимодействия, например силы Ван-Дер-Ваальса и Казимира [15].

Для исследования теоретической возможности залипания МЭМС-переключателя был проведен расчет значения силы Ван-дер-Ваальса между кантилевером и управляющим электродом по следующей формуле [15]:

$$F_{wdw} = H_m / 6\pi g^3, \tag{6}$$

где H_m — постоянная Гамакера, имеющая среднее значение 4,4 · 10⁻¹⁹ Дж; *g* — расстояние между кантилевером и управляющим электродом.

В результате вычислений было получено значение силы Ван-Дер-Ваальса, равное $3.8 \cdot 10^{-16}$ Н.

Сила Казимира между кантилевером и управляющим электродом определяется по следующей формуле [15]:

$$F_c = \frac{\pi^2 \hbar c}{720g^3},\tag{7}$$

где \hbar — постоянная Планка, разделенная на 2π и равная 1,055 · 10⁻³⁴ Дж · с; *g* — расстояние между кантилевером и управляющим электродом; *c* — скорость света в вакууме, составляющая 2,998 · 10⁸ м/c⁻¹. Сила Казимира равна 7,17 · 10⁻²⁴ Дж. Следовательно, по результатам математических расчетов сила упругости больше, чем сила Ван-дер-Ваальса и Казимира, и можно предположить, что при размыкании переключателя свободный конец кантилевера преодолеет силы межатомного взаимодействия.

Также была рассчитана емкость МЭМС-переключателя по формуле [16]

$$C = \frac{\varepsilon_0}{g} \varepsilon A,\tag{8}$$

где ε_0 — электрическая постоянная; ε — диэлектрическая проницаемость материала между кантилевером и управляющим электродом, в данном случае — вакуум; *А* — площадь управляющего электрода; *g* — расстояние между кантилевером и управляющим электродом. Значение емкости МЭМСпереключателя равно 1,3 · 10⁻¹⁶ Ф.

Время срабатывания переключателя обратно пропорционально резонансной частоте кантилевера f_0 и может быть оценено с помощью выражения [16]

$$T_s \approx 0.58 f_0^{-1}$$
. (9)

Это выражение справедливо в случае малого демпфирования, т. е. когда добротность кантилевера превышает 2.

Для расчета времени срабатывания была выбрана частота первой моды, поскольку характер изгиба балки при срабатывании совпадает с характером колебаний на первой (основной) собственной частоте.

Согласно расчетам, время срабатывания балочной конструкции переключателя с пружинным элементом с первой резонансной частотой 7 МГц составило $3.3 \cdot 10^{-8}$ с.

Также было проведено моделирование напряжения срабатывания для материалов, наиболее часто применяемых в МЭМС- и НЭМС-технологии:

```
кремний — 9 В;
титан — 8 В;
хром — 12 В;
вольфрам — 15 В;
золото — 6 В.
```

Как следует из анализа этих данных, наименьшие напряжения имеют переключатели из материалов, имеющих низкий модуль Юнга, значения которого влияют на коэффициент упругости кантилевера.

Зависимость напряжения срабатывания от изменения геометрических размеров

Также было проведено исследование зависимости напряжения срабатывания алюминиевого МЭМС-переключателя от изменения его геометрических размеров — ширины, высоты, угла пружины, расстояния между кантилевером и управляющим электродом.

На рис. 10 изображена зависимость напряжения срабатывания МЭМС-переключателя от изменения ширины кантилевера в диапазоне от 120 до 40 нм. В ходе исследования высота и длина кантилевера не изменялись, изменялась ширина кантилевера в диапазоне 40...120 нм.

Из графика на рис. 10 следует, что по мере увеличения ширины кантилевера существенно увели-



Рис. 10. Зависимость напряжения срабатывания от ширины кантилевера

Fig. 10. Dependence of the operate voltage on the width



Рис. 12. Зависимость напряжения срабатывания от высоты кантилевера

Fig. 12. Dependence of the operate voltage on the height of the cantilever (from 80 to 10 nm)

чивается напряжение срабатывания МЭМС-переключателя.

На рис. 11 и 12 показана зависимость напряжения срабатывания переключателя от высоты кантилевера (толщины приборного слоя). В ходе исследования ширина и длина кантилевера оставались неизменными, менялась высота кантилевера в диапазоне 500...10 нм.

Как следует из графиков, представленных на рис. 11 и 12, при изменении высоты кантилевера значение напряжения срабатывания МЭМС-переключателя изменяется незначительно (в пределах 0,5 В).

На рис. 13 изображена зависимость напряжения срабатывания от расстояния между кантилевером и управляющим электродом.

Как следует из графика, приведенного на рис. 13, при уменьшении расстояния между кантилевером и управляющим электродом происходит уменьшение значения напряжения срабатывания МЭМС-переключателя.



Рис. 11. Зависимость напряжения срабатывания от высоты кантилевера

Fig. 11. Dependence of the operate voltage on the height of the cantilever (from 500 to 100 nm)



Рис. 13. Зависимость напряжения срабатывания от изменения значения расстояния между кантилевером и управляющим электродом (gap)

Fig. 13. Dependence of the operate voltage on a change of the distance between the cantilever and the control electrode (gap)

Заключение

В данной работе была рассмотрена конструкция кантилевера с пружинным элементом типа "меандр", имеющего низкий коэффициент упругости. Проведен анализ резонансных частот и добротности колебаний. Также представлена конструкция низковольтного латерального МЭМС-переключателя с омическими контактами, проведено моделирование характеристик и теоретические расчеты. Из результатов моделирования следует, что при использовании латерального МЭМС-кантилевера с пружинным элементом "меандр" происходит существенное снижение напряжения срабатывания МЭМС-переключателя по сравнению с применением латерального МЭМС-кантилевера обычного типа без меандра (с 8,5 до 5,5 В). Также было проведено моделирование зависимости напряжения срабатывания МЭМС-переключателя в зависимости от изменения его геометрических размеров ширины, высоты, от изменения расстояния между кантилевером и управляющим электродом.

Список литературы

1. **Petersen K. E.** Micromechancal membrane switches on silicon // IBM Journal of Research and Development. 1979. Vol. 23, N. 4. P. 376–385.

2. Dai C.-L., Chen J.-H. Low voltage actuated RF micromechanical switches fabricated using CMOS – MEMS technique // Microsystem Technologies. 2006. Vol. 12. P. 1143–1151.

3. **Radiant** MEMS RF switches. URL: http://www.radantmems.com/radantmems/products.html

4. Lee J. O., Song T.-H., Kim M.-W. et al. A sub-1-volt nanoelectromechanical switching device // Nature Nanotechnology. 2013. Vol. 8. P. 36–40. 5. Song Y.-T, Lee H.-Y., Esashi M. Low actuation voltage capacitive shunt RF-MEMS switch having a corrugated bridge // IEICE Transactions on Electronics. 2006. Vol. E89-C. P. 1880–1887.

6. Kaur R., Tripathi C. C., Dinesh K. Low Voltage RF MEMS Capacitive Shunt Switches // Wireless Pers Commun. Springer Science + Buisness Media. New York. 2014. Vol. 78. P. 1391—1401.

