

ISSN 1813-8586

НАНО-И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 19, № 10, 2017

- Нанотехнологии
- Зондовая микроскопия
- Микромашины и наносистемы
- Молекулярная электроника
- Биоактивные нанотехнологии
- Элементы датчиков и биочипы
- Микроэлектромеханические системы
- Микрооптоэлектромеханические системы
- Биомикроэлектромеханические системы

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

Vol. 19, N. 10, 2017

The articles are published
in Russian and English





**МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ
РАДИОЭЛЕКТРОННОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ»
(INTERMATIC - 2017)**

20 – 24 ноября 2017, г. Москва

ОРГАНИЗАТОРЫ:

Министерство образования и науки Российской Федерации,
Российская Академия Наук,
Научный Совет РАН по физике конденсированных сред,
Российский фонд фундаментальных исследований,
Федеральное агентство связи,
Российская Академия Естественных Наук,
Институт радиотехники и электроники РАН,
Московский технологический университет МИРЭА,
Московский технический университет связи и информатики

НАУЧНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ

- Прикладная физика и радиофизика
- Тонкие пленки, наноматериалы и наноструктуры
- Перспективные компоненты радиоэлектроники
- Высокие наукоемкие технологии и оборудование
- Оптоэлектроника и приборы на квантовых эффектах
- Микроприборы и микросистемная техника
- Твердотельные функциональные блоки РЭА
- Телекоммуникационные и информационные приборы и системы
- Радиоэлектронные приборы и системы безопасности
- Вопросы диагностики, качества и надежности

На конференцию приглашаются ученые, инженеры, аспиранты для рассмотрения проблемных вопросов прикладной физики, математического моделирования, высоких наукоемких технологий и оборудования при разработке новых перспективных материалов и компонентов РЭА, высокоэффективных приборов, телекоммуникационных и информационных систем радиоэлектронной техники, новых принципов построения и применения электронных приборов, а также для обмена опытом и маркетинга.

Доклады будут опубликованы в виде отдельного тома с регистрацией в базе данных РИНЦ.

**Конференция проводится в г. Москва
на базе Московского технологического университета МИРЭА по адресу:
Россия 119454, г. Москва, Пр. Вернадского, д. 78.**

Официальный сайт конференций: <http://conf.mirea.ru>
Электронная почта оргкомитета: conf@mirea.ru

НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 19. № 10 ♦ 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:

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

Лабунов В. А., д.ф.-м.н., проф., акад. НАНБ (Беларусь)

Нарайкин О. С., д.т.н., проф., чл.-кор. РАН

Никитов С. А., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН

Рыжий В. И., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН

Сауров А. Н., д.т.н., проф., акад. РАН

Сигов А. С., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН

Чаплыгин Ю. А., д.т.н., проф., акад. РАН

Шевченко В. Я., д.х.н., проф., акад. РАН

Редакционная коллегия:

Абрамов И. И., д.ф.-м.н., проф. (Беларусь)

Андреев А., к.ф.-м.н., (Великобритания)

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.

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., д.т.н., проф. (Япония)

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

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

Васильев Д. Д., Моисеев К. М. Расчет движения подложки для повышения равномерности покрытий в установках с планарными цилиндрическими магнетронами 579

Булатов М. Ф., Кутвицкий В. А., Миронова Е. В., Останина О. И., Плотникова А. А. Использование гексацианоферратов для создания полимерных рецепторных слоев сенсорных гетероструктур 587

Конаков С. А., Дзюбаненко С. В. Влияние явления проскальзывания скорости на режимы работы и другие характеристики газового химического микрореактора 598

Заблоцкая Е. Ю., Род И. А., Таренкин А. И., Казачков А. О., Шамирян Д. Г. Автоматизированная инспекция дефектов литографии как метод контроля качества МЭМС-элементов 605

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

Исмагилов Ф. Р., Вавилов В. Е., Бекузин В. И., Айгузина В. В. Проектирование сверхвысокоскоростных электрических микромашин с частотой вращения 1,2 млн оборотов в минуту 614

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Баранов А. А., Жукова С. А., Обижаев Д. Ю., Турков В. Е., Заруцкий А. А., Гудошников С. А. Магнитоимпедансный чувствительный элемент на основе аморфного ферромагнитного микропровода и тонкопленочной катушки 626

Тимошенков В. П., Хлыбов А. И., Родионов Д. В. Исследование параметров НЕМТ-транзистора в гигагерцовом диапазоне 632

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"

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

(Title "NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEKHNIKA")

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

Vol. 19

No. 10

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
Surov 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.
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.
Petrinin 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), Dr. Eng., 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.
Vikulov 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

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

- Vasilev D. D., Moiseev K. M.** Calculation of the Substrate Movement for Improvement of the Uniformity of Thin Films for the Deposition Systems with Planar Circular Magnetrons 584
- Bulatov M. F., Kutvitsky V. A., Mironova E. V., Ostanina O. I., Plotnikova A. A.** The Use of Hexacyanoferrates for Creation of Sensor Heterostructure Polymer Receptor Layers 593
- Konakov S. A., Dzyubanenko S. V.** Influence of the Velocity Slip Boundary Condition on the Operating Modes and Other Characteristics of the Gas-Phase Chemical Microreactor 602
- Zablotskaya E. Yu., Rod I. A., Tarenkin A. I., Kazachkov A. O., Shamiryan D. G.** Automated Detection of Lithography Defects as a Method of Quality Management for MEMS Elements 610

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

- Ismagilov F. R., Vavilov V. E., Bekuzin V. I., Ayyuzina V. V.** Design of Ultra-High-Speed Electrical Micromachines with a Rotational Speed of 1.2 Million rpm 621

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

- Baranov A. A., Zhukova S. A., Obizhayev D. Yu., Turkov V. E., Zarutsky A. A., Gudoshnikov S. A.** Magnetoimpedance Sensitive Element Based on Amorphous Ferromagnetic Microwire and Thin-film Coil 630
- Timoshenkov V. P., Khlybov A. I., Rodionov D. V.** Research of HEMT Transistor Parameters in the GHz Band 637

Our:

Web: www.microsystems.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

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

УДК 621.793.182, 538.975

DOI: 10.17587/nmst.19.579-587

Д. Д. Васильев, аспирант, e-mail: d.d.vasiliev@ya.ru, **К. М. Моисеев**, канд. техн. наук, доц.,
e-mail: mkm430@ya.ru,

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана
(Национальный исследовательский университет), Москва

РАСЧЕТ ДВИЖЕНИЯ ПОДЛОЖКИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РАВНОМЕРНОСТИ ПОКРЫТИЙ В УСТАНОВКАХ С ПЛАНАРНЫМИ ЦИЛИНДРИЧЕСКИМИ МАГНЕТРОНАМИ

Поступила в редакцию 06.04.2017

Рассмотрены виды вращения подложки на установке с радиальным расположением планарных цилиндрических магнетронов и рассчитан закон поворота подложкодержателя с вращающейся подложкой, обеспечивающий неравномерность покрытия менее 0,1 %, что позволяет использовать лабораторные установки с цилиндрическими планарными магнетронами для обработки промышленной технологии.

Ключевые слова: микрокоммутационные платы, тонкопленочные покрытия, неравномерность, цилиндрический планарный магнетрон, подложкодержатель, сложное вращение

Введение

В последнее время наметился значительный интерес к разработке микрокоммутационных плат нового поколения со встроенными пассивными тонкопленочными элементами (резисторами, конденсаторами, индуктивностями) [1, 2]. При этом предполагается переход от стандартных материалов (ситалл, поликор) и размеров подложек 60×48 мм к нитриду алюминия с размерами подложек вплоть до 300×300 мм, и существенное ужесточение требований к номинальным значениям пассивных тонкопленочных элементов. Так, для тонкопленочных резисторов разброс по значению сопротивления не должен превышать ± 2 %, тогда как сейчас этот разброс находится в пределах ± 5 % [3], что влечет за собой ужесточение требований к характеристикам установок вакуумного нанесения покрытий, реализующих формирование данных тонкопленочных элементов. Наиболее важной характеристикой в этом случае является неравномерность осаждаемого тонкопленочного покрытия, которая для обеспечения выходных параметров должна составлять менее ± 2 %. Для обеспечения таких жестких требований по неравномерности используют установки, оснащенные протяженными

цилиндрическими или планарными магнетронами [4, 5], размеры которых превышают размеры подложки. При этом подложка перемещается перпендикулярно оси протяженного магнетрона в области, где обеспечивается заданная неравномерность, вследствие чего на подложке формируется покрытие с требуемыми параметрами [5, 6]. Однако магнетроны подобного класса и мишени для них являются крайне дорогостоящими, и с этой точки зрения их применение нецелесообразно на этапе обработки технологического процесса, которую проводят на лабораторных установках, оснащенных небольшими планарными цилиндрическими магнетронами [7]. Неравномерность покрытия при расстояниях от мишени магнетрона до подложки и размерах подложки, равных диаметру магнетрона, составляет 35...40 % [8, 9], что безусловно является недопустимым значением. Для достижения заданных требований при нанесении покрытия используют различные виды вращения подложкодержателя [10], которые позволяют существенно снизить неравномерность до 10 %.

В литературе, как правило, приводят общие сведения о распределении материала при магнетронном распылении на неподвижную подложку [11]. Существует ряд работ [9, 12, 13], посвященных

математическому моделированию распределения равномерности покрытия при магнетронном распылении на плоской подложке без вращения. Работы по оценке неравномерности покрытия при распылении на вращающиеся подложки носят больше экспериментальный характер [10]. Работ, посвященных расчету движения подложек, обеспечивающего заданную неравномерность, практически нет.

В данной работе предложены схемы и проведены расчеты движения подложки размером 100×100 мм, позволяющие обеспечить неравномерность пленки от планарного цилиндрического магнетрона менее $\pm 1\%$.

1. Компьютерное моделирование

В отличие от термического испарения, при магнетронном распылении, как показано в работе [14], распределение материала происходит по косинусному закону в степени n . Коэффициент n зависит от энергии бомбардирующих мишень ионов и от параметров мишени: материала, однородности, размера зерен, структуры [15]. Коэффициент n подбирается экспериментально для каждой мишени, магнетрона и режимов осаждения и имеет диапазон значений от 0,4 до 1,7 [14].

При моделировании мишень магнетрона рассматривается как множество точечных источников. Распределение распыляемого материала по подложке является результатом влияния всех точечных источников с поверхности мишени. Наиболее полное выражение, учитывающее большее число параметров, имеет следующий вид [4]:

$$T(r, t) = \int_{\alpha R} \frac{\cos^n(\varphi(R, r, \alpha, t)) \cos(\theta(R, r, \alpha, t)) \times}{C(R, r, \alpha, t)^2} \rightarrow \\ \rightarrow \frac{\sqrt{1 + (f'_R(R, t))^2} g(R, t) R}{dR d\alpha}, \quad (1)$$

где r — радиус точки на подложке, в которой измеряется неравномерность; t — время; R — радиус зоны эрозии, изменяется от $R_{\min}$ до $R_{\max}$; α — угол интегрирования в цилиндрических координатах; n — коэффициент для мишени, магнетрона и параметров процесса; φ — угол распыления частицы; θ — угол осаждения частицы; $f'_R(R, t)$ — функция профиля зоны эрозии; $g(R, t)$ — функция скорости распыления; C — расстояние от точки распыления до зоны осаждения; T — относительное значение толщины покрытия на подложке в точке на расстоянии r от центра.

Равномерность покрытия определяется отношением максимальной толщины пленки на подложке к минимальному ее значению. Для каждого вида вращения составляется расчетная схема (рис. 1).

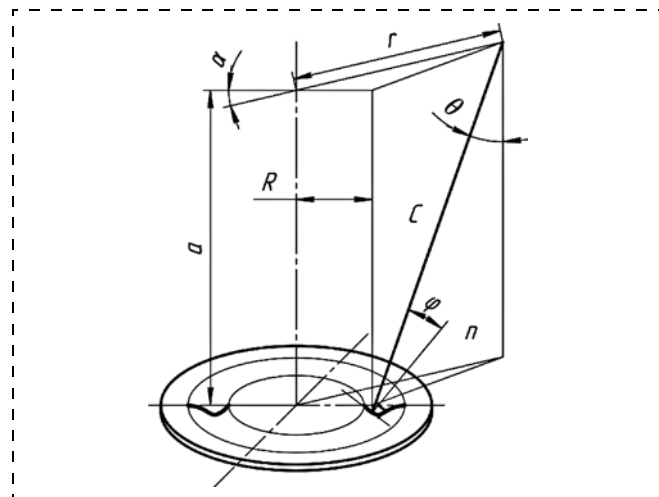


Рис. 1. Геометрическая схема расчета скорости осаждения покрытия при магнетронном распылении

Fig. 1. Geometrical scheme for calculation of the deposition rate of a coating during a magnetron sputtering

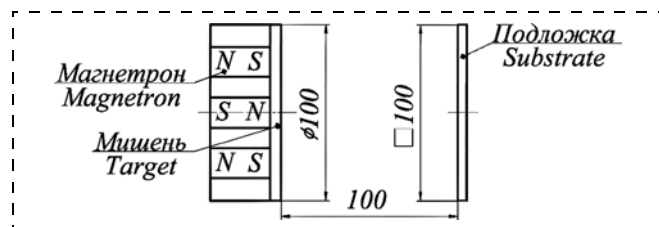


Рис. 2. Расчетная схема процесса без вращения

Fig. 2. Design diagram of the process without rotation

По расчетной схеме вычисляется зависимость расстояния, угла распыления и осаждения от следующих переменных: радиуса зоны эрозии; координат точки, в которой оценивается неравномерность; угла интегрирования; времени. Профиль зоны эрозии и скорость распыления, которая является нормированной функцией профиля зоны эрозии, оцениваются для каждого источника измерением поверхности проработавшей мишени. При моделировании можно не учитывать изменение профиля зоны эрозии, так как при увеличении глубины профиля зоны эрозии равномерность пленки повышается [16]. Коэффициент степени косинуса угла распыления подбирается по результатам экспериментов для каждой системы и режима. Моделирование распределения неравномерности покрытия проводится с помощью программных продуктов, реализующих численные методы (MathCad, MATLAB).

1.1. Распределение толщины покрытия по подложке без вращения

При нанесении покрытия на неподвижную подложку при диаметре магнетрона, расстоянии до подложки и длине стороны подложки, равных 100 мм (рис. 2), моделирование показало неравно-

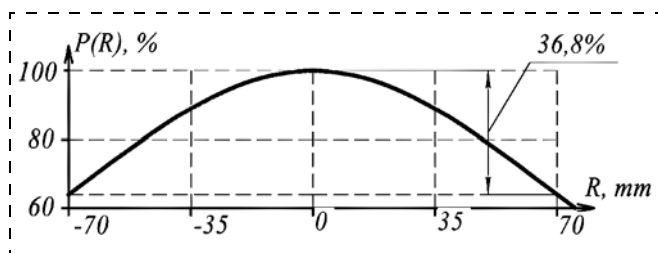


Рис. 4. Профиль пленки без вращения по диагонали подложки
Fig. 4. Profile of the thin film without rotation along the substrate diagonal

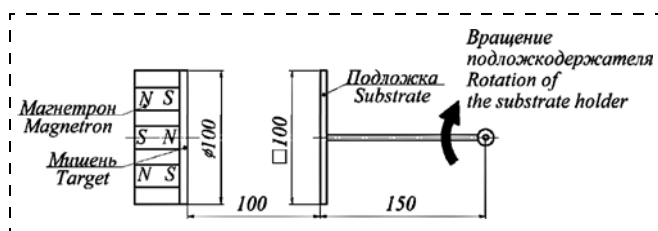


Рис. 5. Расчетная схема процесса вращения подложкодержателя
Fig. 5. Design diagram of the process of rotation of the substrate holder

мерность толщины 36,8 %. Максимальная толщина наблюдается в центре подложки, а минимальная — на краях (рис. 3, см. третью сторону обложки, и рис. 4).

1.2. Непрерывное вращение подложкодержателя относительно вертикальной оси

При вращении подложкодержателя (рис. 5) профиль покрытия на подложке имеет форму гиперболического параболоида (рис. 6, см. третью сторону обложки), в отличие от других видов вращения, у которых профиль покрытия имеет форму нормального распределения с экстремумом в центре подложки. Неравномерность покрытия для планарного цилиндрического магнетрона на подложке при вращении подложкодержателя, с расстоянием до подложки и размерами подложки, равными диаметру магнетрона, составляет 26,5 % (рис. 7).

Для подтверждения данного результата был проведен эксперимент в лаборатории кафедры "Электронные технологии в машиностроении" на установке ВУП-11М. На квадратную подложку из алюминия со стороной 100 мм наносилось покрытие Ta_2O_5 при вращении подложкодержателя. Цвет покрытия свидетельствует о толщине пленки в данной точке. Из рис. 8 (см. третью сторону обложки) видно, что цвета и линии одной толщины совпадают у полученного покрытия

и смоделированной на компьютере диаграммы распределения толщин.

1.3. Непрерывное вращение подложкодержателя относительно вертикальной оси и подложки вокруг своей оси

В результате при вращении подложкодержателя относительно вертикальной оси максимальная толщина покрытия наблюдается на максимальном расстоянии от центра по оси абсцисс, а минимальная толщина — на максимальном расстоянии от центра по оси ординат. Поэтому если добавить вращение подложки относительно своего центра, то максимальная и минимальная толщина будут как бы компенсировать друг друга (рис. 9). Рельеф поверхности пленки соответствует рельефу, как в случае без движения (рис. 10, см. четвертую сторону обложки), но неравномерность покрытия получается в 2 раза меньше и составляет 18,9 % (рис. 11).

В том случае, если при данном виде вращения подложкодержателя соотношение скорости вращения подложки вокруг своей оси и скорости поворота подложкодержателя будет меньше 10, то точка с максимальной толщиной пленки будет смещена относительно центра подложки более чем на 2,5 мм в сторону точки с нулевым значением мгновенной скорости, что увеличит неравномерность покрытия. Поэтому необходимо, чтобы соотношение скорости вращения подложки вокруг своей оси и скорости поворота подложкодержателя было больше 10.