7. Akarvardar K., Eggimann C., Tsamados D. et al. Analytical Modeling of the Suspended-Gate FET and Design Insights for Low-Power Logic // IEEE Transactions On Electron Devices. 2008. Vol. 55. N. 1.

8. Kim Min-Wu, Song Yong-Ha, Ko Seung-Deok, Ahn Sang-Joon et al. Ultra-low voltage MEMS switch using a folded hinge structure // Micro and Nano Systems Letters. SpringerOpen Journal. URL: http://www.mnsl-journal.com/content/2/1/2. 2014. Vol. 2, N. 2. P. 1–5.

9. Attaran A., Rashidzadeh R. Ultra low actuation voltage RF MEMS switch // Micro and Nano Systems Letters. SpringerOpen Journal. 2015. Vol. 3, N. 7.

10. Harshey V., Morankar A., Patrikar R. M. MEMS Resonator for RF Applications. Proceeding of the 2011 COMSOL Conference in Bangalore, India.

11. **Arathy U. S., Resmi R.** Analysis of pull-in voltage of a cantilever MEMS switch with variable beam parameters // International Journal of Engineering and Advanced Technology (IJEAT). August 2015. Vol. 4. Is. 6.

12. Корицкий Ю. В. Справочник по электротехническим материалам. Том 3. М.: Энергоатомиздат, 1988. 728 с.

13. **Varadan V. K., Vinoy K. J., Jose K. A.** RF MEMS and their applications. Chichester. West Sussex: John Wiley & Sons Ltd. 2003. 394 p.

14. **Younis M. I.** MEMS Linear and Nonlinear Statics and Dynamics. New York: Springer Science + Business Media. LLC. 2011. 453 p.

15. **Yapu Z.** Sticktion and anti-sticktion in MEMS and NEMS // Acta Mechanica Sinica. February 2003. Vol. 19. N. 1.

16. **Rebeiz G. M.** RF MEMS: Theory, Design, and Technology. — Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2003. 483 p.

V. F. Lukichev, D. Sc., Corresponding Member of RAS, Director, K. V. Lebedev, Postgraduate Student, V. A. Kalnov, Ph. D., Scientific Secretary,

Physical-Technological Institute, Russian Academy of Sciences (FTIAN), Moscow, 117218, Russian Federation, e-mail: kiriklebov@gmail.com, vkalnov@ftian.ru

Corresponding author.

Lebedev Kirill V., Postgraduate Student, Physical-Technological Institute, Russian Academy of Sciences (FTIAN), Moscow, 117218, Russian Federation, e-mail: kiriklebov@gmail.com

Modelling of Characteristics of a Low-Voltage Lateral MEMS Switch with a Spring of Meander Type

Received on February 27, 2017 Accepted on March 13, 2017

In this paper the authors present a low-voltage electrostatic MEMS switch of a lateral type. Due to the use in the design of the meander-type spring element, the cantilever has a low coefficient of elasticity. This makes it possible to achieve relatively low values of the operate actuation voltage (5.5 V). The switch was modeled by the finite element method, and theoretical calculations were done of the basic electromechanical characteristics, actuation time, resonant frequencies and modes of the cantilever. The influence of the geometrical dimensions on the value of the operate actuation voltage of the MEMS switch was investigated.

Keywords: nano- and microelectromechanical systems, electrostatic switch, cantilever, meander, coefficient of elasticity, aluminum, resonant frequency, operate actiation voltage, switching time

For citation:

Lukichev V. F., Lebedev K. V., Kalnov V. A. Modelling of Characteristics of a Low-Voltage Lateral MEMS Switch with a Spring of Meander Type, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 432–442.

DOI: 10.17587/nmst.19.432-442

Introduction

A common thing for the micro- and nanoelectromechanical systems (MEMS and NEMS) is micro- and nanoelectronic and micro- and nanomechanical components. A wide class in the MEMS and NEMS systems are switches. They find application in high-frequency and microwave systems, such as adaptive aerials, switching matrixes and transmitter/receiver modules of the wireless communication devices.

Most of the serially produced MEMS/NEMS switches are electrostatic microelectromechanical switches. They are actuated by an electrostatic excitation, where the mechanical part (cantilever) moves under the influence of the electrostatic forces. An electrostatic effort is created by supplying of potential difference to the electrodes [1]. Thus, these switches can be configured to be operated in the switched on (*pull-in*) or the switched off (*pull-out*) modes. The electrostatic mechanical switches are more attractive, than the other kinds of the mechanical switches, because of their simplicity for manufacturing, high speed of switching, low energy consumption and possibility of integration with the other elements of an electric circuit.

They are manufactured with the use of CMOS technology [2]. Due to reduction of the dimensions of the electrostatic mechanical switches the characteristics of these switches were improved considerably, a lower working voltage and higher speed of switching were achieved, which made them an attractive solution for a wide range of applications.

However, there is a problem hindering a wide application of the MEMS/NEMS switches in the electronic circuits with low energy consumption, and this is a high operate voltage (up to several tens of volts) [3]. For this reason the development of their new designs with a low operate voltage is a topical problem.

There are several ways to reduce the operate voltage of the switches. One of them is application in the design of the MEMS/NEMS switches of the materials with a low elasticity coefficient, but with sufficient mechanical durability, necessary to ensure a big number of the switching cycles. Also in order to reduce the operate actuation voltage (*pull-in*) of the MEMS and NEMS switches the distance between the control electrode (gap) and cantilever is decreased [4], but this is not always possible, because of the specific features of a design. Another method is application of new designs of the MEMS and NEMS cantilevers, for example, the use of a vertical MEMS switch employing a spring element of a meander type with a low elasticity coefficient [5].

Literature review

In [6] various types of the capacitor vertical MEMS switches on the basis of a design with the folded loops (meanders) are presented, which have a low coefficient of elasticity of the cantilever. The resonant frequencies of the switch lay within the range of 2...40 GHz. The operate voltage is within the range of 1.5...4.75 V. The designs of the switches with various numbers of springs were investigated.

In [7] there is information about development of the MEMS switch with a very low operate voltage (1.7 V), which has a design in the form of a folded loop. Application of such a design is of key importance for achievement of an air gap of 45 nm in a suspended cantilevere practically without a deflection. The manufactured switches demonstrated working stability in up to 10^6 switching cycles without an appreciable

change of the operate voltage. Their manufacturing process is completely compatible with the CMOS technology.

In [8] the vertical MEMS switch is presented, in the design of which meander springs are used. The designs with the number of meanders from 1 up to 5 were studied, the lowest operate voltage of 9 V was achieved at the value of the resonant frequency of 15 GHz.

In [9] the simulated and manufactured MEMS switch of the vertical type with an ultralow operate voltage is presented. Due to the use of a spring design of a meander type with a contact plate containing square apertures, the operate voltage of nearby 0.5 V is reached, which makes it attractive from the point of view of its integration with the low-voltage CMOS devices. The range of frequencies of the switch varies within the range from 3 kHz up to 3 GHz, the actuation time is ~0.22 ms.

As it is apparent from the results presented in the abovementioned works, application of a cantilever of a folded structure or meander in a design essentially reduces the values of the operate voltage of the switches.

Modeling of the cantilever resonant frequencies

Modeling by the method of the final elements in various software packages of the resonant frequencies of the cantilever [10] and electromechanical characteristics [11] of MEMS/NEMS switches allows us to reduce the time and material means for the manufacture of the test samples and to simulate an effective configuration of the devices, reducing the percent of the defective goods in their batch production.