1.4. Непрерывное вращение подложки вокруг своей оси при фиксированном угле

Покрывание имеет неравномерность 18,9 % при равномерном вращении подложкодержателя, и скорость вращения подложки много больше скорости вращения подложкодержателя. Если зафиксировать подложку под углом к магнетрону и вращать ее, то можно добиться неравномерности покрытия 2,1 % при угле $22^{\circ}16'$ (рис. 12, 13, см. четвертую сторону обложки). В этом случае минимальная толщина будет в центре и на краях подложки, а

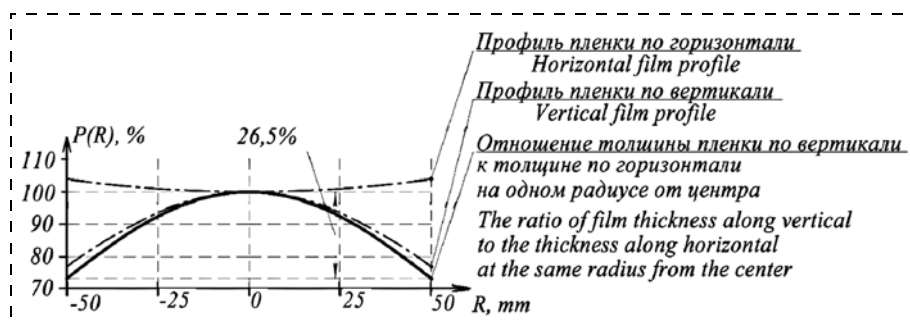


Рис. 7. Профиль пленки при вращении подложкодержателя
Fig. 7. Thin film profile during rotation of the substrate-holder

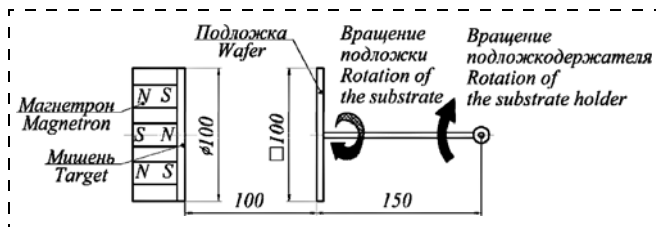


Рис. 9. Расчетная схема процесса вращения подложки вокруг своей оси и вращения подложкодержателя

Fig. 9. Design diagram of the rotation process of the substrate around its axis and rotation of the substrate holder

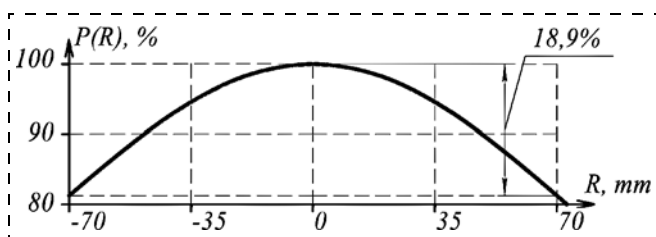


Рис. 11. Профиль пленки при вращении подложки вокруг своей оси и вращении подложкодержателя

Fig. 11. Thin film profile during rotation of the substrate around its axis and rotation of the substrate holder

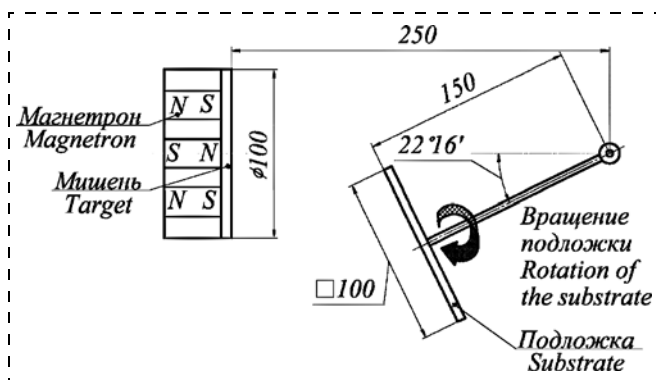


Рис. 12. Расчетная схема процесса вращения подложки вокруг своей оси при заданном угле

Fig. 12. Design diagram of the process of rotation of the substrate around its axis at a set angle

максимальная толщина — на равном удалении от центра (рис. 14).

Уменьшая значение фиксированного угла, радиус, на котором толщина максимальна, будет уменьшаться к экстремуму в центре, а увеличивая угол — будет увеличиваться (рис. 15). Это позволяет предположить, что при определенном законе движения подложкодержателя можно получить очень низкую неравномерность.

1.5. Непрерывное вращение подложки вокруг своей оси с поворотом подложкодержателя по заданному закону

При вращении подложки вокруг своей оси при фиксированном угле подложкодержателя, большим 21°, максимальная толщина пленки на под-

ложке равномерно удалена от центра вращения. При увеличении угла подложкодержателя радиус расположения максимальной толщины пленки растет, при этом уменьшается скорость осаждения. Если вращать подложку вокруг своей оси, а подложкодержатель поворачивать, уменьшая скорость, то расположенная по радиусу максимальная толщина будет как бы компенсировать неравномерность пленки по всей подложке (рис. 16).

Подобран закон, при котором подложкодержатель вращается от 9°18' до 52°, при этом скорость поворота уменьшается (рис. 17). При данном законе вращения подложкодержателя и вращении подложки вокруг своей оси неравномерность покрытия может составлять менее 0,1 % (рис. 18).

Проведенное моделирование движения, при котором подложка вращается вокруг своей оси, а

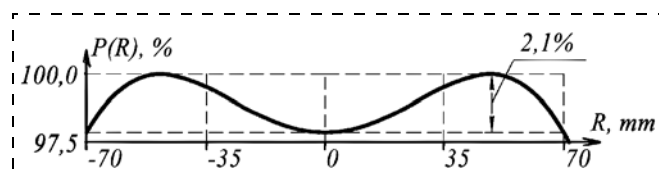


Рис. 14. Профиль пленки при вращении подложки вокруг своей оси при заданном угле

Fig. 14. Thin film profile during rotation of the substrate around its axis at a set angle

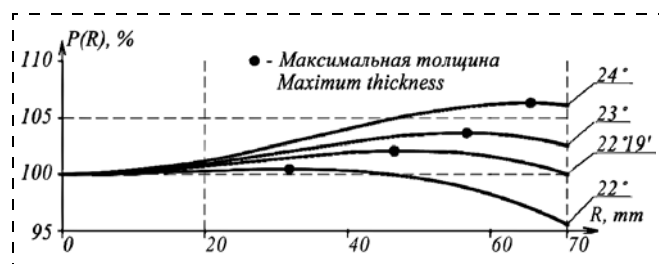


Рис. 15. Профиль пленки при вращении подложки вокруг своей оси в зависимости от угла

Fig. 15. Thin film during rotation of the substrate around its axis depending on an angle

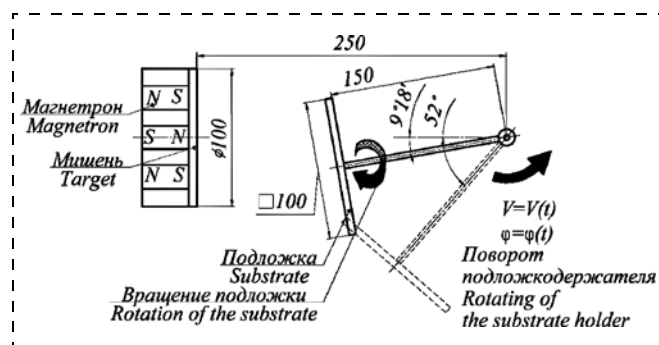


Рис. 16. Расчетная схема вращения подложки вокруг своей оси с поворотом подложкодержателя по заданному закону

Fig. 16. Design diagram of rotation of the substrate around its axis with a turn of the substrate holder in accordance with the set law

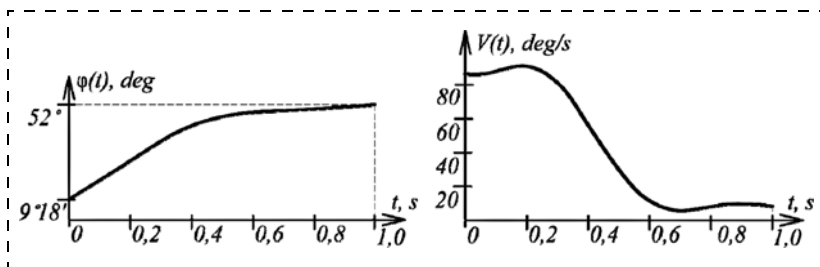


Рис. 17. Закон поворота подложкодержателя

Fig. 17. The law of the turn of the substrate holder

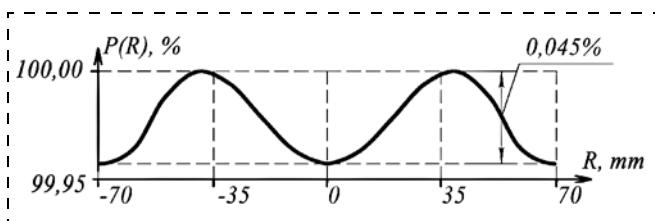


Рис. 18. Профиль пленки при вращении подложки вокруг своей оси с поворотом подложкодержателя по заданному закону

Fig. 18. Thin film profile during rotation of the substrate around its axis with a turn of the substrate holder in accordance with the set law

подложкодержатель поворачивается в диапазоне от $9^{\circ}18'$ до 52° с уменьшением скорости поворота по заданному закону, показало, что при использовании цилиндрического планарного магнетрона возможно получение неравномерности покрытия менее 0,1 % на подложках размерами не менее 100×100 мм, при расстоянии от магнетрона до оси подложкодержателя 250 мм и расстоянии от оси подложкодержателя до подложки 150 мм.

При получении тонкопленочных покрытий с неравномерностью порядка 0,1 % необходимо обеспечить соотношение скорости вращения подложки вокруг своей оси и скорости поворота подложкодержателя больше 10 для получения симметричной пленки относительно центра подложки. В противном случае профиль пленки будет иметь вид как при непрерывном вращении подложкодержателя относительно вертикальной оси.

Заключение

Рассмотренные виды вращения подложки уменьшают производительность установки, однако повышают равномерность покрытия, что позволяет использовать лабораторные установки с цилиндрическими планарными магнетронами для отработки промышленной технологии.

На неравномерность пленки влияет профиль зоны эрозии, функция скорости распыления, материал и диаметр мишени и т. д. Поэтому рассчитывать закон поворота подложкодержателя необходимо в зависимости от конфигурации системы распыления установки и требований к покрытию.

Список литературы

1. Лейтес И. Л. Перспективы развития техники печатных плат и микросборок "Что было — что будет" // Технологии в электронной промышленности. 2011. № 6. С. 48—51.
2. Костенко В. И., Серегин В. С., Грошкова Л. А., Василевич А. И. Перспективы использования высокотеплопроводной керамики из нитрида алюминия в космическом приборостроении. URL: <http://www.iki.rssi.ru/seminar/tarusa200406/3-19.pdf> (дата обращения: 18.09.2015).
3. Фирма Bourns. Применение тонких пленок на кремнии. URL: <https://www.bourns.com/pdfs/tfosappnote.pdf> (дата обращения: 11.09.2015).
4. Фирма Angstrom Sciences. Цилиндрические магнетроны компании. URL: <http://www.angstromsciences.com/sites/angstromsciences.com/files/files/ASI-Cylindrical-Magnetron-OverView-Presentation.pdf> (дата обращения: 26.08.2015).
5. Фирма Gencoa. Вопросы однородности покрытия — прямоугольные магнетроны. URL: http://www.gencoa.com/download/coating_uniformity_issues.pdf (дата обращения: 26.08.2015).
6. Берлин Е. В., Двинин С. А., Сейдман Л. А. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок. М.: Техносфера, 2007. 176 с.
7. Моисеев К. М. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. № 8. 2014. С. 18—22.
8. Васильев Д. Д., Прохоров Е. П., Моисеев К. М. Сравнение математической модели и экспериментальных данных распределения неравномерности тонкопленочного покрытия при магнетронном распылении от планарного цилиндрического магнетрона // Будущее машиностроения России: сб. тр. Седьмой Всероссийской конференции молодых ученых и специалистов. Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2014. С. 150—151.
9. Soloviev A. A., Sochugov N. S., Oskomov K. V., Kovsharov N. F. Film thickness distribution in magnetron sputtering system with the round cathode // 8th international conference on modification of materials with particle beams and plasma flows. 2006. P. 491—493.
10. Панфилов Ю. В. Расчет режимов процесса нанесения тонких пленок в вакууме и параметров оборудования. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 1988. 20 с.
11. Панфилов Ю. В. Электронные, ионные и плазменные технологии. Часть I. Конспект лекций // Наноинженерия. 2012. № 4. С. 14—27.
12. Голосов Д. А., Мельников С. Н., Достанко А. П. Расчет элементного состава тонкопленочных слоев при магнетронном распылении мозаичных мишеней // Электронная обработка материалов. 2012. Т. 48 (1). С. 63—72.
13. Голосов Д. А., Завадский С. М., Мельников С. Н. Сквозное моделирование процессов нанесения покрытий при магнетронном распылении // Вестник Полоцкого государственного университета. 2013. № 4. С. 75—82.
14. Мартыненко Ю. В., Рогов А. В., Шульга В. И. Угловое распределение атомов при магнетронном распылении поликристаллических мишеней // Журнал технической физики. 2012. Т. 82 (4). С. 13—18.
15. Акуленок М. В., Андреев В. М., Громов Д. Г. и др. Введение в процессы интегральных микро- и нанотехнологий. Т. 2: Технологические аспекты. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2011. 252 с.
16. Vasilev D. D., Moiseev K. M. Influence of the planar cylindrical target erosion zone of magnetron sputtering on the uniformity of a thin-film coating // J. Phys.: Conf. Ser. 2015. Vol. 584. 012012. DOI: 10.1088/1742-6596/584/1/012012.

D. D. Vasilev, Postgraduate Student, d.d.vasilev@ya.ru, **K. M. Moiseev**, Ph. D., Associate Professor, mkm430@ya.ru
Bauman Moscow State Technical University (National Research University), Moscow, 105005, Russian Federation

Corresponding author:

Moiseev Konstantin M., Ph. D., Associate Professor, Bauman Moscow State Technical University (National Research University), Moscow, 105005, Russian Federation, e-mail: mkm430@ya.ru

Calculation of the Substrate Movement for Improvement of the Uniformity of Thin Films for the Deposition Systems with Planar Circular Magnetrons

Received on April 06, 2017

Accepted on May 11, 2017

Tightening of the non-uniformity requirements to the functional thin film layers of the micro-switching boards with passive thin film elements up to ± 2 % leads to the use of expensive vacuum coating systems with linear magnetrons. But the industrial technology can be realized at the laboratory systems equipped with small planar cylindrical magnetrons, which usually ensure non-uniformity of the thin films of about 35...40 %. In order to reach the required non-uniformity level of less than ± 2 % different types of movements of substrate holders have to be used. This article presents different types of substrates' movement, and the non-uniformity level is calculated for each type of the movement. The law of sophisticated substrate motion with non-uniformity of 0.1 % is calculated, which allows us to use the laboratory systems with small planar cylindrical magnetrons for developing of the industrial technology.

Keywords: micro switching boards, thin films, non-uniformity, circular planar magnetron, substrate holder, complex motion

For citation:

Vasilev D. D., Moiseev K. M. Calculation of the Substrates' Movement for Improvement of the Uniformity of Thin Films for the Deposition Systems with Planar Circular Magnetrons, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 10, pp. 579—587.

DOI: 10.17587/nmst.19.579-587

Introduction

There is a growing interest to development of micro switching boards of a new generation with the embedded passive thin-film elements (resistors, condensers, inductances) [1, 2]. It is planned to implement a transition from the standard materials (polycrystalline glass, polikor) and the sizes of substrates of 60×48 mm to the aluminum nitride with the sizes of substrates up to 300×300 mm and essential toughening of the requirements to the rated values of the passive thin-film elements. Thus, for the thin-film resistors the spread by resistance should not exceed ± 2 %, while this spread is within the limits of ± 5 % [3], which involves toughening of the requirements to the characteristics of the systems for the vacuum deposition of coatings, intended for formation of the thin-film elements. The most important characteristic is a non-uniformity of the deposited coating, which in order to achieve the target parameters should be less than ± 2 %. Such rigid requirements concerning non-uniformity are met by the systems equipped with lengthy cylindrical or planar magnetrons [4, 5], the sizes of which exceed the sizes of a substrate. At that, the substrate moves perpendicularly to the axes of the lengthy magnetron, to the areas where the set non-uniformity is ensured, owing to which a coating with the demanded parameters [5, 6] is formed on the substrate. However, the magnetrons of such class and the targets for them are extremely ex-

pensive, and from this point of view, their application is not expedient at the stage of development of a technological process, which is done on the laboratory systems equipped small planar circular magnetrons [7]. Non-uniformity of the coating at the distances from a magnetron to a substrate and the sizes of the substrate equal to the diameter of the magnetron is 35...40 % [8, 9], which, no doubt, is unacceptable. In order to achieve the set requirements during deposition of the coating, various kinds of rotation of the substrate holder [10] are used, which allow us to lower the non-uniformity essentially down to 10 %.

The literature, as a rule, contains general data on distribution of material during the magnetron dispersion on a motionless substrate [11]. There is a number of works [9, 12, 13] devoted to the mathematical modeling of the uniformity distribution of the coating at a magnetron dispersion on a flat substrate without rotation. The works concerning estimation of the uniformity of a coating during its dispersion on the rotating substrates are basically of an experimental character [10]. The works devoted to calculation of the movement of the substrates, ensuring the set non-uniformity, practically do not exist.

The work presents schemes and calculations of movement of a substrate with the size of 100×100 mm, allowing us to ensure non-uniformity of a film from a planar circular magnetron less than ± 1 %.

1. Computer modeling

Unlike thermal evaporation dispersion, the magnetron sputtering dispersion, as shown in [14], makes distribution of material in accordance with cosine law in degree n . The coefficient n depends on the energy of the ions bombarding a target and on the target parameters: material, homogeneity, size of grains, and structure [15]. The coefficient n is selected experimentally for each target, magnetron and modes of deposition, and has a range of values from 0.4 up to 1.7 [14].

During modeling the target of a magnetron is considered as a set of numerous dot sources. Distribution of a sputtered material on a substrate is a result of the influence of all the dot sources from the target surface. The fullest expression taking into account the biggest number of the parameters looks like the following [4]:

$$T(r, t) = \int_{\alpha} \int_R \frac{\cos^n(\varphi(R, r, \alpha, t)) \cos(\theta(R, r, \alpha, t)) \times}{C(R, r, \alpha, t)^2} \rightarrow \\ \rightarrow \frac{\times \sqrt{1 + (f'_R(R, t))^2} g(R, t) R}{dR d\alpha}, \quad (1)$$

where r — radius of the point on the substrate, in which non-uniformity is measured; t — time; R — radius of the zone of erosion, varies from $R_{\min}$ up to $R_{\max}$; α — integration angle in the cylindrical co-ordinates; n — coefficient for the target, magnetron and process parameters; φ — angle of sputtering of a particle; θ — angle of deposition of a particle; $f'_R(R, t)$ — function of the profile of the zone of erosion; $g(R, t)$ — function of the sputtering rate; C — distance from the point of sputtering to the deposition zone; T — relative value of the thickness of the coating on the substrate in the point at the distance r from the centre.

Uniformity of a coating is determined by the ratio of the maximal thickness of the film on a substrate to its minimal value. For each kind of rotation a design diagram is prepared (fig. 1).