The modeling was carried out in Comsol Multiphysics package. As a model material the aluminum was used (density -2700 kg/m^3 , Young modulus -70 GPa, Poisson ratio -0.34) [12]. The general view of the model of the investigated cantilever is presented in fig. 1.

The cantilever of the following configuration was investigated: total length -2000 nm, width -80 nm, length of the cantilever meander -500 nm, height of the meander -820 nm.

The purpose of the modal analysis is determination of the own frequencies and forms of oscillations of the cantilever. The necessity for calculation of the own frequencies and forms of oscillations corresponding to them quite often arises during an analysis of the dynamic behavior of a design under the influence of variable loads. The most frequent is the situation, when during designing it is necessary to make sure that under the operating conditions the occurrence of such a mechanical phenomenon as the resonance has a small probability. The essence of the resonance is in a considerable (dozens of times) strengthening of the amplitudes of the forced oscillations on certain frequencies of the external influences – the resonant frequencies. In most cases occurrence of resonance is an extremely undesirable phenomenon for ensuring of the products' reliability. A multiple increase of the amplitudes of oscillations at a resonance and high levels of voltages caused by it are the principal causes of failure of the products operated in the conditions of vibration loads. The resonant frequencies of the own oscillations of a cantilever should be as high as possible, otherwise, the own oscillations will be excited easily during actuation of the MEMS switch.

The modeling was done in the environment — air, under normal conditions (atmospheric pressure and room temperature).

Fig. 2 and 3 (see the 4-th side of cover) demonstrate the oscillatory modes of the cantilever in a horizontal plane. Of

interest are only the first (17 MHz) and the third (69 MHz) oscillatory modes, because a cantilever of the lateral (horizontal) MEMS switch also moves under the influence of the electrostatic force in the horizontal plane.

In order to determine the good quality corresponding to each oscillatory mode, the resonant peaks were simulated in details, with a small frequency step. Good quality was determined as the relation of the resonant frequency to the width of the resonant peak at the level of $1/\sqrt{2}$ of the maximum. The peaks measured in details and corresponding to the first and the third oscillatory modes are presented in fig. 4 and 5. The received values of the own frequencies of the oscillations, resonant frequencies and good quality aluminum cantilever are presented in table.

The lowest good quality is observed in the first oscillatory bending mode. The bending mode of the 2nd order has good quality more than 10 times higher. It is necessary to point out, that the resonant frequencies (co-ordinates of the tops of the resonant peaks) somewhat exceed the own frequencies of the model. Presumably, this is connected with the fact that the air layer, surrounding the cantilever, operates as a spring, creating an additional elasticity. With a reduction of the thickness of the air layer (with reduction of the distance between the cantilever and the electrodes) one should expect deterioration of good quality quality factor.

Further, under the formula [13] the coefficient of elasticity of the cantilever meander is calculated:

$$k = E \cdot w \left(\frac{t}{L_c}\right)^3 \times \left\{1 + \frac{L_s}{L_c} \left\{ \left(\frac{L_s}{L_c}\right)^2 + 12(1+\nu) \right\} \left[1 + \left(\frac{w}{t}\right)^2\right]^{-1} \right\}^{-1},$$

where E — Young modulus of the cantilever material; w — width of the cantilever, Ls — length of the spring; L_c — length of the console; t — thickness of the cantilever; v — Poisson ratio of the material.

The total coefficient of elasticity of the meander is expressed in the following way: $k_1 = 4k/N$, where N is the number of meanders

The coefficient of elasticity of the rectangular part of the cantilever is expressed in the following way:

$$k_2 = \frac{Ewt^3}{4L^3}.$$
 (1)

Thus, the total coefficient of elasticity *K* of the cantilever is determined under the following formula: $K = k_1 + k_2$ and it is equal to $2.7 \cdot 10^{-7}$ N/m.

Also a research of the influence of the change of the cantilever height on the values of the frequencies of its own oscillations was carried out. The height of the cantilever varied from 500 down to 50 nm. The length and the width of the cantilever remained invariable.

As it follows from the diagram in fig. 6, the values of the first and the third resonant frequencies of the cantilever depend insignificantly on the change of the cantilever height (thickness of the instrument layer). Also a research was done of the dependence of the value of the resonant frequencies on the cantilever width. The values of the width varied within the range of 40...120 nm.

As one can see on the diagram in fig. 7, the values of the resonant frequencies of the cantilever grow with an increase of the width within the range of 40...120 nm.

Modeling and theoretical calculation of the basic electromechanical characteristics of the MEMS switch

By the results of modeling of several configurations the optimal configuration of a low-voltage MEMS switch was determined. The length of the control electrode -1400 nm, width -520 nm, distance between the cantilever and the control electrode -60 nm, thickness of the switch -100 nm.

Fig. 8, a and b (see the 4-th side of cover) present actuation of the MEMS switches. The cantilever was earthed, and voltage was supplied to the control electrode.

As one can see from the results of modeling, during supply of voltage of 5.5 V to the control electrode, the free end of the cantilever deviated at the distance of 60 nm. The switch of a similar size without a meander has the operate voltage of 8.5 V.

For checking the results of modeling a calculation was carried out of the operate actuation voltage of the MEMS of the beam design switch with a spring element by the following formula [13]:

$$V = \sqrt{\frac{8 K g_0^3}{27 \varepsilon_0 L t}},$$
 (2)

where g_0 — initial gap between the cantilever and the control electrode; L — length of the control electrode; t — thickness of the MEMS switch; K — coefficient of elasticity of the cantilever; ε_0 — dielectric permeability of the environment between the cantilever and the control electrode (in this case — air). As a result of the calculation the operate voltage was received — 5.5 V.

For checking of the results of modelling under Stoney formula [13] a calculation was done of the deviation of the free end of the cantilever:

$$\delta = 6 \frac{F(1 - v^2)L^3}{E} \frac{L^3}{Wt^3},$$
(3)

where F — electrostatic force, L, W, t — length, width and thickness of the cantilever; E — Young modulus of a material; v — Poisson ratio.

As a result, the value of 60 nm was received. Thus, the results of modelling correspond completely to the mathematical calculations.

Fig. 9 presents the dependence of the electrostatic force on the voltage on the control electrode presents deflection free end of the cantilever on the voltage on the control electrode.

Apparently, if the voltage increases, there is also an increase of movement of the free end of the cantilever. At a certain value of the voltage (pull-in voltage) the position of the cantilever becomes unstable, and its free end falls on the contact electrode. The electrostatic force received as a result of modeling is equal to $2.5 \cdot 10^{-7}$ N.

Calculation of the electrostatic force was done under the formula [14]:

$$F = \frac{\varepsilon_0 A V^2}{2g^2},\tag{4}$$

where ε_0 — dielectric permeability of the environment between the plates; A — effective area of a plate; V — operate voltage, g — distance between the cantilever and the control electrode. The value of the electrostatic force is equal to $3.5 \cdot 10^{-7}$ N.

The force of elasticity of the cantilever was defined under the formula [14]

$$F = K \cdot x, \tag{5}$$

where K – coefficient of elasticity of the cantilever; x – distance, at which the tip of the cantilever deviated. The force of elasticity of the cantilever was equal to $1.62 \cdot 10^{-14}$ N.

One of the major problems during designing, manufacture and operation of the MEMS and NEMS devices and switches, in particular, is the effect of sticking, inadvertent coupling of the compatible surfaces of the microstructures, at which the forces of elasticity cannot overcome the force of the interatomic interaction, for example, Van der Waals force and Casimir force [15].

For research of a theoretical possibility of sticking of the MEMS switch a calculation of Van der Waals force between the cantilever and the control electrode was done under the formula [15]:

$$F_{wdw} = H_m / 6\pi g^3, \tag{6}$$

where H_m — Hamaker constant having average value of $4.4 \cdot 10^{-19} J$; g — distance between the cantilever and the control electrode.

As a result of the calculations the value of Van der Waals force was obtained equal to $3.8 \cdot 10^{-16}$ N.

Casimir force between the cantilever and the control electrode was defined under the formula [15]:

$$Fc = \frac{\pi^2 \hbar c}{720g^3},\tag{7}$$

where \hbar — Planck constant divided by 2π and equal to $1.055 \cdot 10^{-34} J \cdot s$; g — distance between the cantilever and the control electrode, c — velocity of light in vacuum, equal to $2.998 \cdot 10^8 \text{ m/s}^{-1}$. Casimir force is equal to $7.17 \cdot 10^{-24} J$. Hence, from the results of the mathematical calculations we see that the force of elasticity is greater than Van der Waals force and Casimir force, and it is possible to assume that in case of disconnection of the switch the free end of the cantilever will overcome the interatomic interaction.

Also the capacity of the MEMS switch was calculated under the formula [16]

$$C = \frac{\varepsilon_0}{g} \varepsilon A, \tag{8}$$

where ε_0 — electric constant, ε — dielectric permeability of the material between the cantilever and the control electrode, vacuum in this case. *A* — area of the control electrode, *g* — distance between the cantilever and the control electrode. The value of the capacity of the MEMS switch equals to $1.3 \cdot 10^{-16}$ F.

The actuation time of the switch is in inverse proportion to the resonant frequency of the cantilever f_0 and can be estimated by means of the following expression [16]:

$$T_s \approx 0.58 f_0^{-1}$$
. (9)

This expression is fair in case of a small damping, i.e., when the good quality of the cantilever exceeds 2.

For calculation of the actuation time the frequency of the first mode was selected, because the character of the bend of a beam during actuation coincides with the character of oscillations on the first (basic) own frequency.

According to calculations, the actuation time of a beam design of the switch with a spring element and the first resonant frequency of 7 MHz was $3.3 \cdot 10^{-8}$ s.

Also modeling was done of the operate actuation voltages for the materials most frequently applied in the MEMS and

NEMS technologies: silicon, titanium, chrome, gold, nickel, tungsten

The data received as a result of modeling are presented below:

Silicon		•		•		•		9	V
Fitanium								8	V
Chrome .							1	12	V
Fungsten							1	15	V
Gold								6	V

As it follows from the analysis of the data, the lowest actuation voltages are observed in the switches from the materials with a low Young modulus, the values of which influence the elasticity coefficient of the cantilever.

Dependence of the operate actuation voltage on the changes of the geometrical sizes

Also a research was done of the dependence of the operate actuation voltage of an aluminum MEMS switch on a change of its geometrical size — width, height, spring angle, distance between the cantilever and the control electrode.

Fig. 10 presents the dependence of the operate actuation voltage of the MEMS switch on the changes of the width of the cantilever within the range of 120...40 nm. During the research the height and the length of the cantilever were not changed, only the width of the cantilever was within the range of 40...120 nm.

As it follows from the diagram in fig. 10, with an increase of the width of the cantilever, the operate actuation voltage of the switch MEMS increases essentially.

Fig. 11 and 12 demonstrate the dependence of the operate actuation voltage of the switch on the height (thickness of the instrument layer). During the research the width and the length of the cantilever remained invariable, only the height of the cantilever changed within the range of 500...10 nm. As it follows, a change of the cantilever height changes the value of the operate actuation voltage of the switch MEMS only insignificantly (within 0.5 V).

Fig. 13 presents the dependence of the operate actuation voltage on the distance between the cantilever and the control electrode. As it follows from the diagram, a reduction of the distance between the cantilever and the control electrode causes a reduction of the value of the operate actuation voltage of the MEMS switch.

Conclusion

The given work presents the design of a cantilever employing a spring element of a meander type with a low coefficient of elasticity, an analysis of the resonant frequencies and good quality of oscillations. It also presents a design of a low-voltage lateral MEMS switch with the ohmic contacts, modeling of characteristics and theoretical calculations. From the results of modeling it follows, that application of the lateral MEMS cantilever with a meander spring element causes reduction of the operate actuation voltage of the MEMS switch in comparison with the design of a regular lateral MEMS switch without a meander (from 8.5 down to 5.5). Also modeling was done of the dependence of the operate actuation voltage of the MEMS switch on a change of its geometrical dimensions — width and height, and on a change of the distance between the cantilever and the control electrode.

References

1. **Petersen K. E.** Micromechancal membrane switches on silicon, IBM Journal of Reserrch and Development. 1979, 23 (4), pp. 376–85.

 Dai C.-L., Chen J.-H. Low voltage actuated RF micromechanical switches fabricated using CMOS – MEMS technique, *Microsystem Technologies*, 2006, vol. 12, pp. 1143–1151.
 Radiant MEMS RF switches.URL: www.radant-

3. **Radiant** MEMS RF switches.URL: www.radantmems.com/radantmems/products.html

4. Lee J. O., Song T.-H., Kim M.-W. et al. A sub-1-volt nanoelectromechanical switching device, *Nature Nanotechnology*, 2013, vol. 8, pp. 36–40.

5. Song Y.-T., Lee H.-Y., Esashi M. Low actuation voltage capacitive shunt RF-MEMS switch having a corrugated bridge, *IEICE Transactions on Electronics*, 2006, vol. E89-C, pp. 1880–1887.

6. **Rajneet Kaur, C. C. Tripathi, Dinesh K.** Low Voltage Rf Mems Capacitive Shunt Switches, Springer, *Wireless Pers Com-mun*, New York, Springer Science + Business Media, 2014, vol. 78, pp. 1391–14010.

7. Kerem Akarvardar, Christoph Eggimann, Dimitrios Tsamados, et. al. Analytical Modeling of the Suspended-Gate FET and Design Insights for Low-Power Logic, *IEEE TRANSAC-TIONS ON ELECTRON DEVICES*, 2008, vol. 55, no. 1.

8. Min-Wu Kim, Yong-Ha Song, Seung-DeokKo, Sang-JoonAhn and Jun-Bo Yoon. Ultra-low voltage MEMS switch using a folded hinge structure, *Micro and Nano Systems Letters*, 2014, Springer Open Journal, URL: http://www.mnsl-journal.com/content/2/1/2. 2:2, pp. 1–5.

9. Ali Attaran, Rashid Rashidzadeh. Ultra low actuation voltage RF MEMS switch, *Micro and Nano Systems Letters*, Springer Open Journal, 2015. 3:7.