In accordance with the design diagram, the dependence is calculated of the distance, angle of sputtering and deposition on the following variables: radius of the zone of erosion; point co-ordinates in which it is estimated; integration angle; time. The profile of the zone of erosion and the sputtering rate, which is the normalized function of the profile of the erosion zone, are estimated for each source by measurement of the surface of the worked target. During modeling it is possible not to take into account variation of the profile of the erosion zone, because at an increase of the depth of the profile of the erosion zone the uniformity of a film is improved [16]. The coefficient of the degree of cosine of the sputtering angle is selected by the results of the experiments for each system and mode. Modeling of the distribution of uniformity of a coating is done by

means of the software products realizing the numerical methods (MathCad, MATLAB).

1.1. Distribution of the thickness of a coating on a substrate without rotation

During deposition of a coating on a motionless substrate at the diameter of the magnetron, distance to the substrate and length of a side of the substrate equal to 100 mm (fig. 2), modeling demonstrated the non-uniformity of the thickness of 36.8 %. The maximal thickness was observed in the substrate centre, while the minimal one — at its edges (fig. 3, see the 3-rd side of the cover and fig. 4).

1.2. Continuous rotation of the substrate holder in relation to the vertical axis

During rotation of the substrate holder (fig. 5) the coating profile on the substrate has the form of a hyperbolic paraboloid (fig. 6, see the 3-rd side of the cover), unlike the other kinds of rotation, at which the coating profile has the form of a normal distribution with the extremum in the centre of the substrate. The non-uniformity of the coating for a planar circular magnetron on a substrate during rotation of the substrate holder, with the distance to the substrate and the dimensions of the substrate equal to the diameter of the magnetron, makes 26.5 % (fig. 7).

In order to confirm the given result an experiment was done in the laboratory of the Chair of Electronic Technologies in Machine Building on VUP-11M system. Ta_2O_5 coating was deposited on a square substrate of aluminum with a side of 100 mm during rotation of the substrate holder. Color of the coating testifies to the thickness of a film in the given point. From fig. 8 (see the 3-rd side of the cover) it is visible, that the colors and lines of the same thickness of the obtained coating and of the diagram of distribution, simulated on the computer, coincide.

1.3. Continuous rotation of the substrate holder in relation to the vertical axis and the substrate around its axis

As a result, during rotation of the substrate holder in relation to the vertical axis the maximal thickness of the coating is observed at the maximal distance from the centre on the axis of abscissas, while the minimal thickness — at the maximal distance from the centre on the axis of ordinates. Therefore, if we add rotation of the substrate in relation to the centre, the maximal and minimal thicknesses will somehow compensate for each other (fig. 9). The relief of the surface of the thin film corresponds to the relief as in case without movement (fig. 10, see the 4-th side of the cover), but non-uniformity of the coating is 2 times less and equals to 18.9 % (fig. 11).

In the event, if at the given rotation of the substrate holder, the correlation of rotation of the substrate around its axis and the speeds of the turn of the substrate holder is less than 10, then the point with the maximal thickness of the film will be displaced from the centre of the substrate by more than 2.5 mm towards the point with the zero value of the instant speed, which will increase the non-uniformity of the coating. Therefore, it is necessary, that the correlation of the speed of rotation of the substrate around its axis and the speed of the turn of the substrate holder would be more than 10.

1.4. Continuous rotation of the substrate around its axis at a fixed angle

The coating has non-uniformity of 18.9 % at an even rotation of the substrate holder, and the speed of rotation of a substrate is much more than the speed of rotation of the substrate holder. If we fix the substrate at an angle to the magnetron and rotate it, it is possible to achieve non-uniformity of the coating of 2.1 % at the angle of $22^{\circ}16'$ (fig. 12, 13, see the 4-th side of the cover). In this case the minimal thickness will be in the center and edges of the substrate, while the maximal thickness — at the equal distance from the center (fig. 14).

With a reduction of the value of the fixed angle, the radius, on which the thickness is maximal, will decrease to the extremum in the centre, and with an increase of the angle it will increase (fig. 15). This allows us to assume that at a certain law of movement of the substrate holder it is possible to obtain a very low non-uniformity.

1.5. Continuous rotation of the substrate around its axis with a turn of the substrate holder in accordance with a set law

During rotation of the substrate around its axis at the fixed angle of the substrate holder over 21° the maximal thickness of a film on the substrate is evenly remote from the rotation centre. In case of an increase of the angle of the substrate holder, the radius of arrangement of the maximal thickness of the film increases, at that, the deposition rate decreases. If we rotate the substrate around its axis and turn the substrate holder reducing the speed, then the maximal thickness located on the radius will somehow compensate for the non-uniformity of the film on all the substrate (fig. 16).

A law was selected, at which the substrate holder rotates from $9^{\circ}18'$ up to 52° , at that, the speed of the turn slows down (fig. 17). At the given law of rotation of the substrate holder and rotation of the substrate around its axis, the non-uniformity of the coating can be less than 0.1 % (fig. 18).

Modeling of the movement, at which the substrate rotates around its axis, while the substrate holder turns within the range from $9^{\circ}18'$ up to 52° with a reduction

of the speed of the turn under the set law, demonstrated that in case of the use of a circular planar magnetron it is possible to obtain non-uniformity of a coating less than 0.1 % on the substrates with the sizes not less than 100×100 mm, at the distance from the magnetron to the axis of the substrate holder of 250 mm and the distance from the axis of the substrate holder to the substrate of 150 mm.

For obtaining of thin-film coatings with non-uniformity of 0.1 % it is necessary to ensure a correlation of the speed of rotation of the substrate around the axis and the speed of the turn of the substrate holder more than 10 for reception of a symmetric film in relation to the substrate's centre. Otherwise, the profile of the film will look as in case of a continuous rotation of the substrate holder in relation to the vertical axis.

Conclusion

The considered kinds of movement of the substrate reduce the system's productivity, however, they raise uniformity of the coating, which allows us to use the laboratory systems with circular planar magnetrons for developing of the industrial technology.

Non-uniformity of the film is influenced by the profile of the zone of erosion, function of the sputtering rate, material and diameter of a target, etc. Therefore, it is necessary to calculate the law of the turn of the substrate holder depending on the configuration of the system of sputtering of the system and requirements to the coating.

References

1. Leites I. L. *Tekhnologii v elektronnoi promyshlennosti*, 2011, no. 6, pp. 48–51 (in Russian).
2. Kostenko V. I., Seregin V. S., Groshkova L. A., Vasilevich A. I. *Voprosy miniaturizatsii v sovremennom kosmicheskoy priborostroenii*, 2004, pp. 250–256 (in Russian).
3. Firma "Bourns", *Thin film on silicon, Product application note*. URL: <https://www.bourns.com/pdfs/tfosappnote.pdf>
4. Firma "Angstrom Sciences", *Angstrom Sciences — cylindrical magnetrons*. URL: <http://www.angstromsciences.com/sites/angstromsciences.com/files/files/ASI-Cylindrical-Magnetron-Overview-Presentation.pdf>
5. Firma "Genco", *Coating uniformity issues — rectangular magnetrons. Elektronnyi dokument*, URL: http://www.genco.com/download/coating_uniformity_issues.pdf
6. Berlin E. V., Dvinin S. A., Seidman L. A. *Vakuumnaya tekhnologiya i oborudovanie dlya naneseniya i travleniya tonkikh plenok* (Vacuum technology and equipment for coating and etching of thin films), Moscow, Tekhnosfera, 2007, 176 p. (in Russian).
7. Moiseev K. M. *Nanoengineering*, 2014, no. 8, pp. 18–22 (in Russian).
8. Vasilev D. D., Prokhorov E. P., Moiseev K. M. *Sb. tr. Sed'moi Vserossiyskoy konferentsii molodykh uchenykh i spetsialistov "Budushee mashinostroeniya Rossii"*, Moscow, 2014, pp. 150–151 (in Russian).
9. Soloviev A. A., Sochugov N. S., Oskomov K. V., Kovsharov N. F. *8th international conference on modification of materials with particle beams and plasma flows*, 2006, pp. 491–493.

10. **Panfilov Yu. V.** *Raschet rezhimov protsessy nanoseniya tonkikh plenok v vakuume i pa-rametrov oborudovaniya* (The calculation process modes of thin films under vacuum and the parameters of the equipment.). Moscow, MGTU im. N. E. Bauman, 1988, 20 p. (in Russian).

11. **Panfilov Yu. V.** *Nanoinzheneriya*, 2012, no. 4 pp. 14–27 (in Russian).

12. **Golosov D. A., Mel'nikov S. N., Dostanko A. P.** *Elektronnaya obrabotka materialov*, 2012, no. 48 (1), pp. 63–72 (in Russian).

13. **Golosov D. A., Zavadskii S. M., Mel'nikov S. N.** *Vestnik polotskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2013, no. 4, pp. 75–82 (in Russian).

14. **Martynenko Yu. V., Rogov A. V., Shul'ga V. I.** *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2012, no. 82 (4), pp. 13–18 (in Russian).

15. **Akulenok M. V., Andreev V. M., Gromov D. G., Zinov'ev D. V., Mochalov A. I., Sulimin A. D., Tuzovskii K. A.** *Vvedenie v protsessy integral'nykh mikro- i nanotekhnologii* (Introduction to the processes of integrated micro- and nanotechnology), Moscow, BINOM, 2011, vol. 2, 252 p. (in Russian).

16. **Vasilev D. D., Moiseev K. M.** Influence of the planar cylindrical target erosion zone of magnetron sputtering on the uniformity of a thin-film coating, *J. Phys.: Conf. Ser.* 584 (2015), 012012. DOI: 10.1088/1742-6596/584/1/012012.

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

DOI: 10.17587/nmst.19.587-597

М. Ф. Булатов¹, д-р физ.-мат. наук, директор ФТИ, e-mail: bulatov_agu@mail.ru,

В. А. Кутвицкий¹, д-р хим. наук, проф., e-mail: cutvolga@yandex.ru, **Е. В. Миронова**², ст. преподаватель, e-mail: mironova_ev@mitht.ru, **О. И. Останина**¹, канд. хим. наук, доц., e-mail: ostanina@mitht.ru,

А. А. Плотникова¹, студент, e-mail: nastusha8877@gmail.com

¹ Московский технологический университет, Физико-технологический институт (ФТИ), г. Москва;

² Московский технологический университет, Институт тонких химических технологий (МИТХТ), г. Москва

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГЕКСАЦИАНОФЕРРАТОВ ДЛЯ СОЗДАНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ РЕЦЕПТОРНЫХ СЛОЕВ СЕНСОРНЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР

Поступила в редакцию 03.05.2017

Предложен новый способ формирования водонерастворимого электропроводящего рецепторного слоя на поверхности диэлектрика на основе модифицированного цианоферратами водорастворимого полимера. Исследованы физико-химические свойства полученных пленок, определяющие качество чувствительного слоя, и оптимизированы условия их формирования. На основе созданных гетероструктур получены сенсорные датчики, проведены измерения содержания влаги воздушной среды, оценены метрологические характеристики методики ее определения.

Ключевые слова: сенсор, водорастворимый полимер, модификатор, электрическая проводимость, влажность воздуха, рецепторный слой, плотность, микротвердость, однородность, стабильность, относительная погрешность

Введение

Влажность воздуха является одним из основных параметров окружающей среды, оказывающим влияние на организм человека, его жизнедеятельность и работоспособность, на функционирование оборудования, приборов и средств измерения. Для мониторинга и контроля параметров воздушной среды используют различные методы анализа с привлечением как стационарных средств измерения, так и автономных переносных устройств. Целесообразным является разработка и внедрение малогабаритных автономных устройств сенсорного типа, которые обладают чувствительностью и селективностью к компонентам воздушной среды, формируя аналитический сигнал в зависимости от их содержания в воздухе в режиме реального времени.

Важнейшим элементом химического сенсорного элемента является чувствительный слой, сфор-

мированный или нанесенный на подложку, обладающий выраженной селективностью по отношению к определяемому компоненту. В качестве формируемого аналитического сигнала рецепторного слоя удобно использовать удельную электрическую проводимость, значение которой зависит от содержания определяемого компонента в рабочем объеме.

Существуют разные способы формирования рецепторного слоя. Одним из направлений исследований является, например, использование висмут-содержащих оксидных кристаллических материалов (монокристаллов германосилленита, германов-элитина) [1], а также стекол состава $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{—B}_2\text{O}_3$ [2], $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{—B}_2\text{O}_3\text{—MoO}_3$ [3], $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{—B}_2\text{O}_3\text{—GeO}_2\text{—MoO}_3$ [4–7], на поверхности которых после соответствующей химической обработки сначала формируют матричный слой осадка, который затем модифицируют соответствующими реагентами, получая рецепторный слой с активными центрами,

чувствительными к парам воды и токсичным соединениям в воздушной среде. Недостатками существующих датчиков являются малая стабильность рецепторного слоя, обусловленная структурными напряжениями и присутствием боратных фаз в объеме слоя.

Другим направлением является использование модифицированных полимерных пленок, чувствительных к компонентам воздушной среды. Так, в качестве исходного полимерного материала используют электропроводящий водорастворимый полимер поли-N,N-диметил-3,4-диметиленпирролидиний хлорид (ПДМПХ), нанесенный на диэлектрическую подложку из оксидного стекла. Поверхность полимера обрабатывают ультразвуковым нанесением цианоферратов, в результате чего образуется водонерастворимая электропроводящая пленка поли-N,N-диметил-3,4-диметиленпирролидиний цианида (ПДМПЦ), чувствительная к парам воды в воздушной среде [8, 9]. Полученный таким способом рецепторный слой, как и созданный рассмотренным выше способом, обладает недостаточной стабильностью, однородностью, а также сложностью получения тонких слоев.

Для улучшения показателей качества полимерного рецепторного слоя предложен новый способ его формирования, позволяющий в одну стадию получать модифицированную водонерастворимую электропроводящую пленку на основе ПДМПХ на поверхности толщиной от 8 до 15 мкм, которая имеет лучшие показатели качества: плотность, микротвердость, однородность, стабильность, а также позволяет получать большее значение аналитического сигнала при определении содержания паров воды в воздушной среде.

Методика эксперимента

Для реализации процесса взаимодействия компонентов реакционной смеси при формировании рецепторного слоя готовили водные растворы ПДМПХ с его содержанием от 0,17 до 0,44 % мас. и водные растворы модификаторов цианоферратов: гексацианоферрата(II) калия, гексацианоферрата(III) калия, нитропруссиды калия.

В качестве подложки для создания гетероструктуры использовали предварительно очищенное и обезжиренное оксидное силикатное стекло размером $24 \times 24 \times 0,17$ мм [10], на котором токопроводящим клеем закрепляли электроды из медного проводника. Расстояние между электродами составляло 1 см. Подложку с контактами сушили в течение суток при комнатной температуре, согласно инструкции по применению клея. Измеряли массу подложки.

Для нанесения рецепторного слоя на поверхность подложки с контактами ее крепили в гори-

зонтальном положении относительно поверхности стола к установке, которая позволяет осуществлять подъем с постоянной скоростью, и опускали подложку в таком положении в стакан с раствором двух реагирующих компонентов: полимера и модификатора. Для обеспечения однородного распределения частиц продукта реакции в рабочей ячейке раствор перемешивали с использованием магнитной мешалки.

Вытягивали подложку из раствора с установленной скоростью, не превышающей $(2...3) \cdot 10^{-6}$ м/с и обеспечивающей более равномерное распределение продукта взаимодействия на поверхности стекла. Затем сушили 24 ч в естественных условиях. Измеряли массу подложки с нанесенным модифицированным полимером и толщину осажденного слоя.

Исследовали исходные реагенты и модифицированные пленки методом ИК-спектроскопии.

Для получения пленок толщиной 8...15 мкм исследовали зависимость толщины пленки от содержания полимера в растворе при установленной скорости вытягивания подложки из раствора (скорость вытягивания из раствора $(2...3) \cdot 10^{-6}$ м/с).

Исследовали влияние соотношения реагирующих компонентов реакционной смеси полимера и модификатора на физические характеристики полученных описанным способом пленок (плотность, микротвердость, однородность).

Плотность (ρ) рассчитывали с использованием результатов, полученных методом гидростатического взвешивания, по формуле (1)

$$\rho = m_{\text{сл}} \rho_{\text{ж}} / (\Delta m_{\text{сн}} - \Delta m_{\text{ст}}), \quad (1)$$

где $m_{\text{сл}}$ — масса сенсорного слоя; $\rho_{\text{ж}}$ — плотность жидкости, в которой проводится взвешивание; $\Delta m_{\text{сн}}$ — разница в массе при измерениях на воздухе и в воде сенсорной гетероструктуры; $\Delta m_{\text{ст}}$ — разница в массе при измерениях на воздухе и в воде стеклянной подложки (до нанесения рецепторного слоя).

Испытание прочностных характеристик модифицированных пленок проводили путем измерения их микротвердости (H) по методу Виккерса. На поверхность пленок наносили отпечаток с помощью алмазной пирамидки с углом между гранями 136° , находящейся под действием статической нагрузки массой 100 г в течение 10 с. Измерения проводили на микротвердомере ПМТ-3. Расчет выполняли по формуле

$$H = \frac{0,189 \cdot P \cdot 10^6}{d^2}, \text{ [Н/мм}^2\text{]}, \quad (2)$$

где P — нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику, Н; d — среднее арифмети-

ческое длин обеих диагоналей отпечатка, мкм. По результатам измерения микротвердости оценили характеристику однородности модифицированных пленок.

Затем проводили оценку возможности использования полученных сенсорных элементов в целях определения содержания водяных паров в воздушной среде. Для этого использовали прибор иммитансометр Е7-8 (ПО "Калибр", Республика Беларусь) с электронной индикацией результатов измерения. Контакты подложки с нанесенной модифицированной пленкой крепили в зажимах иммитансометра, после чего сенсорный элемент помещали в рабочую зону, в которой создавали определенную влажность воздушной среды путем использования растворов серной кислоты квалификации "ос.ч" различной концентрации. Измеряли электрическую проводимость в зависимости от влажности в рабочем объеме. По результатам измерений оценивали метрологические характеристики методики измерения влажности воздушной среды с использованием изготовленных сенсорных гетероструктур.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Для получения пленок толщиной от 8 до 15 мкм исследовали зависимость толщины пленки от содержания полимера в растворе. Для этого в опытах изменяли концентрацию полимера в водном растворе в диапазоне от 0,17 до 0,44 % мас., сохраняя при этом молярное соотношение реагирующих компонентов полимер:модификатор 1:1 [8] и одинаковую скорость вытягивания подложки из объема реакционной смеси. Толщину пленок определяли двумя методами: косвенным, используя измеренные значения масс подложки и слоя, известные значения их плотностей и площади поверхности пленки, и прямым измерением с помощью микрометра 03501 с погрешностью измерения $\pm 0,5$ мкм. Полученные различными методами значения толщины для каждой пленки совпали в пределах погрешности измерения. Экспериментальные данные зависимости толщины пленки от содержания ПДМПХ в растворе показали линейную зависимость (рис. 1). Разработанный способ нанесения рецепторного слоя позволяет в одну стадию получить тонкий слой водонерастворимой пленки с хорошей адгезией к поверхности выбранной подложки, используя при этом несопоставимо меньшие объемы исходных растворов реагентов малых концентраций.

Для исследования природы полученных модифицированных пленок использовали метод ИК-спектроскопии на ИК-Фурье спектрометре по методу диффузного отражения (модель EQUINOX 55 (BRUKER)).

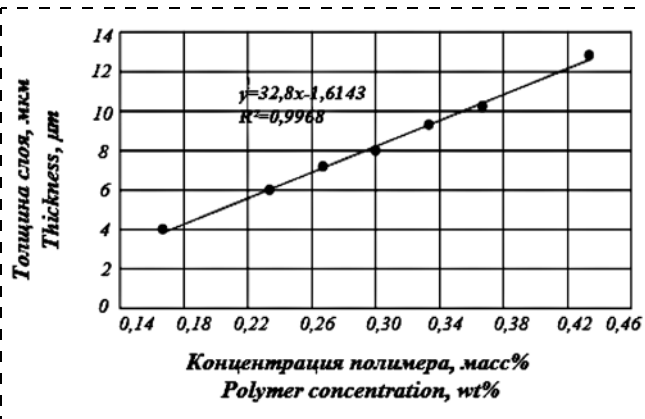


Рис. 1. Зависимость толщины пленки ПДМПЦ от концентрации полимера ПДМПХ, модифицированного гексацианоферратом(II) калия

Fig. 1. Dependence of the thickness of a film of PDMP-hexacyanoferrate(II) on the concentration of PDMP polymer modified by potassium hexacyanoferrate(II)

При сравнении ИК-спектров продукта взаимодействия ПДМПЦ и ИК-спектра исходного полимера ПДМПХ установили, что в спектрах всех модифицированных пленок отсутствует совокупность полос, соответствующих области волновых чисел $880...800\text{ см}^{-1}$, характерных для исходного полимера и, по-видимому, отвечающих за наличие связи азот—хлор (N—Cl) [11]. Вместе с тем в области волновых чисел $2800...3600\text{ см}^{-1}$ присутствуют размытые полосы поглощения, свидетельствующие о наличии в структуре исходного полимера и продуктов его модифицирования кристаллизационной воды (группа O—H) [11]. При сравнении ИК-спектров продуктов взаимодействия ПДМПЦ и ИК-спектров модификаторов было установлено появление в спектрах ПДМПЦ резких интенсивных полос поглощения в области $2000...2150\text{ см}^{-1}$, которые могут указывать на присутствие валентных колебаний функциональной группы $\text{C}\equiv\text{N}$ в молекуле продукта, характерной для ИК-спектров индивидуальных цианидов. Кроме того, в ИК-спектрах продуктов взаимодействия полимера и модификаторов появляются низкочастотные валентные колебания связи $\text{Me}-\text{CN}$, характерные для ИК-спектров модификаторов, при этом их положение в частотном интервале и интенсивности остаются неизменными по отношению к таковым в ИК-спектрах исходных модификаторов. На это указывает сопоставление относительных интенсивностей одних и тех же полос модификаторов и ПДМПЦ. Например, относительная интенсивность полосы, характерная $\text{Fe}^{2+}-\text{CN}$ в случае применения $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ составляет 0,60 (относительно наиболее интенсивного пика, характерного для валентных колебаний функциональной группы $\text{C}\equiv\text{N}$). Относительная интенсивность той же полосы в ПДМПЦ составляет 0,58. Аналогичным обра-

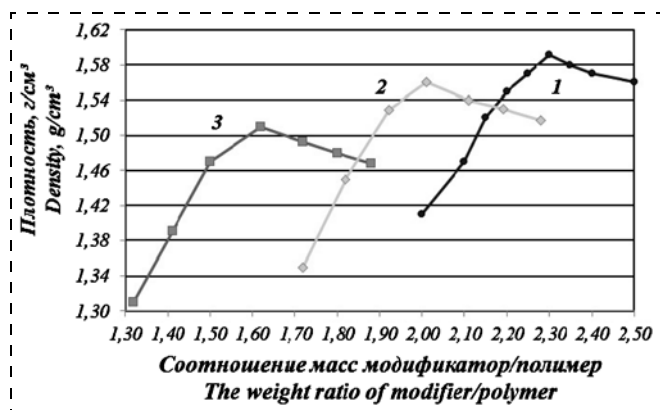
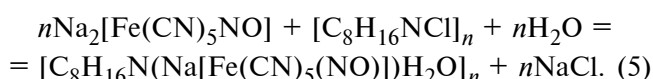
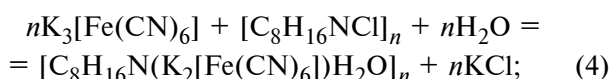
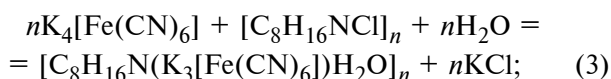


Рис. 2. Зависимость плотности пленок от соотношения масс модификатор/полимер: 1 — $K_4[Fe(CN)_6]/ПДМПХ$; 2 — $K_3[Fe(CN)_6]/ПДМПХ$; 3 — $Na_2[Fe(CN)_5NO]/ПДМПХ$

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

зом происходят изменения интенсивностей полос при использовании других модификаторов.

Таким образом, расположение характеристических линий в рассмотренных ИК-спектрах модифицированных пленок и исходных реагентов указывает на то, что при их образовании происходит взаимодействие ионов калия (натрия) модификатора и ионов хлора полимера, в результате чего одна молекула иона модификатора связывается с одним звеном структуры полимера по следующим схемам взаимодействия (3—5):



Это взаимодействие приводит к изменению исходной водорастворимой полимерной цепи с образованием нерастворимой в воде и высокоадгезионной модифицированной полимерной пленки на поверхности диэлектрических подложек.

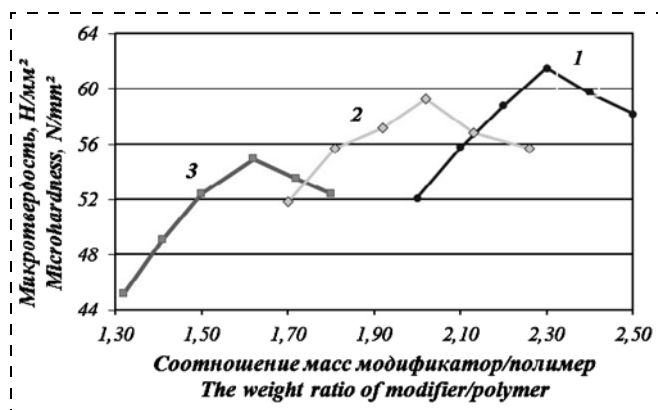


Рис. 3. Зависимость микротвердости пленок от соотношения масс модификатор/полимер: 1 — $K_4[Fe(CN)_6]/ПДМПХ$; 2 — $K_3[Fe(CN)_6]/ПДМПХ$; 3 — $Na_2[Fe(CN)_5NO]/ПДМПХ$

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

Для установления правильности сделанного предположения о характере протекающей реакции и установления состава образующейся фазы провели исследования зависимости свойства (плотность, микротвердость) от соотношения реагирующих компонентов. Предварительно в соответствии с [12] оценивали метрологические характеристики методик измерения плотности и микротвердости полученных пленок в условиях внутрилабораторной прецизионности. Плотность измеряли методом гидростатического взвешивания, относительная погрешность методики измерения которой не превышает 2 % (табл. 1). Микротвердость измеряли по методу Виккерса, относительная погрешность методики измерений которой не превышает 3 %.

Затем получили пленки по описанной выше методике из растворов с различным соотношением масс полимера и используемых модификаторов. Результаты исследований представлены на рис. 2, 3.

На полученных графиках "свойство — соотношение компонентов" наличие экстремума подтверждает образование новой фазы в результате протекающей химической реакции между модификатором и полимером, причем соотношение компонентов

Таблица 1
Table 1

Метрологические характеристики методики измерения плотности пленок
Metrological characteristics of the technique for measuring of the density of films

Число серий Number of series	Число результатов единичного анализа Number of the results of a single analysis	Среднее арифметическое ρ_{cp} , г/см ³ Arithmetic mean, ρ_{cp} , g/cm ³	Показатель повторяемости σ_r , г/см ³ Repetition index, σ_r , g/cm ³	Внутрилабораторная прецизионность σ_R , г/см ³ Inside laboratory precision, σ_R , g/cm ³	Показатель правильности $\Delta_{c,m}$, г/см ³ Correctness index $\Delta_{c,m}$, g/cm ³	Показатель точности $\pm\Delta_m$, г/см ³ Precision index $\pm\Delta_m$, g/cm ³
5	25	1,59	0,004	0,006	0,008	0,03

реакции соответствует теоретически рассчитанному из предположения, что их молярное соотношение в процессе реакции составляет 1:1. Теоретически рассчитанное отношение масс модификатор/полимер составляет для $K_4[Fe(CN)_6]$ /ПДМПХ — 2,28:1; для $K_3[Fe(CN)_6]$ /ПДМПХ — 2,03:1; для $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ /ПДМПХ — 1,62:1.

Плотность пленок, модифицированных $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ при оптимальном соотношении составляет 1,59, 1,56, 1,51 г/см³ соответственно, а их микротвердость — 62, 59, 55 Н/мм² соответственно.

Плотности пленок модифицированных $K_4[Fe(CN)_6]$ и $K_3[Fe(CN)_6]$ практически совпадают. В случае применения нитропруссидов образуется пленка с меньшим значением плотности. Этот факт является дополнительным свидетельством правильности того утверждения, что модифицированная пленка независимо от использованных модификаторов в своем составе содержит часть молекулы модификатора. Относительный объем, который занимает в молекуле модифицированного полимера часть модификатора, зависит от его молекулярной массы и, следовательно, влияет на массу и плотность полученной пленки.

Для оценки состояния структуры пленки использовали характеристику ее однородности, рассчитанную по результатам измерения микротвердости. Исследовали модифицированные пленки с различным соотношением масс взаимодействующих компонентов модификатор/полимер. Микротвердость измеряли на каждом образце в 12 его областях по 5 раз. Статистическую обработку результатов измерений проводили в соответствии с ГОСТ [13]. В результате экспериментов установили, что характеристика однородности модифицированных цианидами пленок в области оптимальных соотношений модификатор/полимер имеет минимальное значение и ее значение в относительных единицах составило 1,5 % для пленок, модифицированных гексацианоферратом(II) калия и гексацианоферратом(III) калия, 1,7 % для пленок, модифицированных нитропруссидом калия.

Измерения содержания влаги в воздушной среде с помощью полученных сенсорных гетероструктур проводили в ячейке, в которую помещали раствор серной кислоты различной концентрации: 15, 30, 45 и 60 % мас., содержание паров воды над растворами которых известно и является табличным значением (при 25 °С 21,15; 17,37; 10,68; 3,78 г/м³ соответственно) [14]. По результатам измерений построили градуировочную зависимость удельной электрической проводимости рецепторного слоя от содержания влаги в рабочем объеме (рис. 4).

Изменение электрической проводимости в зависимости от изменения влажности воздушной

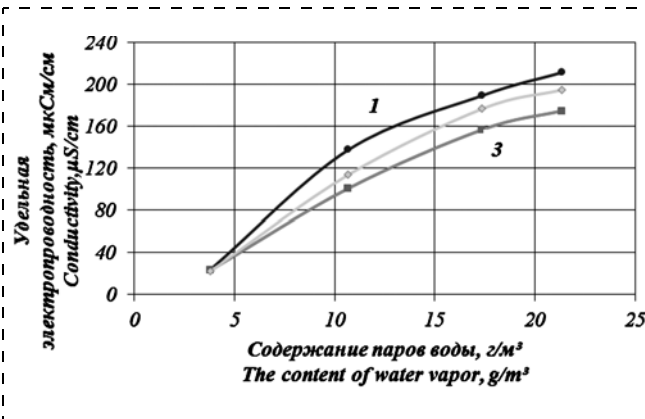


Рис. 4. Зависимость удельной электрической проводимости рецепторных слоев, полученных при молярном соотношении модификатор/полимер 1:1, от влажности воздушной среды: 1 — ПДМПХ, модифицированный $K_4[Fe(CN)_6]$; 2 — ПДМПХ, модифицированный $K_3[Fe(CN)_6]$; 3 — ПДМПХ, модифицированный $Na_2[Fe(CN)_5NO]$

Fig. 4. Dependence of the specific electric conductivity of the receptor layers received at a molar correlation of modifier:polymer of 1:1 on humidity of the air environment: 1 — PDMPC modified by $K_4[Fe(CN)_6]$; 2 — PDMPC modified by $K_3[Fe(CN)_6]$; 3 — PDMPC modified by $Na_2[Fe(CN)_5NO]$

среды для рецепторных слоев, полученных при оптимальном соотношении модификатор/полимер, описывается степенным уравнением. Это указывает на адсорбционные процессы, протекающие между активными центрами слоя пленки и парами воды в воздухе. В случае как меньших, так и больших соотношений модификатор/полимер зависимость описывается экспоненциальной функцией, что свидетельствует об определенной роли химической реакции в совокупном гетерогенном процессе. При линеаризации степенных зависимостей удельной электрической проводимости σ от содержания влаги C для пленок, модифицированных $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, $Na_2[Fe(CN)_5NO]$, была установлена практическая идентичность коэффициентов, определяющих чувствительность методик определения, что свидетельствует об одинаковом характере процессов, протекающих между активными центрами чувствительного слоя сенсорной гетероструктуры и парами воды, независимо от цианидного модификатора.

Для оценки метрологических параметров методики измерения влажности воздуха использовали сенсорные гетероструктуры в количестве 4 шт., рецепторный слой которых получали модифицированием гексацианоферратом(II) калия в молярном соотношении модификатор:полимер, равном 1:1. Измерения электрической проводимости проводили для каждого сенсорного элемента 5 раз. В рабочей ячейке влажность воздушной среды была постоянной и составляла 17,37 г/м³. Статистическую обработку результатов измерений проводили в со-

Метрологические характеристики методики определения содержания влаги в воздухе
Metrological characteristics of the technique for determination of the moisture content in the air

Число серий <i>Number of series</i>	Число результатов единичного анализа <i>Number of the results of a single analysis</i>	Среднее арифметическое, C_{cp} , г/м ³ <i>Arithmetic mean, C_{cp}, g/m³</i>	Показатель повторяемости σ_r , г/м ³ <i>Repetition index, σ_r, g/m³</i>	Внутрилабораторная прецизионность σ_R , г/м ³ <i>Inside laboratory precision, σ_R, g/m³</i>	Показатель правильности $\Delta_{c,m}$, г/м ³ <i>Correctness index, $\Delta_{c,m}$, g/m³</i>	Показатель точности $\pm\Delta_m$, г/м ³ <i>Precision index, $\pm\Delta_m$, g/m³</i>
5	20	17,2	0,17	0,29	0,15	0,7

ответствии с РМГ [12]. Результаты представлены в табл. 2.

Анализ данных табл. 2 показывает, что относительная погрешность определения содержания паров воды по разработанной методике не превышает 4 %. Хотя относительная погрешность измерения влажности воздуха незначительно отличается от установленной для аналогичных пленочных гетероструктур [9], стабильность датчиков, полученных по разработанному способу, превышает 6 мес.

Заключение

Разработан способ формирования сенсорной гетероструктуры с поверхностным слоем в виде водонерастворимой полимерной пленки путем осаждения продукта реакции ПДМПХ и цианосодержащих модификаторов на поверхности диэлектрической подложки вытягиванием ее из раствора реакционной смеси с постоянной скоростью.

Методами физико-химического анализа и методом ИК-спектроскопии установлено, что на поверхности стеклообразной подложки при взаимодействии ПДМПХ и цианоферратов в соотношении 1 моль цианоферрата на 1 моль мономера полимера образуется нерастворимый в воде продукт, мономер которого содержит в своем составе вместо иона хлора анион, образующийся за счет взаимодействия одного иона калия (натрия) и иона хлора от молекулы ПДМПХ.

При анализе плотности, микротвердости и однородности пленок установлено, что массовые соотношения модификатор/полимер, соответствующие экстремуму характеристики на диаграмме "состав—свойство", составляют 2,3:1; 2,0:1 и 1,6:1 для $K_4[Fe(CN)_6]/ПДМПХ$; $K_3[Fe(CN)_6]/ПДМПХ$; $Na_2[Fe(CN)_5NO]/ПДМПХ$ соответственно. Эти значения в пределах погрешности совпадают с теоретически рассчитанными соотношениями в предположении, что одна молекула модификатора вступает во взаимодействие с одним звеном полимерной цепи ПДМПХ.

Проведенными исследованиями по измерению электрической проводимости модифицированных пленок в зависимости от соотношения компонен-

тов показано, что при мольном соотношении модификатор/полимер 1:1 электрическая проводимость при увеличении содержания влаги растет по степенному закону, что соответствует адсорбционному механизму взаимодействия. Отклонение от указанного соотношения приводит к появлению компоненты химической реакции и экспоненциальному росту электрической проводимости, что связано, по-видимому, с появлением включений второй фазы в объеме поверхностного слоя.

Разработана методика определения содержания влаги в воздушной среде в диапазоне его значений 3...95 % мас. с использованием сенсорных элементов, полученных по разработанному способу. Рассчитанная по результатам проведенных экспериментов относительная погрешность определения содержания влаги не превышает 4 %, предел обнаружения составляет 1,50 г/м³, а показатель стабильности составляет более 6 мес., что существенно превышает возможности разработанных ранее аналогов.

Список литературы

1. Мохаммед Х. Д., Кутвицкий В. А., Гольдштрах М. А. и др. Использование гетерогенных структур на основе оксидных соединений висмута в качестве химических сенсоров // Микросистемная техника. 2001. № 12. С. 6—9.
2. Пат. 2184957 Рос. Федерация. Датчик газообразного сероводорода и способ его изготовления / В. А. Кутвицкий, Л. П. Маслов, Х. Д. Мохаммед и др.; Моск. гос. академия тонкой хим. технологии им. М. В. Ломоносова: № 2001113921/28; заявл. 25.05.2001; опубл. 07.10.2002. Бюл. № 19.
3. Пат. 2365908 Рос. Федерация. Датчик влажности и способ его изготовления / Ф. Н. Карачевцев, А. В. Клеймюк, В. А. Кутвицкий и др.; Моск. гос. академия тонкой хим. технологии им. М. В. Ломоносова: № 2008107141/28; заявл. 28.02.2008; опубл. 27.08.2009. Бюл. № 24.
4. Кутвицкий В. А., Сорокина О. В., Маслов Л. П. и др. Синтез гетероструктур на основе висмутсодержащих оксидных стекол и их использование в качестве сенсорных элементов для определения содержания сероводорода и водяных паров в воздушной среде // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 2. С. 14—17.
5. Кутвицкий В. А., Миронова Е. В., Исхакова Л. Д. и др. Синтез, свойства и использование стекол в системе $Bi_2O_3-B_2O_3-GeO_2-MoO_3$ // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 9. С. 24—34.