10. **Vivek Harshey, Amol Morankar, Dr. R. M. Patrikar.** MEMS Resonator for RF Applications, Proceeding of the 2011 COMSOL Conference in Bangalor, India.

11. Arathy U. S., Resmi R. Analysis of pull-in voltage of a cantilever MEMS switch with variable beam parameters, *International Journal of Engineering and Advanced Technology* (*IJEAT*), August 2015, vol. 4, issue 6.

12. J. V. Korickij. Spravochnik po jelektrotehnicheskim materialam, Jenergoatomizdat, 1988, vol. 3, 728 p. (in Russian).

13. Varadan V. K., Vinoy K. J., Jose K. A. *RF MEMS and their applications,* Chichester, West Sussex, John Wiley & Sons Ltd., 2003, 394 p.

14. Younis M. I. *MEMS Linear and Nonlinear Statics and Dynamics*, New York: Springer Science + Business Media. LLC. 2011. 453 p.

15. **Yapu Z.** Sticktion and anti-sticktion in MEMS and NEMS, *Acta Mechanica Sinica*, February 2003, vol. 19, no. 1.

16. **Rebeiz G. M.** *RF MEMS: Theory, Design, and Technology,* Hoboken, New Jersey, John Wiley & Sons, Inc., 2003, 483 p.

УДК 621.3.049.771(07)

DOI: 10.17587/nmst.19.442-448

В. В. Мастеров, мл. науч. сотр., e-mail: masterov@cs.niisi.ras.ru, **Ю. Б. Рогаткин,** канд. техн. наук, зав. отд., e-mail: ryb@cs.niisi.ras.ru, Федеральное государственное учреждение Федеральный научный центр Научно-исследовательский институт системных исследований Российской академии наук (НИИСИ РАН), Москва

ЦИФРОВАЯ ФАПЧ ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА С НОРМАМИ 65 НМ

Поступила в редакцию 23.03.2017

Представлены результаты практической разработки сложно-функционального блока цифрового устройства фазовой автоподстройки частоты с использованием базовой технологии КМОП с проектными нормами 65 нм. Рассчитаны основные характеристики — центральная частота осцилляции, полоса пропускания и джиттер.

Ключевые слова: КМОП-технология, фазовая автоподстройка частоты

Введение

В современных системах коммуникации устройства фазовой автоподстройки частоты (ФАПЧ) являются незаменимым элементом. Их применяют для демодуляции сигнала, восстановления сигнала из шумного канала, генерации тактового сигнала и т.д. Широкое распространение получили аналоговые ФАПЧ. Аналоговые системы обеспечивают высокую помехоустойчивость при низком соотношении сигнал/шум на входе, но их недостатком является узкая полоса захвата. Время захвата, определяемое параметрами петлевого фильтра, реализация которого связана с существенным увеличением площади на кристалле интегральной схемы, довольно велико. Цифровые ФАПЧ имеют

более широкую полосу захвата и потенциально меньшее время захвата. Существуют различные варианты реализации цифровых ФАПЧ (ЦФАПЧ). В работе [1] аналоговый частотно-фазовый детектор заменен на двухтактовый частотный компаратор, фильтр нижних частот выполнен в цифровом виде. Позднее был предложен новый тип ЦФАПЧ, в котором частотный компаратор заменен преобразователем "временной интервал — код" [2]. Этот тип ЦФАПЧ имеет улучшенные шумовые характеристики, в частности, в спектре фазового шума отсутствует гармоника опорного сигнала. ЦФАПЧ этого типа уже нашли себе применение в таких коммуникационных системах, как сотовая связь [3], Bluetooth [4], WiMAX [5].



Рис. 1. Структурная схема ЦФАПЧ (темным цветом выделены аналоговые компоненты): 1 — осциллятор, управляемый кодом; 2 — цифровой фильтр; 3 — преобразователь кода фазовой ошибки в код управления осциллятором; 4 — фазовый аккумулятор опорного сигнала; 5 — аккумулятор сигнала осциллятора; 6 — сэмплер; 7 — синхронизатор; 8 — преобразователь "временной интервал — цифра"



Предметом исследования данной работы является ЦФАПЧ, предназначенная для реализации по технологии с нормами 65 нм, с выходной частотой 10 ГГц и полосой пропускания не более 2 МГц. В качестве аналога для данной разработки использована цифровая ФАПЧ, описанная в работе [2]. Она имеет следующие основные достоинства:

- высокая устойчивость к шумам;
- возможность управления полосой пропускания для уменьшения времени установки в рабочий режим;
- возможность регулирования частотой обновления управляющего кода в целях увеличения надежности схемы;
- отсутствие "выбросов" на графике фазового шума, которые можно наблюдать в случае с аналоговой ФАПЧ;
- возможность уменьшения площади, занимаемой на кристалле, при переходе на технологию с меньшей топологической нормой.

Принцип работы ЦФАПЧ

Структурная схема ЦФАПЧ представлена на рис. 1. В ЦФАПЧ используются 32-разрядные двоичные коды, которые представляют вещественное число с фиксированной точкой. Вещественная часть представлена 20 младшими битами. Назначение сигналов следующее: FREF — опорный сигнал; CKV — сигнал осциллятора; CKVD8 деленный сигнал осциллятора; FCW (Frequency Command Word) — цифровой код, вес которого определяет отношение частоты опорного сигнала FREF к частоте сигнала CKV.

Вместе с тем FCW равен числу тактов сигнала CKV за один такт сигнала FREF. Фазовый аккумулятор опорного сигнала осуществляет операцию сложения его текущего значения со значением FCW, и таким образом полученный результат РНК выражает текущую фазу требуемого сигнала. Для того чтобы получить фазу осциллятора PHV, используют фазовый аккумулятор и преобразователь "временной интервал — код". Выходные данные конвертора проходят обработку в блоке анализатора и его выходное значение *PHV_F* является вещественной компонентой кода PHV. PHV_I, соответственно, целая компонента кода PHV. Необходимость преобразователя обусловлена тем, что фазовый аккумулятор срабатывает только по положительному фронту сигнала СКУ, т. е. регистрирует только целое значение фазы. Преобразователь "временной

интервал — код" измеряет время є между фронтами последнего цикла сигнала СКV и FREF (рис. 2).

Цифровая часть (см. рис. 1) тактируется сигналом СКR, который генерируется блоком синхронизатора. Подробное описание этого блока дано ниже. Переменная *i* значит, что данный код является функцией в домене сигнала СКV, а k — функцией в домене сигнала СКR.

PHE[*k*] — код фазовой ошибки, который получен следующим образом:

$$PHE[k] = PHR[k] - PHV[k].$$
(1)

Далее этот код проходит обработку в цифровом фильтре, который уменьшает значение фазовой ошибки:

$$PHE_{\alpha}[k] = PHE[k] \cdot \alpha.$$
(2)

Для упрощения реализации можно использовать значения $\alpha = 1/2$, 1/4, 1/8, 1/16, ..., так как при таких значениях цифровой фильтр может быть выполнен в виде регистра сдвига вправо. Значение коэффициента α определяет полосу пропускания f_{BW} ЦФАПЧ:

$$f_{BW} = \frac{\alpha}{2\pi} \cdot f_{FREF},\tag{3}$$

где f_{FREF} — частота опорного сигнала FREF.





- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 7, 2017 –



Рис. 3. Принципиальная схема переключателя коэффициента α Fig. 3. α-shifting circuit

Далее полученное значение необходимо нормализовать в вид кода управления осциллятором *OTW* (Oscillator Tuning Word):

$$OTW[k] = PHE[k] \cdot \frac{f_{FREF}}{K_{DCO}},$$
(4)

где *К_{DCO}* — коэффициент передачи осциллятора.

Конечный результат умножения проходит преобразование в термокод. Процесс настройки ЦФАПЧ делится на три режима, которые определяются плавностью настройки. Первый режим соответствует грубой настройке, второй режим — промежуточной; третий, рабочий режим, — плавной настройке. Для каждого режима существуют свои коэффициенты α и K_{DCO} . Переключение режимов осуществляется с помощью контрольного блока, который меняет режим в зависимости от состояния счетчика, тактируемого сигналом FREF. Коэффициенты K_{DCO} определяются еще на стадии проектирования, и допускается сравнительно небольшое различие с их реальными значениями.

Для достижения требуемой полосы пропускания может потребоваться очень малое значение α , что, в свою очередь, может сказаться на значительном увеличении времени установления в рабочий режим. Для того чтобы удовлетворить требования для скорости установления в рабочий режим и для ширины полосы пропускания, реализуется механизм переключения α (рис. 3).

На начальном этапе третьего режима используется относительно большой коэффициент α и через определенный промежуток времени после контрольного сигнала "gear" происходит переход к меньшему значению. Переключение осуществляется также внешним контрольным блоком, который является счетчиком сигнала FREF. Условием переключения α является достижение счетчиком заданного извне значения.

Аналоговые компоненты ЦФАПЧ

Аналоговая часть ЦФАПЧ содержит следующие блоки: осциллятор с подключенными к нему делителями частоты, синхронизатор и преобразователь "временной интервал — код" (ПВИК). В данной работе используется *LC*-осциллятор, центральная частота которого равна 10 ГГц. Он содержит три набора конденсаторов, соответствующих трем режимам настройки. Первому, грубому, режиму настройки соответствует набор ячеек из конденсаторов с относительно большой емкостью. Для

второго и третьего режимов емкости меньше. В результате для первого, второго и третьего режимов коэффициенты передачи равны значениям 44 МГц и 2,5 МГц и 290 кГц соответственно. Основными функциями блока синхронизатора являются генерация тактового сигнала для цифровой части ЦФАПЧ и подсчет импульсов сигнала СКV. Ситуации, в которых положительные фронты сигналов FREF и



Fig. 4. Retimer circuit with counter



Рис. 5. Результаты расчетов дифференциальной (сплошная линия) и интегральной (пунктирная линия) нелинейностей ПВИК

Fig. 5. Differential (the continuous line) and integral (the dashed line) nonlinearities of TDC in worst case

СКV слишком близки, крайне нежелательны, так как могут спровоцировать сбой в подсчете тактов. Именно поэтому используется структура, приведенная на рис. 4. Сигнал SEL_EDGE формируется блоком обработки данных ПВИК и сигнализирует о необходимости пропуска текущего импульса на выходе осциллятора, чтобы избежать сбоя в подсчете тактов. Код PHV[2:0] — младшие биты целой составляющей кода PHV. Старшие биты формирует обычный счетчик, на тактовый вход которого поступает деленный сигнал осциллятора CKVD8. Кроме того, временной диапазон между положительными фронтами сигналов FREF и CKR должен быть достаточно велик, чтобы за это время анализатор успел обработать данные ПВИК.

Конечной задачей этого блока является преобразование временного промежутка между ближайшими положительными фронтами сигналов FREF и СКV в цифровой код. Без него фаза выходного сигнала ЦФАПЧ лишь локализована в диапазоне от 0 до 2π . В данной работе использован преобразователь на основе линии задержки. Он содержит инверторы в качестве элементов задержки и триггеры, на тактовый вход которых подается сигнал FREF. Разрешающая способность такого преобразователя равна времени задержки одного инвертора. Для технологии 65 нм этот промежуток равен около 20 пс. Требуемая полная шкала преобразователя должна составлять 800 пс при коэффициенте передачи около 14 бит/пс.

Формирование вещественной составляющей кода PHV определяется следующим выражением:

$$PHV_f = \frac{\varepsilon}{T_{CKV}},\tag{5}$$

где ε — разница во времени между фронтами; T_{CKV} — идеальное значение периода сигнала CKV

в рабочем режиме. Так как идеальное значение не может быть известно заранее, блок обработки должен определять его из состояний преобразователя. Управление задержкой происходит путем изменения напряжения питания инверторов — элементов задержки. При изменении напряжения питания на ±10 % изменение задержки составляет около 30 %. Наличие дифференциальных линий задержки смягчает эффект разброса технологических параметров, и в таком преобразователе можно обойтись без калибровки. На рис. 5 показаны результаты расчетной зависимости дифференциальной и интегральной не-

линейностей (DNL и INL) от временного промежутка между фронтами CKV и FREF.

Основные характеристики ЦФАПЧ

Результаты моделирования в среде САПР САDENCE приведены на рис. 6 и 7.

Использовался типовой технологический процесс 65 нм при температуре 27 °С, джиттере входного сигнала, равном 60 пс. Частота опорного сигнала равна 100 МГц. Полоса пропускания составляет 2 МГц. На рис. 6 показано изменение частоты в процессе настройки. Первый режим работы длился 2 мкс, второй режим — 10 мкс. Суммарное



Рис. 6. Изменение частоты в процессе настройки: I, II, III — режимы настройки



- НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА, Том 19, № 7, 2017 -



Рис. 7. Глазковая диаграмма сигнала генератора Fig. 7. Eye diagram of the oscillator signal

время настройки составило ~20 мкс. На рис. 7 показана глазковая диаграмма сигнала генератора. Детерминированный джиттер выходного сигнала равен 5,9 пс.

Заключение

В данной работе представлена реализация ЦФАПЧ с использованием базовой КМОП-техно-

логии с проектными нормами 65 нм. При центральной частоте осциллятора 10 ГГц и полосе пропускания 2 МГц детерминированный джиттер сигнала ЦФАПЧ составляет 5,9 пс.

Данная реализация ЦФАПЧ может быть использована как синтезатор частоты для высокоскоростных каналов связи в микропроцессорных и коммуникационных СБИС.

Список литературы

1. **Dunning J., Garcia G., Lundberg J., Nuckolls E.** An All-Digital Phase-Locked Loop with 50-Cycle Lock Time Suitable for High-Performance Microprocessor // IEEE Journal of Solid-State Circuits. 1995. Vol. 30, N. 4. P. 412–422.

2. **Staszewski R., Poras T. Balsara**, All-Digital Frequency Synthesizer in Deep-Submicron CMOS. Wiley, 2002.

3. **Staszewski R., Wallberg J.** All-Digital PLL and Transmitter for Mobile Phones // IEEE Journal of Solid-State Circuits. 2005. Vol. 40, N. 12. P. 2469–2482.

4. **Staszewski R. Khurram M.** All-Digital TX Frequency Synthesizer and Discrete-Time Receiver for Bluetooth Radio in 130-nm CMOS // IEEE Journal of Solid-State Circuits. 2004. Vol. 39, N. 12. P. 2278–2291.