6. Пат. 2418295 Рос. Федерация. Датчик для совместного определения паров воды и сероводорода и способ его изготовления / В. А. Кутвицкий, Л. П. Маслов, О. Ю. Жукова и др.; Моск. гос. академия тонкой хим. технологии им. М. В. Ломоносова: № 2009145014/28; заявл. 04.12.2009; опубл. 10.05.2011. Бюл. № 13.

7. Пат. 2537726 Рос. Федерация. Способ формирования рецепторного слоя для определения сероводорода / В. А. Кутвицкий, М. А. Васильева, И. А. Романова и др.; Моск. гос. университет тонких хим. технологий им. М. В. Ломоносова: № 2013130316/03; заявл. 03.07.2013; опубл. 10.01.2015. Бюл. № 1.

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

9. Кутвицкий В. А., Маслов Л. П., Миронова Е. В. и др. Формирование сенсорного элемента для определения влажности воздуха на основе электропроводящего полимера // Нано- и микросистемная техника. 2016. Т. 18, № 12. С. 750–758.

10. ГОСТ 6672–75. Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия. М.: Изд-во стандартов, 1975. 9 с.

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

12. РМГ 61–2010. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М., 2012. 58 с.

13. ГОСТ 8.531–2002. ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: Изд-во стандартов, 2002. 11 с.

14. Гороновский И. Т., Назаренко Ю. П., Некряч Е. Ф. Краткий справочник по химии. Киев: Наукова думка, 1987. 985 с.

M. F. Bulatov¹, D. Sc., Director of PTI, e-mail: bulatov_agu@mail.ru, **V. A. Kutvitsky**¹, D. Sc., Professor, e-mail: cutvolga@yandex.ru, **E. V. Mironova**², Senior Lecturer, e-mail: mironova_ev@mitht.ru, **O. I. Ostanina**¹, Associate Professor, e-mail: ostanina@mitht.ru, **A. A. Plotnikova**¹, Student, e-mail: nastusha8877@gmail.com

¹ Moscow Technological University, Physico-Technological Institute, Moscow, 119454, Russian Federation

² Moscow Technological University, Institute of Fine Chemical Technology, Moscow, 119454, Russian Federation

Corresponding author:

Mironova Elena V., Senior Lecturer, ²Moscow Technological University, Institute of Fine Chemical Technology, Moscow, 119454, Russian Federation, e-mail: mironova_ev@mitht.ru

The Use of Hexacyanoferrates for Creation of Sensor Heterostructure Polymer Receptor Layers

Received on May 03, 2017

Accepted on July 04, 2017

A new method of formation of insoluble electrically conductive receptor layer has been proposed and optimized. The layer was formed by a modified cyanoferrate water-soluble polymer. The physicochemical properties of these films, determining the quality of the sensitive layer were investigated. Based on these receptor layers, the sensors were obtained. Humidity measurements of the air were carried out. The metrological characteristics of this technique are given.

Keywords: sensor, water soluble polymer, modifier, electrical conductivity, air humidity, receptor layer, density, microhardness, uniformity, stability, relative error

For citation:

Bulatov M. F., Kutvitsky V. A., Mironova E. V., Ostanina O. I., Plotnikova A. A. The Use of Hexacyanoferrates for Creation of Sensor Heterostructure Polymer Receptor Layers, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 10, pp. 587–597.

DOI: 10.17587/nmst.19.587-597

Introduction

Air humidity is one of the key environmental parameters, influencing a human body, its ability to live and work, functioning of the equipment, devices and sensors. For monitoring and control of the parameters of the air environment various methods for analysis, involving stationary sensors and portable self-contained

units, are used. It is expedient to develop and introduce small-sized self-contained units of a sensor type, which possess sensitivity and selectivity to the components of the air environment, forming an analytical signal depending on their content in the air in a real time mode.

A major element of a chemical sensor is a sensitive layer formed or deposited on a substrate, possessing an expressed selectivity in relation to an assignable com-

ponent. As an analytical signal for the receptor layer it is convenient to use the specific electric conductivity, which depends on the content of an assignable component in the working volume.

There are different ways to form a receptor layer. One of the research directions is the use of the bismuth-containing oxide crystal materials (monocrystals of germanium-selenite, germanoevlitin) [1], glasses of $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{—B}_2\text{O}_3$ [2], $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{—B}_2\text{O}_3\text{—MoO}_3$ [3], $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{—B}_2\text{O}_3\text{—GeO}_2\text{—MoO}_3$ [4–7], on the surface of which after chemical processing, first, a matrix layer of a deposit is formed, which then is modified by the corresponding reagents, and a receptor layer is obtained with the active centers, sensitive to the water vapors and toxic compounds in the air environment. A drawback of the existing sensors is a low stability of the receptor layer, which is due to the structural stresses and presence of the borate phases in the layer volume.

Another direction is the use of the modified polymeric films, sensitive to the components of the air environment. Thus, as the initial polymeric material, they use electroconductive water-soluble polymer poly-N,N-dimethyl-3,4-dimetylenpyrrolidine chloride (PDMPC), deposited on a dielectric substrate from an oxide glass. The polymer surface is processed by an ultrasonic deposition of cyanoferrates, as a result of which a water insoluble electroconductive film is formed of poly-N,N-dimethyl-3,4-dimetylenpyrrolidine cyanide (PDMP-hexacyanoferrate (II)), sensitive to the water vapors in the air environment [8, 9]. The received receptor layer, just like the above considered method, is characterized by insufficient stability, uniformity, and complexity of reception of the thin layers.

For improvement of the quality indicators of the polymeric receptor layer a method was proposed for its formation allowing us to get in one stage a modified water insoluble electroconductive film on the basis of PDMPC on a surface with thickness from 8 up to 15 μm , which has better quality indexes; density, microhardness, uniformity, stability, and ensures higher values of an analytical signal during determination of the content of the water vapors in the air environment.

Experiment technique

For interaction of the components of a reactionary mix during formation of a receptor layer, water solutions of PDMPC were prepared with its content from 0.17 up to 0.44 % of the mass and water solutions of the modifiers of cyanoferrates: hexacyanoferrate (II) of potassium, hexacyanoferrate (III) of potassium, nitroprusside of potassium.

As a substrate for manufacturing of a heterostructure a cleaned and degreased oxide silicate glass was used

with the size of $24 \times 24 \times 0.17 \text{ mm}$ [10], on which electrodes from a copper conductor were fixed by a conductive adhesive. The distance between the electrodes was 1 cm. The substrate with contacts was dried during a day and night at a room temperature, according to the instruction for application of the adhesive. The mass of the substrate was measured.

For deposition of the receptor layer on the surface of the substrate with its contacts it was fixed in a horizontal position in relation to the table surface on an installation, which allowed to lift it with a constant speed, and lowered the substrate in such a position into a glass with a solution of two reacting components: a polymer and a modifier. For a homogeneous distribution of the particles of the reaction product the solution was mixed in a working cell with the use of a magnetic mixer.

The substrate was drawn out from the solution with the speed not exceeding $(2...3) \cdot 10^{-6} \text{ m/s}$ and ensuring a more uniform distribution of the product of interaction on the glass surface. Then it was dried during 24 h in natural conditions. The substrate's mass with the deposited modified polymer and the thickness of the deposited layer were measured.

The initial reagents and the modified films were investigated by the method of IR spectroscopy.

For obtaining of films with thickness of 8...15 μm the dependence of the film thickness on the polymer content in the solution at the set speed of drawing of a substrate from the solution (the speed of drawing equaled to $(2...3) \cdot 10^{-6} \text{ m/s}$) was investigated.

The influence of the correlation of the reacting components of the reactionary mix of the polymer and the modifier on the physical characteristics of the received films (density, microhardness, uniformity) was investigated.

Density (ρ) was calculated with the use of the results received by the method of hydrostatic weighing, according to the formula (1)

$$\rho = m_l \rho_{liq} / (\Delta m_s - \Delta m_g), \quad (1)$$

where m_l — mass of the sensor layer; ρ_{liq} — density of the liquid, in which weighing was done; Δm_s — difference in mass during measurements of the sensor heterostructure in the air and water; Δm_g — difference in mass during measurements of a glass substrate (before deposition of the receptor layer) in the air and water.

Testing of the strength characteristics of the modified films was done by measurement of their microhardness (H) by Vickers' method. An imprint was deposited on the surface of the films by means of a small diamond pyramid with an angle of 136° between its facets, which was subjected to the influence of a static load of 100 g during 10 s. Measurements were done on

PMT-3 microhardness meter. Calculation was carried out according to the following formula

$$H = \frac{0.189 \cdot P \cdot 10^6}{d^2}, [\text{H/mm}^2], \quad (2)$$

where P — normal load applied to a diamond tip, H; d — arithmetic mean of the lengths of both diagonals of the imprint, in micrometers. By the results of measurement of microhardness the characteristic of uniformity of the modified films was estimated.

Then, an estimation of a possible use of the sensor elements with a view to determine the content of water vapors in the air environment was done. For this purpose E7-8 immittance meter (Calibre Co., Byelarus) was used with an electronic indication of the results. Contacts of the substrate with a deposited modified film were fixed in the clips of the immittance meter, then, the sensor element was placed in the working zone, in which certain humidity of the air environment was created by the use of solutions of the sulfuric acid of various concentrations. The electric conductivity was measured depending on the humidity in the working volume. By the results of the measurements the metrological characteristics of the technique of measurement of humidity of the air environment were estimated with the use of the manufactured sensor heterostructures.

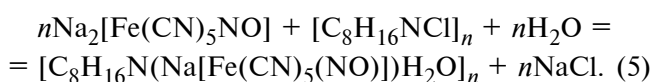
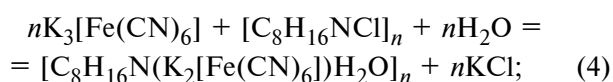
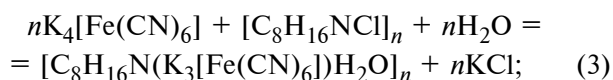
Results of experiments and their discussion

For reception of films with thickness from 8 up to 15 μm the dependence of a film's thickness on the polymer content in a solution was investigated. For this purpose the concentration of the polymer in a water solution was changed from 0.17 up to 0.44 % of the mass, at that, preserving the molar correlation of the components of polymer:modifier 1:1 [8] and the identical speed of drawing the substrate from the volume of the reactionary mix. The thickness of the films was determined by two methods: an indirect method, using the measured values of the mass of the substrate and of the layer, the known values of their density and area of the film surface, and a direct method of measurement by means of 03501 micrometer with an error of measurements of $\pm 0.5 \mu\text{m}$. The received values of the thickness for each film coincided within the measurement error. The experimental data of the dependence of the thickness of a film on the content of PDMPC in a solution demonstrated a linear dependence (fig. 1). The developed method of deposition of the receptor layer allows us to receive in one stage a thin layer of a water insoluble film with a good adhesion to the surface of the selected substrate, at that, using non-comparably smaller volumes of the initial solutions of the reagents of small concentrations.

For research of the nature of the received modified films the IR spectroscopy method on IR Fourier spectrometer by the method of a diffuse reflection (model EQUINOX 55 (BRUKER)) was used.

As a result of comparison of IR spectra of the product of interaction of PDMP-h and the IR spectrum of the initial polymer of PDMPC it was established, that in the spectra of the modified films there was no a set of the strips corresponding to the area of the wave numbers of 880...of 800 cm^{-1} , characteristic for the initial polymer and, apparently, responsible for the presence of nitrogen-chlorine (N—Cl) bond [11]. At the same time in the area of the wave numbers of 2800...3600 cm^{-1} there were dim strips of absorption testifying to the presence of the initial polymer and products of its modifying crystallized water (group O—H) [11]. As a result of comparison of IR spectra of the products of interaction of PDMP-h and IR spectra of the modifiers an occurrence was detected in the spectra of PDMP-h of sharp intensive strips of absorption in the area of 2000...2150 cm^{-1} which could point to the presence of the valent fluctuations of the functional group $\text{C}\equiv\text{N}$ in the molecule of the product, characteristic for IR spectra of individual cyanides. Besides, in IR spectra of the products of interaction of the polymer and the modifiers there appeared low-frequency valent fluctuations of Me—CN bond, characteristic for IR spectra of the modifiers, at that, their position in the frequency interval and intensity remained invariable in relation to those in IR spectra of the initial modifiers. A comparison of the relative intensities of the same strips of the modifiers and PDMP-h points to that. For example, a relative intensity of a strip, characteristic for Fe^{2+} —CN in case of application of $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ equals to 0.60 (in relation to the most intensive peak, typical for the valent fluctuations of the functional group of $\text{C}\equiv\text{N}$). Relative intensity of the same strip in PDMP-h is 0.58. Similar variations occur in the intensities of the strips in case the other modifiers are used.

Thus, the arrangement of the characteristic lines in the considered IR spectra of the modified films and the initial reagents points to the fact that during their formation there is an interaction of the ions of potassium (sodium) of the modifier and the ions of chlorine of the polymer, as a result of which one molecule of an ion of the modifier bonds with one link of the polymer structure under the following schemes of interaction (3—5):



This interaction leads to a change of the initial water-soluble polymeric chain with formation of an insoluble in water and highly adhesive modified polymeric film on the surface of the dielectric substrates.

In order to establish correctness of the assumption concerning the character of the proceeding reaction and to determine the structure of the formed phase, a research of the dependence of property (density, microhardness) on the correlation of the reacting components was carried out. According to [12], the metrological characteristics of the techniques for measurement of the density and microhardness of the received films in the conditions of inside-laboratory precision were preliminary estimated. The density was measured by the method of hydrostatic weighing, a relative error of measurement of which did not exceed 2 % (table 1). The microhardness was measured by Vickers method, a relative error of measurement of which did not exceed 3 %.

Then films were received by the above described technique from the solutions with various correlations of the mass of the polymer and of the used modifiers. The results of the research are presented in fig. 2, 3.

On the received diagrams of "property — correlation of components" the presence of the extremum confirms formation of a new phase as a result of a chemical reaction between the modifier and the polymer, at that, the correlation of the components of the reaction corresponds to the theoretically calculated one on the basis of the assumption, that their correlation in the course of reaction would be 1:1. The theoretically calculated correlation for the masses of modifier:polymer for: $K_4[Fe(CN)_6]/PDMPC$ — 2.28:1, for $K_3[Fe(CN)_6]/PDMPC$ — 2.03:1, for $Na_2[Fe(CN)_5NO]/PDMPC$ — 1.62:1.

The density of the films modified by $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ at the optimal correlation equals to 1.59, 1.56, 1.51 g/cm³, and their microhardness — 62, 59, 55 H/mm².

The densities of the films modified by $K_4[Fe(CN)_6]$ and $K_3[Fe(CN)_6]$ practically coincide. In case of application of nitroprusside a film with a smaller value of density is formed. This fact is an additional proof of correctness of the statement, that irrespectively of the used modifiers a modified film in its composition contains a part of a molecule of the modifier. The relative volume, which is occupied by a part of the modifier in a molecule of the modified polymer, depends on its molecular mass and, hence, influences the mass and the density of a film.

For estimation of the structure of a film the characteristic of its uniformity calculated by the results of measurement of the microhardness was used. The modified films with various correlation of the masses of the interacting components of modifier:polymer were investigated. The microhardness was measured

on each sample in 12 of its areas, 5 times. The statistical processing of the results was done according to GOST [13]. As a result it was established, that the characteristic of uniformity of the films modified by cyanides in the field of optimal correlations of modifier:polymer was minimal and its value in relative units was 1.5 % for the films modified by hexacyanoferrate (II) of potassium and hexacyanoferrate (III) of potassium, and 1.7 % — for the films modified by nitroprusside of potassium.

The moisture content measurements were done in the air environment by means of the received sensor heterostructures in a cell, in which solutions of sulfuric acid of various concentrations were placed: 15, 30, 45 and 60 % of mass, the content of the water vapors over solutions was known and had a tabular value (at 25 degrees 21.15; 17.37; 10.68; 3.78 g/m³) [14]. By the results of the measurements a calibration dependence was constructed of the specific electric conductivity of the receptor layer on the moisture content in the working volume (fig. 4).

Variation of the electric conductivity depending on the change of humidity of the air environment for the receptor layers at the optimal correlation of modifier:polymer, is described by an exponential equation. This testifies to the adsorptive processes going on between the active centers of the layer of a film and vapors of water in the air. In case of smaller and bigger correlations of modifier:polymer the dependence is described by an exponential function which testifies to a certain role of a chemical reaction in the heterogeneous process. In case of linearization of the power dependences of the specific electric conductivity (σ) on moisture content C for the films modified by $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, $Na_2[Fe(CN)_5NO]$, a practical identity was established of the coefficients determining the sensitivity of the definition techniques which testifies to the identical character of the processes proceeding between the active centers of the sensitive layer of the sensor heterostructure and the vapors of water, irrespectively of the cyanide modifier.

For estimation of the metrological parameters of the technique for measurement of the air humidity the sensor heterostructures were used, 4 pieces, the receptor layer of which was received by modifying by hexacyanoferrate(II) of potassium in a molar correlation of modifier:polymer, equal to 1:1. The measurements of the electric conductivity were done for each sensor element 5 times. In the working cell the humidity of the air environment was constant and equal to 17.37 g/m³. The statistical processing of the results was done according to [12]. The results are presented in table 2.

An analysis of the data presented in table 2 shows that a relative error in determination of the content of the water vapors by the developed technique does not exceed 4 %. Although a relative error in measurement

of the air humidity insignificantly differs from the data established for similar film heterostructures [9], the stability of the sensors received by the developed method exceeds 6 months.

Conclusion

A method was developed for formation of a sensor heterostructure with a surface layer in the form of a water-insoluble polymeric film by deposition of a reaction product of PDMPC and cyanide-containing modifiers on the surface of a dielectric substrate by drawing it from a solution of a reactionary mix with a constant speed.

Due to a physical and chemical analysis and IR spectroscopy it was established, that on the surface of a vitriform substrate during interaction of PDMPC and cyanoferrates in correlation of 1 mole of cyanoferrate per 1 mole of a monomer of polymer, a product is formed insoluble in the water, the monomer of which contains an anion instead of an ion of chlorine, due to interaction of one ion of potassium (sodium) and an ion of chlorine from a molecule of PDMPC.

An analysis of the density, microhardness and uniformity of the films established that the mass correlations of modifier:polymer, the characteristics corresponding to the extremum on the "composition-property" diagram, were equal to 2.3:1; 2.0:1 and 1.6:1 for $K_4[Fe(CN)_6]/PDMPC$; $K_3[Fe(CN)_6]/PDMPC$; $Na_2[Fe(CN)_5NO]/PDMPC$. These values within an error coincided with the theoretically calculated correlations of the assumption, that one molecule of the modifier enters into interaction with one link of the polymeric chain of PDMPC.

Research concerning the measurement of the electric conductivity of the modified films depending on a correlation of the components demonstrated, that at a molar correlation of modifier/polymer 1:1, when the moisture content increases, the electric conductivity also increases in accordance with the power law, which corresponds to the adsorptive mechanism of interaction. A deviation from the correlation leads to occurrence of a component of chemical reaction and an exponential growth of the electric conductivity, which, apparently, is connected with the appearance of inclusions of the second phase in the volume of the surface layer.

A technique was developed for determination of the moisture content in the air environment in the range of contents of 3...95 % of mass with the use of the sensor elements received by the developed method. A relative error in determination of the moisture content calculated by the results of the experiments does not exceed 4 %, the detection limit is 1.50 g/m^3 , and the stability index is more than 6 months, which essentially exceeds the possibilities of the analogues developed before.

References

1. **Mohammed H. D., Kutvickij V. A., Gol'dshtrah M. A.** et al. Ispol'zovanie geterogennykh struktur na osnove oksidnykh soedinenij vismuta v kachestve himicheskikh sensorov, *Mikrosistemnaya tekhnika*, 2001, no. 12, pp. 6—9 (in Russian).
2. **Pat. 2184957 R. F.** *Datchik gazoobraznogo serovodoroda i sposob ego izgotovleniya* / V. A. Kutvickij, L. P. Maslov, H. D. Mohammed i dr.; Mosk. gos. akademiya tonkoj him. tekhnologii im. M. V. Lomonosova: № 2001113921/28; zayavl. 25.05.2001; opubl. 07.10.2002. Byul. № 19 (in Russian).
3. **Pat. 2365908 R. F.** *Datchik vlazhnosti i sposob ego izgotovleniya* / F. N. Karachevcev, A. V. Klejmyuk, V. A. Kutvickij i dr.; Mosk. gos. akademiya tonkoj him. tekhnologii im. M. V. Lomonosova: № 2008107141/28; zayavl. 28.02.2008; opubl. 27.08.2009. Byul. № 24 (in Russian).
4. **Kutvickij V. A., Sorokina O. V., Maslov L. P.** et al. Sintez geterostruktur na osnove vismutsoderzhashchih oksidnykh stekol i ih ispol'zovanie v kachestve sensornykh ehlementov dlya opredeleniya soderzhaniya serovodoroda i vodyanykh parov v vozduшной среде, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2014, no. 2, pp. 14—17 (in Russian).
5. **Kutvickij V. A., Mironova E. V., Iskhakova L. D.** et al. Sintez, svoystva i ispol'zovanie stekol v sisteme $Bi_2O_3-B_2O_3-GeO_2-MoO_3$, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2015, no. 9, pp. 24—34 (in Russian).
6. **Pat. 2418295 R. F.** *Datchik dlya sovmestnogo opredeleniya parov vody i serovodoroda i sposob ego izgotovleniya* / V. A. Kutvickij, L. P. Maslov, O. Yu. Zhukova i dr.; Mosk. gos. akademiya tonkoj him. tekhnologii im. M. V. Lomonosova: № 2009145014/28; zayavl. 04.12.2009; opubl. 10.05.2011. Byul. № 13 (in Russian).
7. **Pat. 2537726 R. F.** *Sposob formirovaniya receptornogo sloya dlya opredeleniya serovodoroda* / V. A. Kutvickij, M. A. Vasil'eva, I. A. Romanova i dr.; Mosk. gos. universitet tonkih him. tekhnologii im. M. V. Lomonosova: № 2013130316/03; zayavl. 03.07.2013; opubl. 10.01.2015. Byul. № 1 (in Russian).
8. **Pat. 2541715 R. F.** *Sposob formirovaniya plenok, soderzhashchih poli-N,N-dimetil-3,4-dimetilpirrolidinij cianid, na poverhnosti oksidnykh stekol* / V. A. Kutvickij, L. P. Maslov, E. Ya. Borisova, Eh. A. Nesgovorova; MITHT im. M. V. Lomonosova: № 2013145571/28; zayavl. 11.10.2013; opubl. 20.02.2015. Byul. № 5. 5 p. (in Russian).
9. **Kutvickij V. A., Maslov L. P., Mironova E. V.** i dr. Formirovanie sensornogo ehlementa dlya opredeleniya vlazhnosti vozduha na osnove ehlektroprovodyashchego polimera, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2016, Vol. 18, no. 12, pp. 750—758 (in Russian).
10. **GOST 6672—75.** *Stekla pokrovnye dlya mikropreparatov.* Tekhnicheskie usloviya. Moscow, Izd. standartov, 1975. 9 p. (in Russian).
11. **Nakamoto K.** IK-spektry i spektry KR neorganicheskikh i koordinatsionnykh soedinenij: Per. s angl. Moscow: Mir, 1991. 536 p. (in Russian).
12. **RMG 61—2010.** Pokazateli tochnosti, pravil'nosti, precizionnosti metodik kolichestvennogo himicheskogo analiza. Metody ocenki. Moscow, 2012. 58 p. (in Russian).
13. **GOST 8.531—2002.** *GSI. Standartnye obrazcy sostava monolinykh i dispersnykh materialov. Sposoby ocenivaniya odnorodnosti*, Moscow, IPK Izd. Standartov, 2002. 11 p. (in Russian).
14. **Goronovskij I. T., Nazarenko Yu. P., Nekryach E. F.** *Kratkij spravochnik po himii*, Kiev, Naukova dumka, 1987. 985 p. (in Russian).

С. А. Конаков, инженер, konakov.st@gmail.com,
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
"Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого", Санкт-Петербург,
С. В. Дзюбаненко, канд. техн. наук, начальник отдела, dzyubanenko@hotmail.com
ОАО "Авангард", Санкт-Петербург

ВЛИЯНИЕ ЯВЛЕНИЯ ПРОСКАЛЬЗЫВАНИЯ СКОРОСТИ НА РЕЖИМЫ РАБОТЫ И ДРУГИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГАЗОВОГО ХИМИЧЕСКОГО МИКРОРЕАКТОРА

Поступила в редакцию 11.05.2017

Описывается новая теоретическая модель для расчета газового химического микрореактора, учитывающая явления проскальзывания скорости на границах. Показано, что в таком микрореакторе уменьшается дисперсия времени нахождения, что может быть использовано для проведения химических процессов с улучшенной однородностью выходного продукта и точным контролем параметров процесса.

Ключевые слова: микрореактор, микроканал, проскальзывание, реактор идеального вытеснения

Введение

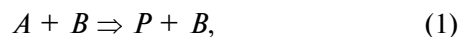
Химические микрореакторы в последнее время находят все большее применение для синтеза новых веществ и других целей [1–4]. В качестве основы для таких систем служат микрофлюидные структуры, созданные по технологии микросистемной техники. Основным функциональным свойством микрореакторов является проведение заданного химического процесса при контролируемых условиях (температура, давление, концентрация веществ и др.). Распространены и широко изучаются микрореакторы как с жидкой, так и с газовой фазой, однако подходы, методы исследования и расчеты химических микрореакторов во многом заимствованы из традиционной химической технологии. Это приводит к тому, что многие важные физико-химические явления, играющие существенную роль в микроструктурах, часто должным образом не учитываются при разработке микрореакторов. Соответственно существует задача разработки новых методов и подходов, которые бы лучше отражали физико-химические явления, протекающие в микрореакторах.

В настоящей работе мы рассматриваем явление проскальзывания скорости для газового потока на границах микрореактора и исследуем, как это явление влияет на характеристики всей системы в целом.

Математическая модель химического микрореактора

В качестве основного метода исследования мы применяем метод математического моделирования. Для проведения сравнения поведения микросистем с традиционными химическими реактора-

ми рассмотрим модельный микрореактор, который представляет собой цилиндр радиусом R и длиной L , по которому течет газовая смесь химически взаимодействующих компонентов. Для простоты будем предполагать, что в системе происходит гомогенная реакция



где A — реагирующее вещество; B — газ-носитель, не вступающий в химические процессы; P — продукты, получающиеся после химических реакций из вещества A .

Такие модельные системы с описанной геометрией являются стандартными для разработки методов расчета химических реакторов. При этом аналитически рассматриваются обычно два случая: химический реактор идеального вытеснения с плоским и параболическим профилями скорости. Процессы диффузии вещества в данных моделях не учитываются, а плотность вещества считается постоянной. Для рассмотрения реактора с параболическим профилем скорости внутренний объем мысленно разбивают на ряд труб с поперечным сечением в виде круглого кольца, расположенных на одной оси. Если число этих элементов достаточно велико, можно считать, что скорость в каждом отдельно взятом элементе постоянна и имеет плоский профиль. Далее рассматривается идеальный реактор с плоским профилем течения, а конечное решение получают суммированием всех элементов. На рис. 1 приведена схема такого реактора, а на рис. 2 показан профиль скорости в поперечном сечении. Модельные решения, определяющие дифференциальные и интегральные функции распределения времени нахождения (функции $E(t)$ и $F(t)$)

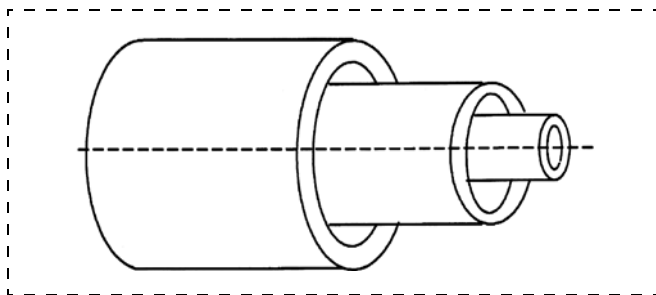


Рис. 1. Химический реактор, представленный в виде набора элементарных труб

Fig. 1. A chemical reactor in the form of a set of elementary pipes

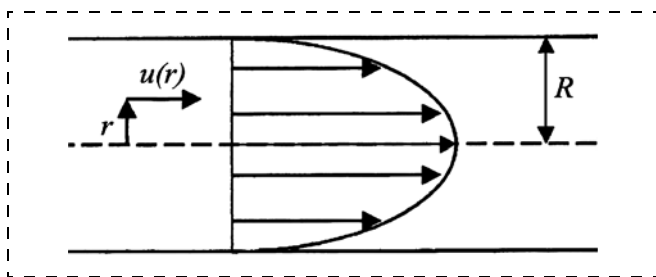


Рис. 2. Параболический профиль скорости в сечении цилиндрического реактора

Fig. 2. Parabolic profile of the velocity in section of a cylindrical reactor

соответственно), для рассмотренных случаев изложены в работе [5].

В химических микрореакторах тоже можно применять подобные модели, что часто и происходит. Однако для корректного использования таких моделей для газовых систем необходимо доказывать равенство нулю скорости на стенках реактора, поскольку именно это условие заложено в традиционную модель. Известно, однако, что во многих случаях [6, 7] это не верно для газовых и жидкостных потоков в микросистемах, что подвергает сомнению корректность использования таких моделей для расчета микрореактора.

В настоящей работе мы разработали обобщенную модель химического реактора, в которой учтено влияние явления проскальзывания скорости на границах реактора. Это позволяет применять предложенную модель для более точного расчета химических микросистем.

Расчет параметров химического микрореактора с учетом явления проскальзывания скорости на границах

Явление проскальзывания можно иллюстрировать схемой, показанной на рис. 3.

Суть явления проскальзывания заключается в ненулевой скорости потока на границе микроканала. Для математического описания этого явления вводят так называемую длину проскальзыва-

ния L_s . Наличие длины проскальзывания аналогично увеличению радиуса канала, поэтому можно модифицировать выражение для скорости потока в зависимости от радиуса канала:

$$U(r) = U_0 \left[1 - \left(\frac{r}{R + L_s} \right)^2 \right], \quad (2)$$

где U_0 — максимальная скорость течения жидкости по центру канала; R — радиус канала; L_s — длина проскальзывания. Для удобства расчетов введем новый параметр

$$\chi = \frac{R}{R + L_s}, \quad 0 < \chi \leq 1. \quad (3)$$

Важно отметить, что в этом случае идеальному параболическому профилю скорости без проскальзывания соответствует $\chi = 1$, а гипотетическому идеальному плоскому профилю скорости — $\chi \Rightarrow 0$. Выражение для $U(r)$ запишется в виде

$$U(r) = U_0 \left[1 - \left(\frac{r\chi}{R} \right)^2 \right]. \quad (4)$$

Расчет средней скорости потока при существовании явления проскальзывания можно провести путем деления потока газа Q на площадь сечения канала:

$$\bar{U} = \frac{Q}{\pi R^2} = \frac{2\pi \int_0^R U_0 \left[1 - \left(\frac{r\chi}{R} \right)^2 \right] r dr}{\pi R^2} = \frac{U_0}{2} (2 - \chi^2). \quad (5)$$

Физическая величина, которая называется временем нахождения (residence time) и обозначается как t_r , определяет, как долго элементарная жидкая частица находится в объеме реактора. Поскольку в химическом реакторе скорость неоднородна, время нахождения имеет некоторое распределение и целесообразно говорить о средних, максимальных и минимальных значениях этой переменной. Если общая длина микрореактора составляет L , то сред-

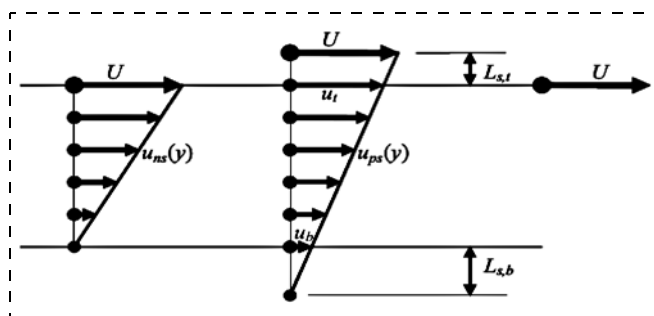


Рис. 3. Схематичное изображение явления проскальзывания скорости на границе потока

Fig. 3. Layout view of the slip velocity on the flow boundary

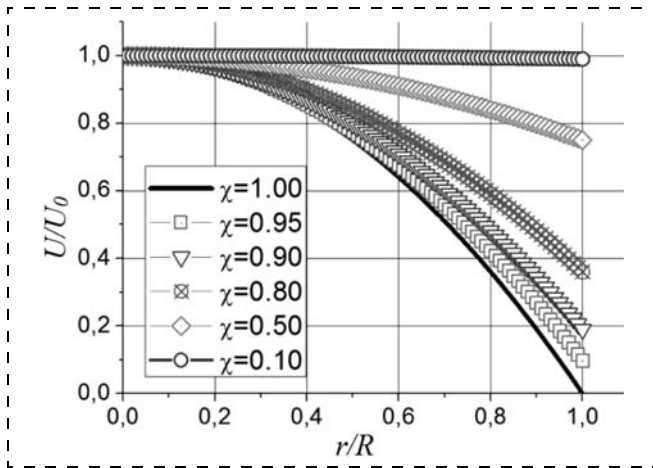


Рис. 4. Зависимость профиля нормализованной скорости потока от параметра χ

Fig. 4. Dependence of the profile of the normalized speed of a flow on parameter χ

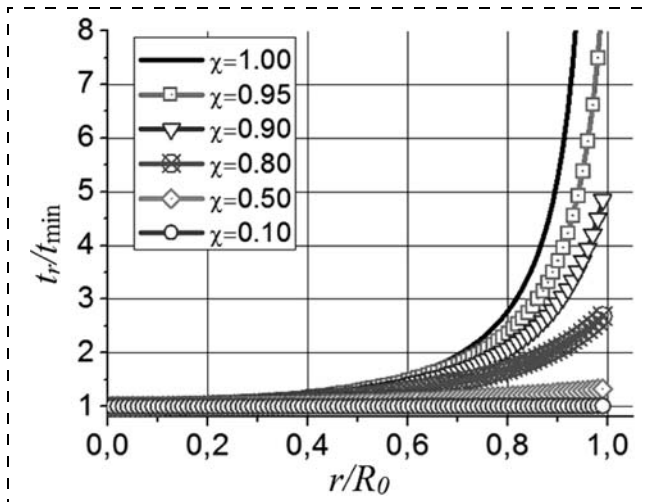


Рис. 5. Зависимость распределения времени нахождения от параметра χ

Fig. 5. Dependence of distribution of the residence time on parameter χ

нее время нахождения $\bar{t}_r$ на выходе из реактора будет определяться по формуле

$$\bar{t}_r = \frac{L}{\bar{U}} = \frac{2L}{U_0(2-\chi^2)}. \quad (6)$$

Распределение времени нахождения по переменной r будет описываться выражением

$$t_r(r) = \frac{\bar{t}_r(2-\chi^2)}{2\left[1-\left(\frac{r\chi}{R}\right)^2\right]}. \quad (7)$$

Обсудим, как явление проскальзывания влияет на такой важный параметр, как время нахождения. Анализируя выражения (5)–(7), можно заметить, что при $\chi = 1$ они превращаются в формулы, верные для модели с нулевой скоростью на стенках

реактора [5]. Уменьшение значения χ приводит к возрастанию средней скорости потока, соответствующему уменьшению среднего времени нахождения. Кроме того, поскольку на границе скорость потока не равна нулю, появляется возможность ввести значение максимального времени нахождения, которая будет определяться по формуле

$$t_{r\max}(r = R) = \frac{\bar{t}_r(2-\chi^2)}{2[1-\chi^2]}. \quad (8)$$

На рис. 4 и 5 показаны графики зависимости скорости и времени нахождения при различных значениях параметра χ . На рис. 6 и 7 показано, как изменяется соотношение между средним, минимальным и максимальным временем нахождения в зависимости от χ . Из представленных графиков следует, что с уменьшением χ отношение всех времен стремится к 1, что отвечает реактору с плоским профилем скорости.