5. **Wenlong J.** DPLL design for WiMAX (Msc Thesis) // Delft University of technology, 2011.

6. **Staszewcki R., Poras T. Balsara.** Digital PLL with ultrafast settling // IEEE Transactions on circuits and systems-II: Express briefs. 2007. Vol. 54, N. 2. P. 181–185.

7. **Popong E.** Time-to-Digital converter (TDC) for WiMAX DPLL in State-of-The-Art 40-nm CMOS (MSc Thesis). Delft University of Technology, 2011.

V. V. Masterov, Junior Researcher, masterov@cs.niisi.ras.ru,

Yu. B. Rogatkin, Ph. D., Head of Department, ryb@cs.niisi.ras.ru

Scientific System Research Institute of the Russian Academy of Sciences (NIISI RAS), 117218, Moscow, Russian Federation

Corresponding author.

Rogatkin Yuriy B., Ph. D., Head of Department, Scientific System Institute of the Russian Academy of Sciences, 117218, Moscow, Russian Federation, e-mail: ryb@cs.niisi.ras.ru

Digital Phase-Lock Loop Design in 65 nm CMOS Process

Received on March 23, 2017 Accepted on April 10, 2017

This paper presents the result of practical development of IP-block of digital phase-locked loop (DPLL) using a basic CMOS process with design rules of 65 nanometers. The analog PLLs are widespread but advanced CMOS technologies are becoming less friendly for analog design, therefore digital solutions adaptation for analog applications issue is of great interest. The structure of implemented DPLL is the same as one of WiMAX and Bluetooth receivers DPLL. The main advantages of this structure is higher noise immunity in comparison with the analog PLL one, scaling and bandwidth control during calibration. The operations of analog and digital parts are described. For simplicity, the inverter-delay chain is used as the time-to-digital converter. Its main parameters are presented, differential and integral nonlinearities are obtained using Monte-Carlo analysis. Also, the settling time reducing technique is implemented using gain shifter. The digital part implementation is done with Verilog. The central frequency of oscillation and bandwidth are calculated. The simulation is implemented and the output jitter is obtained.

Keywords: CMOS technology, phase-locked loop frequency control

For citation:

Masterov V. V., Rogatkin J. B. Digital Phase-Look Loop in 65 nm CMOS Process, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 7, pp. 442–448.

DOI: 10.17587/nmst.19.442-448

Introduction

In communication systems, the phase-locked loop devices (PLL) are irreplaceable. Their applications are signal demodulation, signal restoring from a noisy channel, clock signal generation, etc. The analog PLL devices are now widespread. The analog systems ensure high noise immunity at a low signal to noise ratio at the input, but their drawback is a narrow locking band. The locking time determined by the parameters of the loopback filter, which implementation is related to an essential increase of the area on the integrated circuit, is rather long. Digital PLL have a wider locking band and potentially smaller locking time. There are various versions of the digital PLL (DPLL) implementation. In [1] the analog frequency-phase detector is replaced with a two-clock frequency comparator, and the low-pass filter is digital. Later a new type of DPLL was offered, where the frequency comparator is replaced by time-to-digital converter (TDC) [2]. This type of DPLL has improved noise characteristics, in particular, there is no reference spurs in phase noise spectrum. DPLL devices of this type have already found application in such communication systems, as cellular communication [3], Bluetooth [4] and WiMAX [5].

The object of research is DPLL implementation in 65 nm CMOS process, output frequency of 10 GHz and bandwidth of no more than 2 MHz. The reference for the given design is the one of the DPLL described in the work [2]. Advantages of this design are:

- High noise immunity;
- Bandwidth control for settling time reduction;
- Filter output updating control for reliability improvement;
- Absence of reference spurs, which can be observed in case with an analog PLL;
- Scaling at advanced technologies which is not the case with analog PLL.

Principle of operation of DPLL

Block diagram of DPLL is presented in fig. 1. In DPLL 32-bit binary codes presenting fixed point numbers are used. 20 least significant bits represent the fractional part. The purposes of the signals are the following: FREF is a reference signal; CKV is an oscillator signal; CKVD8 is a divided oscillator signal; FCW (Frequency Command Word) is a digital code, which value determines the frequency ratio between FREF and CKV signals.

On the other side, FCW is equal to the number of time steps of CKV signal per one period of FREF signal. The reference phase accumulator carries out the operation of addition of its current value with the value of FCW and thus received PHR code expresses the current phase of the demanded signal. In order to receive PHV code the variable phase accumulator and TDC are used. TDC output data are processed in analyzer and one output value PHF_F is a fractional part of PHV code. PHV_I is an integer part as well. The necessity of converter use is explained by the fact that the phase accumulator use is explained by the fact that the phase accumulator use is explained by the fact that the phase accumu-

lator works only with the positive edge of CKV signal, i.e. it detects only the integer part of a phase. TDC measures time ε between the positive edges of the CKV last cycle and FREF (fig. 2).

The digital part (see fig. 1) is clocked by CKR signal, which is generated by the retimer. A more detailed description of this block is given below. The variable *i* means, that the given code is a function in the domain of CKV signal, while k is the function in the domain of CKR signal.

PHE[k] is the code of a phase error, which is calculated in the following way:

$$PHE[k] = PHR[k] - PHV[k].$$
(1)

Further, this code undergoes processing in the digital filter, which reduces the value of a phase error:

$$PHE_{\alpha}[k] = PHR[k] \cdot \alpha.$$
⁽²⁾

For simplification of the implementation it is possible to use values $\alpha = 1/2$, 1/4, 1/8, 1/16... because at such values this operation can be performed by simple right-shift register. The value of coefficient α determines the bandwidth f_{BW} of DPLL:

$$f_{BW} = \frac{\alpha}{2\pi} \cdot f_{FREF},\tag{3}$$

where f_{FREF} is the frequency of the reference signal FREF.

Then, the received value should be normalized into oscillator control code *OTW* (Oscillator Tuning Word):

$$OTW[k] = PHR[k] \cdot \frac{f_{FREF}}{K_{DCO}}, \qquad (4)$$

where K_{DCO} is the transfer coefficient of the oscillator.

The result of multiplication undergoes transformation into a thermocode. The DPLL calibration has three modes differentiated by the smoothness. The first mode corresponds to a rough adjustment, the second — to an intermediate adjustment, the third - to a smooth adjustment. The third mode corresponds to a normal mode. For each mode their own coefficients are α and K_{DCO} . Switching of the modes is carried out by means of the control unit, which changes a mode depending on a counter condition. The counter clocked by FREF signal. K_{DCO} factors are determined at the design stage and small differences from their real values are allowed. For achieving of the demanded bandwidth a very small value of α may be required, which can cause a substantial increase of the settling time. In order to meet the requirements for the settling time duration and the bandwidth, the switching mechanism of factor α (fig. 3) is implemented. At the initial stage of the third mode a relatively large coefficient α is used, and after a certain period of time by the "gear" reference signal a transfer to a smaller value is performed. The α switching event is also controlled by the external control unit, clocked by FREF signal. When current unit value is equal to ones specified by designer, the unit calls the switching event.