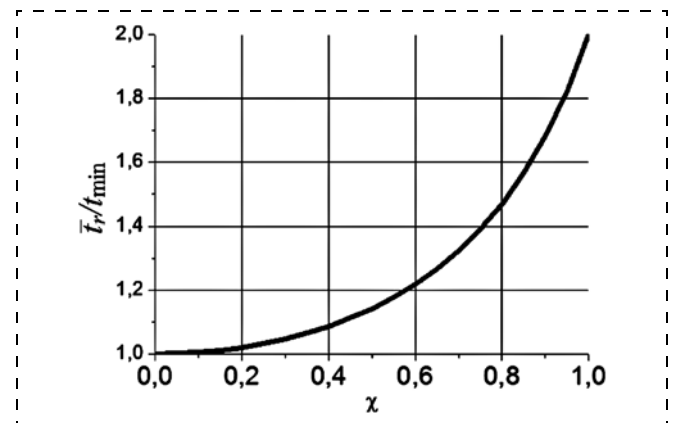


Рис. 6. Отношение среднего и минимального времени нахождения в зависимости от параметра χ

Fig. 6. Correlation of the average and the minimal residence time depending on parameter χ

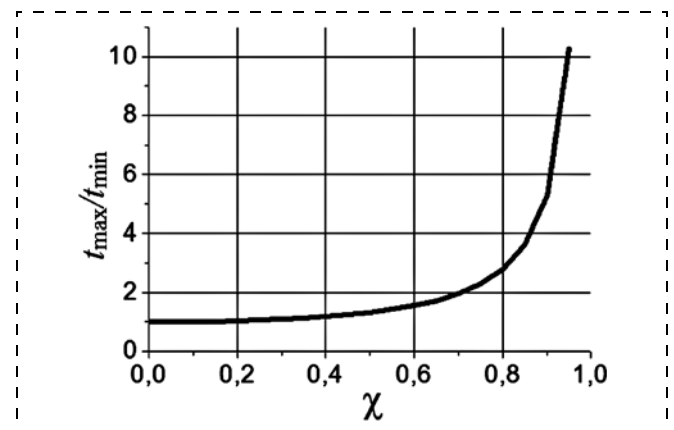


Рис. 7. Отношение максимального и минимального времени нахождения в зависимости от параметра χ

Fig. 7. Correlation of the maximal and the minimal residence time depending on parameter χ

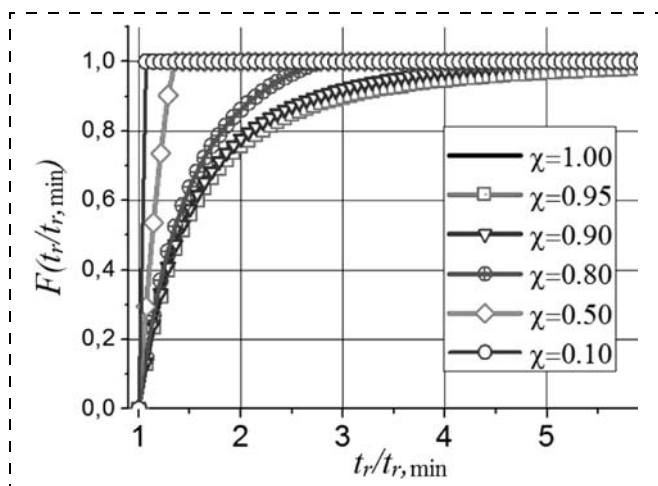


Рис. 8. Функция $F(t_r)$ при различных значениях параметра χ
Fig. 8. Function $F(t_r)$ at various values of parameter χ

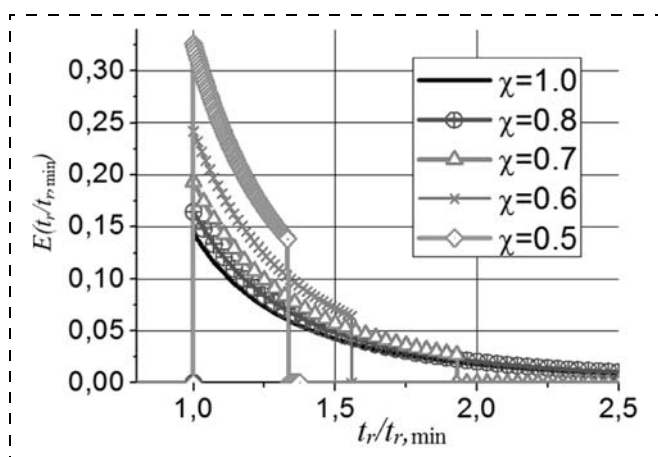


Рис. 9. Функция $E(t_r)$ при различных значениях параметра χ
Fig. 9. Function $E(t_r)$ at various values of parameter χ

Продолжая рассмотрение свойств микрореактора, найдем выражения для интегральной функции распределения времени нахождения $F(t)$. На участке между $t_{r,min}$ и $t_{r,max}$ ее значение можно определить исходя из следующего выражения:

$$F(t_r) = \frac{\int_0^r \left(1 - \left(\frac{r\chi}{R}\right)^2\right) r dr}{\int_0^R \left(1 - \left(\frac{r\chi}{R}\right)^2\right) r dr}. \quad (9)$$

Знаменатель этого выражения представляет собой весь поток через выходное сечение реактора. Числитель представляет собой поток через цилиндр с радиусом $r < R$, где для каждой жидкой частицы выполняется условие, что ее время нахождения в реакторе меньше времени t_r . Их отношение — это переформулированное определение для функции $F(t_r)$ для рассматриваемого цилиндрического реактора. Интегрируя по соответствующим

пределам и подставляя полученное из (7) значение $r(t_r)$, окончательно получим

$$F(t_r) = \begin{cases} 0 & \text{при } t_r \leq t_{r,min}; \\ 1 - \frac{\left(\frac{t_r - t_{r,min}}{2t}\right)^2}{\chi^2 [2 - \chi^2]} & \text{при } t_{r,min} < t_r < t_{r,max}; \\ 1 & \text{при } t_r > t_{r,max}. \end{cases} \quad (10)$$

Дифференцируя функцию $F(t_r)$, получим дифференциальную функцию времени нахождения $E(t_r)$. Характер этих функций в зависимости от значения параметра χ показан на графиках рис. 8 и 9 соответственно.

Как несложно заметить, при $\chi = 1$ графики получаются такими же, как и для модели реактора без учета проскальзывания, когда $F(t_r)$ и $E(t_r)$ асимптотически стремятся к 1 и 0 соответственно [5]. Уменьшение значения параметра χ до нуля, напротив, превращает график функции $F(t_r)$ в идеальную ступеньку, а $E(t_r)$ — в бесконечный пик, что соответствует характеристикам реактора с плоским профилем скорости. Любое другое значение параметра χ соответствует промежуточным случаям. Также можно отметить, что значение $t_{r,max}$ с уменьшением χ стремится к единице, что соответствует смещению границы ненулевой области значений функции $E(t_r)$ влево.

Обобщая сказанное, можно утверждать, что учет влияния явления проскальзывания на границе микрореактора существенно влияет на характеристики потока и характерные времена. Можно также заключить, что однородность распределения времени нахождения повышается, а режим работы реактора стремится к режиму работы реактора идеального вытеснения с плоским профилем скорости. Этот факт может сыграть существенную роль при решении тех задач, где необходимо повышать однородность времени нахождения, для точного контроля степени конверсии реагента и других задач.

Заключение

В настоящей работе представлена новая модель химического микрореактора, которая учитывает явление проскальзывания скорости на стенках. Само это явление является характерным для микросистем, поэтому для расчета микрореакторов необходимо вносить поправки в модели и методы разработки реакторов, заимствованные из традиционной химической технологии. Разработанная модель учитывает явление проскальзывания на границах и в зависимости от применяемых величин параметра χ может описывать как реакторы с идеальным параболическим профилем скорости, так и течения с плоским профилем скорости. Пред-

ложенная модель является более общей по сравнению с известными частными моделями идеальных химических реакторов. Анализ результатов показал, что явление проскальзывания скорости приводит к снижению дисперсии времени нахождения, что может быть использовано на практике для получения однородного химического продукта в микрореакторе.

Список литературы

1. **Wirth T.** (ed.). Microreactors in organic chemistry and catalysis. Weinheim, Germany, John Wiley & Sons, 2013, 478 p.
2. **Burkle-Vitzthum V., Moulis F., Zhang J.** et al. Annular flow microreactor: An efficient tool for kinetic studies in gas

phase at very short residence times // Chemical Engineering Research and Design. 2015. Vol. 94. P. 611–623.

3. **Konakov S. A., Krzhizhanovskaya V. V.** A novel three-jet microreactor for localized metal-organic chemical vapour deposition of gallium arsenide: design and simulation // Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing. 2016. Vol. 741, N. 1. P. 012018.

4. **Gemoets H. P. L., Su Y., Shang M.** et al. Liquid phase oxidation chemistry in continuous-flow microreactors // Chemical Society Reviews. 2016. Vol. 45, N. 1. P. 83–117.

5. **Coker A. K.** Modeling of chemical kinetics and reactor design. Houston, USA; Gulf Professional Publishing, 2001, 1095 p.

6. **Neto C., Evan D. R., Bonaccorso E.** et al. Boundary slip in Newtonian liquids: a review of experimental studies // Reports on Progress in Physics. 2005. Vol. 68, N. 12. P. 2859.

7. **Nagayama G., Matsumoto T., Fukushima K.** et al. Scale effect of slip boundary condition at solid–liquid interface // Scientific Reports. 2017. Vol. 7. P. 43125.

S. A. Konakov, Engineer, Konakov.St@Gmail.Com,
Peter the Great Saint Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg
S. V. Dzyubanenko, Ph. D., Head of Department, dzyubanenko@hotmail.com,
JSC "Avangard", Saint Petersburg

Corresponding author:

Konakov Stepan A., Engineer, Konakov.St@Gmail.Com — Peter the Great Saint Petersburg Polytechnic University, Saint Petersburg

Influence of the Velocity Slip Boundary Condition on the Operating Modes and Other Characteristics of the Gas-Phase Chemical Microreactor

Received on May 11, 2017

Accepted on May 30, 2017

The paper describes a new theoretical model for development and calculation of a gas-phase chemical microreactor taking into account the phenomena of the velocity slip boundary condition. It demonstrates that in such a microreactor the dispersion of the residence time decreases, which can be used for carrying out of the chemical processes with improved homogeneity of the output products and accurate control of the process parameters.

Keywords: Microreactor, microchannel, slip boundary condition, reactor of ideal displacement

For citation:

Konakov S. A., Dzyubanenko S. V. Influence of the Velocity Slip Boundary Condition on the Operating Modes and Other Characteristics of the Gas-Phase Chemical Microreactor, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 10, pp. 598–604.

DOI: 10.17587/nmst.19.598-604

Introduction

Chemical microreactors find an increasing number of applications for synthesis of new substances and for other purposes [1–4]. A basis for them is provided by the microfluid structures created by the microsystem technology. The basic property of the microreactors is carrying out of a chemical process under controllable conditions (temperature, pressure, concentration of substances, etc.). The microreactors with liquid and gas phases are wide spread and widely studied, however, the approaches and methods of the research and calculations of the chemical microreactors are in many respects borrowed from the traditional chemical technology. This leads to the fact that many important physical and chemical phenomena, playing an essential role in

the microstructures, are often not considered in development of the microreactors. Accordingly, there is a problem of development of the methods and approaches, which would better reflect the physical and chemical phenomena proceeding in the microreactors.

In this work we consider the phenomenon of the velocity slip for a gas flow on the boundaries of a microreactor and investigate, how it influences the characteristics of the system as a whole.

Mathematical model of a chemical microreactor

As the basic method for the research we will apply mathematical modeling and compare the behavior of the microsystems with the traditional chemical reactors. Let us consider a microreactor, which represents

a cylinder with radius R and length L , via which a gas mix of the chemically interacting components flows. For simplicity reasons we will assume, that a homogeneous reaction goes on in the system:



where A — reacting substance; B — gas-carrier, which does not enter the chemical processes; P — products, received as a result of the chemical reactions from substance A .

Such modeling systems with the described geometry are standard for development of calculation of the chemical reactors. At that, two cases are usually considered analytically: a chemical reactor of an ideal displacement and of flat and parabolic velocity profiles. The diffusion processes in the given models are not considered, while the substance density is assumed as constant.

For consideration of a reactor with a parabolic velocity profile the internal volume is mentally broken into a number of pipes with the cross-sections in the form of a round ring, located on one axis. If the number of these elements is big enough, it is possible to consider, that the speed in each separately taken element is constant and has a flat profile. Then, an ideal reactor is considered with a flat profile of current, and the final solution is obtained by summation of all the elements. Fig. 1 presents a scheme of such a reactor, and fig. 2 — the velocity profile in cross-section. The modeling solutions, which determine the differential and integral functions of distribution of the residence time (functions $E(t)$ and $F(t)$, accordingly), for the considered cases are presented in [5].

In chemical microreactors, too, it is possible to apply similar models, which really happens frequently. However, for a correct use of such models for the gas systems, it is necessary to prove the equality of the speed to zero on the reactor walls, because this condition is a part of the traditional model. However, as is known, in many cases [6, 7] this is not true for the gas and liquid flows in the microsystems, which calls in question the correctness of the use of such models for the microreactor calculations.

We have developed a generalized model of a chemical reactor, in which the influence of the phenomenon of the velocity slip on the reactor boundaries is taken into account. This allows us to apply the proposed model for a more accurate calculation of the chemical microsystems.

Calculation of the parameters of a chemical microreactor with account of the phenomenon of the velocity slip boundary condition

The velocity slip phenomenon can be illustrated by the scheme in fig. 3.

The essence of the slip consists in the nonzero speed of a flow on the microchannel boundary. For a mathe-

matical description of this phenomenon a slip length — L_s is introduced. Its presence is similar to an increase of the radius of the channel, therefore, it is possible to modify the expression for the speed of a flow depending on the channel radius:

$$U(r) = U_0 \left[1 - \left(\frac{r}{R + L_s} \right)^2 \right], \quad (2)$$

where U_0 — the maximal speed of a liquid current in the channel centre; R — channel radius; L_s — length of the slip. For convenience of calculations we will introduce a new parameter

$$\chi = \frac{R}{R + L_s}, \quad 0 < \chi \leq 1. \quad (3)$$

It is important to point out that in this case $\chi = 1$ corresponds to an ideal parabolic no-slip velocity profile, and — $\chi \Rightarrow 0$ to a hypothetical ideal flat velocity profile. Expression for $U(r)$ will look like the following:

$$U(r) = U_0 \left[1 - \left(\frac{r\chi}{R} \right)^2 \right]. \quad (4)$$

Calculation of the average speed of a flow in the condition of the existing slip can be done by division of the gas flow of Q by the area of section of the channel:

$$\bar{U} = \frac{Q}{\pi R^2} = \frac{2\pi \int_0^R U_0 \left[1 - \left(\frac{r\chi}{R} \right)^2 \right] r dr}{\pi R^2} = \frac{U_0}{2} (2 - \chi^2). \quad (5)$$

The physical value, which is called residence time and is designated as t_r , determines, for how long an elementary liquid particle stays in the reactor volume. Since in a chemical reactor the speed is non-uniform, the residence time has a certain distribution and it is expedient to speak about average, maximal and minimal values of this variable. If the total length of the microreactor is L , the average residence time $\bar{t}_r$ at the output of the reactor will be determined by the following formula:

$$\bar{t}_r = \frac{L}{\bar{U}} = \frac{2L}{U_0(2 - \chi^2)}. \quad (6)$$

Distribution of the residence time by variable r will be described by the expression

$$\rho(r) = \frac{\bar{t}_r(2 - \chi^2)}{2 \left[1 - \left(\frac{r\chi}{R} \right)^2 \right]}. \quad (7)$$

Let us discuss how the slip phenomenon influences such an important parameter as residence time. Analyzing expressions (5)–(7), it is possible to notice, that at $\chi = 1$ they turn into the formulas, true for a model with a zero velocity on the walls of a reactor [5]. Reduction of χ leads to an increase of the average speed of the flow, corresponding to the reduction of the av-

erage residence time. Besides, since on the boundary the speed of a flow is not equal to 0, there is a possibility to enter the maximal residence time, which will be determined under the following formula:

$$t_{r,\max}(r = R) = \frac{\bar{t}_r(2 - \chi^2)}{2[1 - \chi^2]}. \quad (8)$$

Fig. 4 and 5 present diagrams of dependences of the speed and residence time at various values of parameter χ . Fig. 6 and 7 demonstrate variation of the correlation between the average, minimal and maximal residence times depending on χ . From the diagrams it follows, that due to reduction of χ the correlation of the times aspires to 1, which corresponds to a reactor with a flat velocity profile.

If we continue consideration of the properties of a microreactor, we will find expressions for the integral function of distribution of the residence time $F(t)$. On the site between $t_{r,\min}$ and $t_{r,\max}$ its value can be determined, proceeding from the following expression:

$$F(t_r) = \frac{\int_0^r \left(1 - \left(\frac{r\chi}{R}\right)^2\right) r dr}{\int_0^R \left(1 - \left(\frac{r\chi}{R}\right)^2\right) r dr}. \quad (9)$$

The expression denominator represents all of the flow through the output section of the reactor. The numerator represents a flow through the cylinder with radius $r < R$, where for each liquid particle, the condition that the residence time in a reactor is less than time t_r is met. Their correlation is a reformulated definition for function $F(t_r)$ for the considered cylindrical reactor. Integrating by the corresponding limits and substituting the value of $r(t_r)$ from (7) we will finally receive

$$F(t_r) = \begin{cases} 0 & \text{at } t_r \leq t_{r,\min}; \\ 1 - \frac{\left(\frac{t_{r,s}(2 - \chi^2)}{2t}\right)^2}{\chi^2[2 - \chi^2]} & \text{at } t_{r,\min} < t_r < t_{r,\max}; \\ 1 & \text{at } t_r > t_{r,\max}. \end{cases} \quad (10)$$

Differentiating $F(t_r)$, we will get the differential function of the residence time $E(t_r)$. The character of those functions depending on the value of parameter χ is presented in fig. 8 and 9.

It is easy to notice that at $\chi = 1$ the diagrams turn out the same as for the reactor model without account of the slip, when $F(t_r)$ and $E(t_r)$ asymptotically aspire to 1 and 0 [5]. Reduction of the value of parameter χ down to zero, on the contrary, transforms the diagram of function $F(t_r)$ into an ideal step, and $E(t_r)$ — into an infinite peak, which corresponds to the characteristics of a reactor with a flat velocity profile. Any other value

of parameter χ corresponds to the intermediate cases. It is also possible to point out that with reduction of χ the value of $t_{r,\max}$ aspires to one, which corresponds to a displacement of the boundary nonzero area value of function $E(t_r)$ to the left.

Generalizing what was said above, it is possible to assert, that account of the influence of the slip phenomenon on the microreactor boundary essentially influences the characteristics of a flow and characteristic times. It is also possible to conclude, that uniformity of distribution of the residence time raises, while the reactor operating mode aspires to the operating mode of a reactor of an ideal displacement with a flat velocity profile. This fact can play a role for solving of those problems, which require higher uniformity of the residence time for an accurate control of the degree of conversion of a reagent, and other problems.

Conclusion

This work presents a model of a chemical microreactor, which takes into account the slip velocity phenomenon on the walls. This phenomenon is typical for the microsystems, therefore, for calculation of the microreactors it is necessary to make amendments to the models and methods of development of the reactors, borrowed from the traditional chemical technology. The developed model takes into account the slip on the boundaries, and, depending on the applied values of parameter χ , it can describe both the reactors with an ideal parabolic velocity profile and the flows with a flat velocity profile. The proposed model is more general in comparison with the known private models of the ideal chemical reactors. An analysis of the results demonstrated that the velocity slip phenomenon leads to a decrease of the dispersion of the residence time, which can be used in practice for reception of a homogeneous chemical product in a microreactor.

References

1. Wirth T. (ed.). *Microreactors in organic chemistry and catalysis*. Weinheim, Germany, John Wiley & Sons, 2013, 478 p.
2. Burkle-Vitzthum V., Moulis F., Zhang J. et al. Annular flow microreactor: An efficient tool for kinetic studies in gas phase at very short residence times, *Chemical Engineering Research and Design*. 2015, vol. 94, pp. 611–623.
3. Konakov S. A., Krzhizhanovskaya V. V. A novel three-jet microreactor for localized metal-organic chemical vapour deposition of gallium arsenide: design and simulation, *Journal of Physics: Conference Series*. IOP Publishing, 2016, vol. 741, no. 1, pp. 012018.
4. Gemoets H. P. L., Su Y., Shang M. et al. Liquid phase oxidation chemistry in continuous-flow microreactors, *Chemical Society Reviews*, 2016, vol. 45, no. 1, pp. 83–117.
5. Coker A. K. *Modeling of chemical kinetics and reactor design*. Houston, USA, Gulf Professional Publishing, 2001, 1095 p.
6. Neto C., Evan D. R., Bonaccorso E. et al. Boundary slip in Newtonian liquids: a review of experimental studies, *Reports on Progress in Physics*. 2005, vol. 68, no. 12, pp. 2859.
7. Nagayama G., Matsumoto T., Fukushima K. et al. Scale effect of slip boundary condition at solid–liquid interface, *Scientific Reports*, 2017, vol. 7, pp. 43125.