Analog components of DPLL

The analog part of DPLL contains the following units: an oscillator with the frequency dividers connected to it, a retimer and a TDC. In the given work oscillator based on LC-tank is used, its central frequency is about 10GHz.

The oscillator contains three sets of capacitors corresponding to three modes of adjustment. A set of capacitor cells with high capacity corresponds to the first mode of adjustment. For the second and the third modes cells with small capacitors are used. Therefore, the one cell switching changes the frequency by 44 MHz, 2.5 MHz and 290 KHz respectively. The retimer functions are clock signal generation for the DPLL digital part and CKV pulses accumulation. The cases, when the positive edges of FREF and CKV signals are too close, are extremely undesirable, because calculation failures of the time steps can be caused. For this reason the structure presented in fig.4 is used. TDC data processing unit generates SEL EDGE signal and the purpose of this signal is to make retimer skip the current CKV pulse in order to avoid a failure in calculation of the time steps. PHV[2:0] bits are the least significant ones of the integer part of PHV code. A simple counter clocked by CKVD8 signal generates the high order bits. However, the time span between the FREF and CKR positive edges should be large enough to allow the analyzer to process TDC data.

The TDC task is conversion of the time interval between the closest FREF and CKV positive edges to a digital code. Without this block the output signal phase of DPLL is only localized within the range from 0 up to 2π . In the given work a delay line converter is used. It contains inverters as the delay elements and flip-flops, clocked by FREF signal. The resolution is equal to the time delay of one inverter. In 65 nm CMOS process this interval is about 20 ps. The demanded time range of the converter should be 800 ps at the ~14 bit/ps transfer coefficient.

The fractional part of *PHV* code is determined by the following expression:

$$PHV_f = \frac{\varepsilon}{T_{CKV}},\tag{5}$$

where ε — difference between the edges; T_{CKV} — CKV period ideal value in the normal mode. Since T_{CKV} cannot be known in advance, the processing unit should determine it from the converter states. In addition, the time delay control of all inverters can be achieved by power supply adjustment. Changing supply voltage by ±10 % can change the resolution by 30 %. Presence of differential delay lines mitigates mismatch effects, and with proper design this converter can be calibration-free. Fig. 5 presents the worst-case TDC differential and integral nonlinearities (DNL and INL) obtained by Monte-Carlo analysis.

Basic characteristics of DPLL

The results of simulation in the CAD CADENCE environment are presented in fig. 6 and 7. Typical process at 27 °C is used, input jitter is 60 ps. The reference frequency is 100 MHz. The bandwidth is 2 MHz. Fig.6 presents a change of the frequency during the calibration. The first mode lasted 2 μ s, the second mode — 10 mcs. The total time of adjustment is about 20 μ s. Fig.7 presents an eye diagram of the oscillator signal. The determined jitter of the output signal is equal to 5.9 ps.

Conclusion

The work presents an implementation of DPLL in 65 nm CMOS process. At the central oscillator frequency of 10 GHz and a bandwidth of 2 MHz, the determined jitter of DPLL signal is 5.9 ps.

The given DPLL implementation can be used as a frequency synthesizer for the high-speed communication channels in the microprocessor and communication GSI.

References

1. Dunning J., Garcia G., Lundberg J., Nuckolls E. An All-Digital Phase-Locked Loop with 50-Cycle Lock Time Suitable for High-Performance Microprocessor, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, 1995, vol. 30, no. 4, pp. 412–422.

2. Staszewski R., Poras T. Balsara. All-Digital Frequency Synthesizer in Deep-Submicron CMOS, Wiley, 2002.

3. Staszewski R., Wallberg J. et al. All-Digital PLL and Transmitter for Mobile Phones, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, 2005, vol. 40, no. 12, pp. 2469–2482.

4. Staszewski R. Khurram M. et al., All-Digital TX Frequency Synthesizer and Discrete-Time Receiver for Bluetooth Radio in 130-nm CMOS, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, 2004, vol. 39, no. 12, pp. 2278–2291.

5. **Wenlong J.** DPLL design for WiMAX (Msc Thesis), Delft University of technology, 2011.

6. Staszewcki R., Poras T. Balsara, Digital PLL with ultrafast settling, *IEEE Transactions on circuits and systems-II: Express briefs*, 2007, vol. 54, no. 2, pp. 181–185.

7. **Popong E.** *Time-to-Digital converter (TDC) for WiMAX DPLL in State-of-The-Art 40-nm CMOS* (MSc Thesis), Delft University of Technology, 2011.

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 Н. В. Яшина.

Сдано в набор 21.05.2017. Подписано в печать 21.06.2017. Формат 60×88 1/8. Заказ MC0717. 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

Рисунки к статье А. В. Желаннова, А. С. Ионова, А.В. Петрова, Б. И. Селезнева «ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ МИКРОПРОФИЛИРОВАНИЯ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ПРИБОРНЫХ СТРУКТУР НА ОСНОВЕ НИТРИДА ГАЛЛИЯ»

A. V. Zhelannov, A. S. Ionov, A. V. Petrov, B. I. Seleznev

«MICROPROFILING TECHNIQUE USE IN GALLIUM NITRIDE BASED DEVICE STRUCTURE FORMATION»



Рис. 3. Профиль травления эпитаксиального слоя GaN в плазме BCl₃/Cl₂/Ar. Режим травления: ИСП мощность – 600 Вт, ВЧ мощность – 40 Вт, давление – 1,2 Па, расход газов BCl₂/Cl₂/Ar – 20/60/10 см³/мин

Fig. 3. Etching profile of GaN epitaxial layer in BCl₃/Cl₂/Ar plasma. Etching parameters: ICP power – 600 W, RF power – 40 W, Pressure – 1.2 Pa, gas flow rate BCl₃/Cl₂/Ar – 20/60/10 sm³/min



Рис. 4. Схематическое изображение и внешний вид диодной структуры

Fig. 4. Schematic representation and appearance of the diode structure

Рисунки к статье В. Ф. Лукичева, К. В. Лебедева, В. А. Кальнова «МОДЕЛИРОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК НИЗКОВОЛЬТНОГО МЭМС-ПЕРЕКЛЮЧАТЕЛЯ ЛАТЕРАЛЬНОГО ТИПА С ПРУЖИНОЙ ТИПА "МЕАНДР"»

V. F. Lukichev, K. V. Lebedev, V. A. Kalnov

«MODELLING OF CHARACTERISTICS OF A LOW-VOLTAGE LATERAL MEMS SWITCH WITH A SPRING OF MEANDER TYPE»



Рис. 2. Первая колебательная мода – 17,5 МГц. Перемещение кантилевера в горизонтальной плоскости Перемещение кантилевера в горизонтальной плоскости

Fig. 2. The first oscillatory mode - 17.5 MHz. Movement of the cantilever in a horizontal plane



Индексы: 79493 («Роспечать»), 27849 («Пресса России»

448.

385-

Tow

Рис. 3. Третья колебательная мода – 69,09 МГц.

Fig. 2. The first oscillatory mode – 17.5 MHz. Movement of the cantilever in a horizontal plane



Рис. 8. Срабатывание МЭМС-переключателя: a - c меандром (5,5 В); b - 6 e з меандра (8,5 В)

Fig. 8. Actuation of the MEMS switch: a – with a meander (5.5 V); b – without a meander (8.5 V)