Е. Ю. Заблочная^{1,2}, студент-магистр, e-mail: zelena@phystech.edu, **И. А. Род**^{1,2}, канд. физ.-мат. наук, ст. инженер-метролог, нач. отд. метрологии¹, доц.², e-mail: irina.rod@mapperlithography.com, **А. И. Таренкин**¹, инженер производственного процесса, нач. отд. литографии, e-mail: andrey.tarenkin@mapperlithography.com, **А. О. Казачков**³, студент-магистр, email: artem.kazachkov.93@mail.ru, **Д. Г. Шамирян**¹, Ph. D., ген. директор², e-mail: denis.shamiryan@mapperlithography.com

¹ ООО "МАППЕР", г. Москва

² Кафедра Технологического предпринимательства МФТИ, г. Долгопрудный

³ Физический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова, г. Москва

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ ИНСПЕКЦИЯ ДЕФЕКТОВ ЛИТОГРАФИИ КАК МЕТОД КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА МЭМС-ЭЛЕМЕНТОВ

Поступила в редакцию 04.04.2017

Представлены основные результаты разработки автоматизированной системы детектирования дефектов оптической литографии. Внедрение описываемой системы в производство МЭМС-элементов ООО "МАППЕР" позволило уменьшить время ручной оптической инспекции после процесса литографии, увеличить вероятность распознавания дефектов, а также сократить долю брака, вызванную дефектами литографии.

Ключевые слова: дефект, полупроводниковое производство, МЭМС, оптическая литография, контроль качества, брак

Введение

Все большую роль в нашей жизни играет высокотехнологичная продукция, в создании которой используют технологии производства микроэлектромеханических систем (МЭМС) [1]. Примерами такой продукции являются акселерометры, гироскопы, кремниевые микрофоны, микродисплеи, микрзеркала, устройства микроавтофокусировки, микродатчики, газовые сенсоры, сенсоры давления, элементы электронной оптики, микрокаплярные устройства, биомедицинские имплантаты [2].

МЭМС-технологии появились в конце 40-х годов двадцатого столетия в США и с тех пор развивались бурным темпом во всем мире. Ожидается, что в период 2015—2021 гг. ежегодный прирост рынка МЭМС в мире составит 8,9 % [3]. В течение последних пяти лет наблюдается заметный рост российских МЭМС-производств (см., например, источники [4—6]). Для повышения конкурентоспособности российских МЭМС-фабрик требуется развитие системы менеджмента качества (СМК) и контроля выхода годных, ключевым методом контроля которой является детектирование дефектов на различных технологических этапах производства изделия [7, 8].

В данной работе мы предлагаем концепцию обнаружения дефектов литографии и описываем основные характеристики разработанной нами системы детектирования, а также основные результаты ее внедрения в технологический процесс действующего производства ООО "МАППЕР". В заключение

дана оценка влияния предложенной автоматизированной системы детектирования дефектов литографии на эффективность работы предприятия.

1. Постановка задачи

Инспекция продукции и распознавания дефектов на этапе оптической литографии имеет неоспоримое преимущество перед инспекциями на последующих технологических этапах — возможность переработки бракованных элементов без потерь на сырье (полупроводниковые пластины). В процессе оптической литографии структура элемента напечатана (вытравлена) еще не на самой пластине, а лишь в специальном фоточувствительном слое — фоторезисте (ФР) [9—11], который может быть удален стандартным способом. После этого пластина готова к повторному нанесению резиста.

Среди основных причин возникновения дефектов литографии можно выделить следующие: неоднородность покрытия пластины ФР (включая брызги, вспенивания, царапины, скопления резиста); царапины на ФР; частицы пыли и ворсинки, упавшие во время процесса на пластину или на ФР; отсутствие части резиста; неправильно сформированная структура на резисте; неполная проявка ФР; дефекты на оптической маске (фотошаблоне); контакт маски с ФР, приводящий к отрыву части резиста от пластины [11]. Однако не все структуры, пятна или дефекты, присутствующие на элементе после литографии, остаются неизменными после всех этапов производства и не все они в конечном итоге приводят к бракованной продук-

ции. Для различных по форме и размеру структур процесс плазменного травления проходит по-разному — могут меняться размеры структуры, или же травление может быть неполным, не насквозь пластины. Также, например, частицы, осевшие на слой резиста в процессе литографии вне структуры элемента, после процесса травления просто удаляются с пластины вместе с остатками резиста. В связи со сказанным выше, на любом производстве обязательно требуется строгая классификация дефектов литографии, позволяющая соотнести найденный дефект с той или иной группой (типом) дефектов и решить будет ли он критичным (*killer defect* в англоязычной литературе) или не критичным (*non-killer defect*) для дальнейшего процесса производства изделия.

На мировом рынке доступно современное оборудование, позволяющее детектирование дефектов литографии в производстве МЭМС (например, фирмы *KLA-Tencor*, *Hitachi*, *Rudolph Technologies* [12] и др.), однако минимальная стоимость такого оборудования составляет 500 тыс. долл., а цена полностью автоматизированной системы составляет около 1 млн долл., тогда как себестоимость разработанной нами системы детектирования дефектов вместе со стоимостью оптического оборудования укладывается в сумму 140 тыс. долл. и отвечает требованиям, предъявляемым к подобной системе на МЭМС-производстве фирмы "МАППЕР".

В рамках задачи внедрения системы детектирования дефектов литографии в производственный процесс фирмы "МАППЕР", производящей элементы электронной оптики, мы проанализировали наиболее часто встречающиеся дефекты литографии и провели серию экспериментов в целях моделирования или имитации возникновения на этапе оптической литографии и эволюции на дальнейших производственных этапах типичных дефектов в изделии. Был разработан тестовый лот из 25 кремниевых пластин толщиной 150 мкм с внедренными дефектами разных форм и размеров. Для создания этого лота использовали степпер (*stepper*) — установку проекционной пошаговой мультипликации, и произведена специальная литографическая маска, на которой были представлены не только заданная заказчиком структура изделия, но и смоделированные дефекты разных типов с закономерно изменяющимися геометрическими характеристиками или параметрами. Такими параметрами являются, например, расстояние от дефекта до ближайшей заданной структуры элемента, положение дефекта (внутри заданной структуры или вне ее), форма, значения критических размеров, отношение критических размеров дефекта друг к другу. После каждого этапа стандартного производства тестовые пластины инспектировали, чтобы проследить за эволюцией дефектов и отве-

тить на вопрос, как меняется тот или иной тип дефекта на протяжении производства, а также какой из дефектов приведет к браку в конечной продукции. На основании всех полученных данных создана классификация дефектов по типу "*killer — non-killer*" (критично для конечного элемента (брак), или нет (не брак)), а также по причинам их происхождения в условиях реального производства.

2. Автоматизированная система инспекции дефектов литографии

После процесса оптической литографии кремниевые пластины со слоем ФР, в котором проявлена заданная структура изделия, одна за другой инспектируются в автоматическом режиме: вся поверхность элемента покрывается набором кадров (изображений), сделанных с помощью микроскопа с чувствительной ПЗС-матрицей и моторизованным столиком (рис. 1). Полученные изображения поверхности образца сохраняются на жестком диске компьютера (ПК), после чего они обрабатываются программным обеспечением (ПО) в целях распознавания дефектов и особенностей, не являющихся структурой элемента. Найденные дефекты сравнивают с типичными дефектами из базы

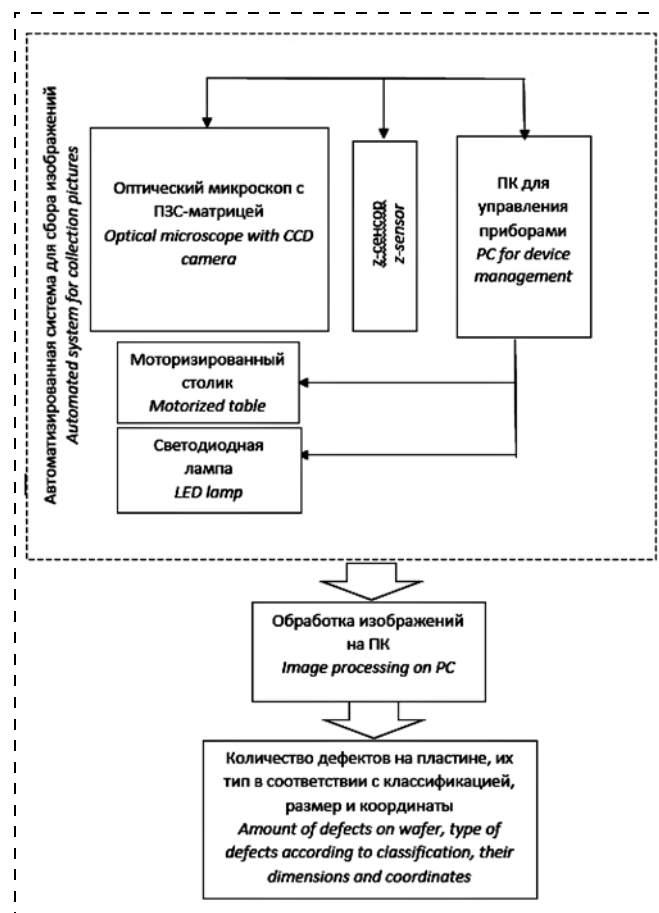


Рис. 1. Модульная схема системы детектирования дефектов
Fig. 1. Block scheme of the defect detection system

данных и классифицируют. Особенности такой системы детектирования дефектов являются:

- возможность распознавания дефекта размером больше 1 мкм и определение его особенностей (*killer, non-killer*);
- определение положения (координат) дефекта на образце;
- анализ закономерности появления дефектов (повторяющиеся от пластины к пластине однотипные дефекты указывают на механическое повреждение либо загрязнение литографической маски);
- принятие решения, допускается ли элемент на следующий технологический этап или же идет в переработку.

Рис. 1 представляет предложенную концепцию автоматизированной системы детектирования дефектов литографии. На моторизированный столик системы по очереди подаются пластины. Снятие изображений выполняется с автофокусировкой, которая, в свою очередь, является возможной благодаря встроенному в установку Z-сенсору (интерферометру для определения расстояния до поверхности пластины). Протокол снятия изображений управляет перемещением столика и позволяет покрыть всю интересующую нас поверхность набором изображений. При обработке полученных изображений происходит автоматическое сшивание всех

кадров в общее изображение поверхности элементов и распознавание дефектов в каждом кадре.

Представленная выше концепция детектирования была внедрена на МЭМС-производстве ООО "МАППЕР". Было показано, что внедрение шага автоматизированной инспекции дефектов после оптической литографии в технологические маршруты производства изделий не оказывает негативного влияния на inspectируемые элементы, т. е. не приводит к браку и не вызывает загрязнения поверхностей.

3. Основные результаты

Одним из типов дефектов литографии, внедренных в элементы тестового лота, были отверстия в слое ФР размером 3...12 мкм, находящиеся рядом (на расстоянии от 0,5 до 15 мкм) со структурой элемента (табл. 1). Такие дефекты могут возникать при наличии механических повреждений литографической маски. Поведение и внешний вид таких дефектов были отслежены после процесса оптической литографии, после травления оксида кремния (для создания жесткой маски для плазменного травления кремниевой пластины) и на конечной стадии производства, когда элемент состоит из различных структур, протравленных в кремниевой пластине. Для примера в табл. 1 приведены результаты анализа дефекта размером 3 мкм. Для

Таблица 1
Table 1

Пример эволюции дефекта, внедрённого в слой ФР вблизи структуры элемента
Example of evolution of the defect introduced in PR layer near the structure of an element

Варьируемые параметры <i>Varied parameters</i>		Оптические изображения дефекта рядом с заданной структурой (отверстием диаметром 100 мкм) элемента после различных технологических этапов <i>Optical images of the defect near the set structure (a hole with diameter of 100 micrometers) of the element after the technological stages</i>			
Размер дефекта, мкм <i>Size of the defect, micrometers</i>	Расстояние до структуры элемента, мкм <i>Distance to the element structure, micrometers</i>	Литография <i>Lithography</i>	Травление оксида кремния <i>Etching of the silicon oxide</i>	Bosch-процесс (сквозное отверстие в пластине) <i>Bosch-process (a through hole in a wafer)</i>	Конечный элемент, обратная сторона по отношению к литографической <i>The final element, the back side in relation to the lithography one</i>
3	0,5				
3	1,5				
3	3,5				

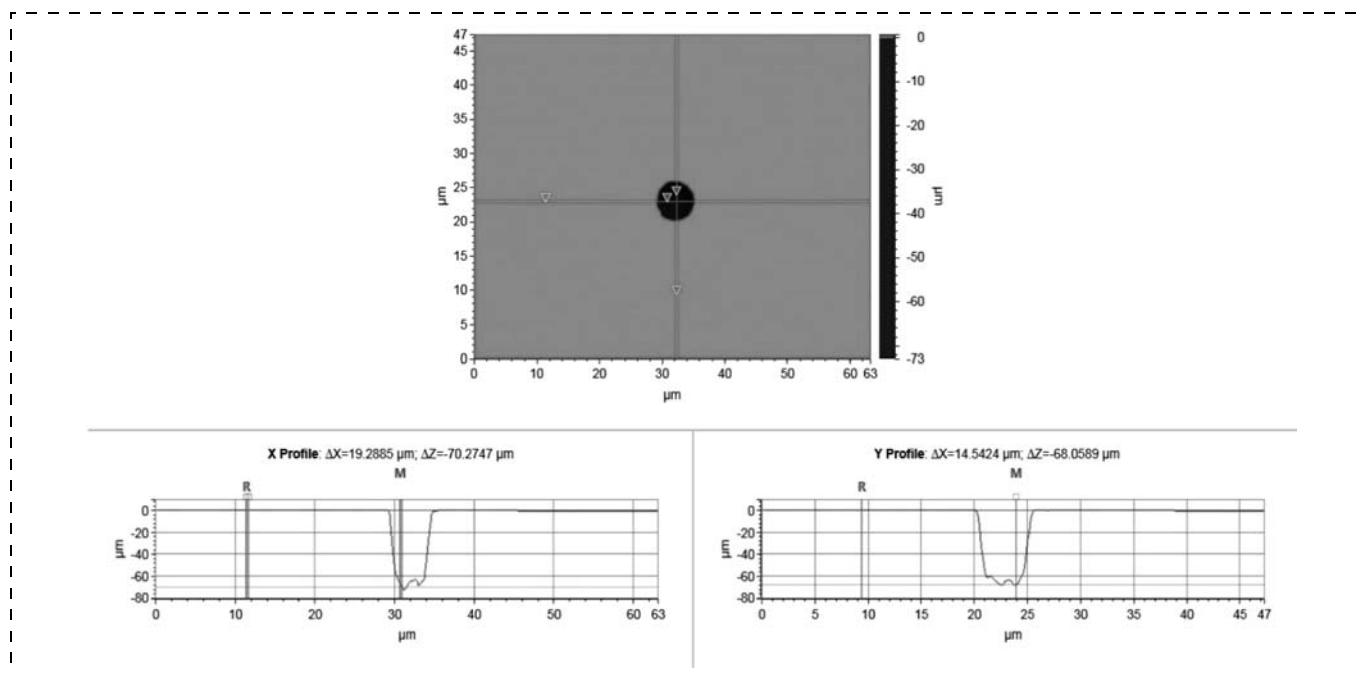


Рис. 2. X—Y-профиль поверхности пластины с дефектом литографии (отверстие в ФР диаметром 5 мкм)

Fig. 2. X—Y profile of the surface of a final element with a defect caused by the litho defect (a hole of 5 μm in diameter into the photoresist layer)

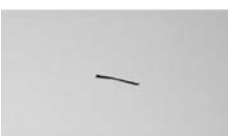
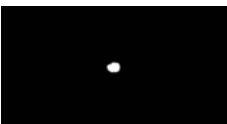
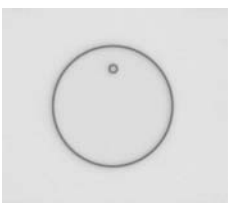
других размеров дефектов выявленные закономерности также выполнены. При расположении дефекта на расстоянии ближе, чем 1 мкм от структуры, наблюдается нарушение правильного контура структуры в конечном элементе, что хорошо заметно с обеих сторон образца (лицевой, на которой выполняется литография, и оборотной, на которой отверстия открываются только в результате плазменного травления). При положении дефекта на расстоянии, большем чем 1 мкм от структуры, дефект оказывается поверхностным, т. е. частично протравленным, и наблюдается в конечном элементе только со стороны литографии. Выявленные особенности объясняются физическими законами плазменного травления: скорость травления зависит от площади поверхности открываемых структур на пластине и их форм.

Если дефект (поврежденный ФР) располагается вне структуры элемента, то в зависимости от размера дефекта в конечном элементе получается либо поверхностный дефект, либо дополнительное полностью протравленное (сквозное) отверстие, что приводит к браку продукции. Является ли приемлемым наличие поверхностных дефектов на образце, зависит от требований заказчика к продукции. Как показали наши исследования, даже в случае маленьких размеров повреждения (3...5 мкм), глубина поверхностного дефекта в конечном элементе превышает 60 мкм. На рис. 2 приведены результаты измерения профиля такого поверхностного дефекта диаметром 5 мкм. Измерение проводили на оптическом профилометре ConturGT-K фирмы Brucker. В связи с тем, что конечная чис-

ловая апертура интерференционного объектива ограничивает измерение глубины для структур с высоким отношением глубины травления к характерному размеру в плоскости, а у рассматриваемого дефекта это отношение больше чем 12, мы можем говорить о том, что глубина травления больше, чем 60 мкм. Если же размер дефекта после литографии превосходит 30 мкм в поперечном сечении, в конечном элементе получается полностью протравленное дополнительное отверстие.

Дефекты литографии можно разделить на четыре основные группы, представленные в табл. 2. К первым двум группам относятся частицы и ворсинки, упавшие на ФР или пластину вне структуры элемента. Как правило, размер частиц не превосходит 15 мкм, а длина ворсинок — 200 мкм. Обе группы следует относить к дефектам *non-killer*, так как эти частицы и ворсинки снимаются вместе с резистом на дальнейших этапах производства и не влияют на конечные элементы. К третьей группе относятся дефекты, связанные с механическим повреждением слоя ФР. Их последствия зависят от размера и местоположения дефекта — повреждения диаметром больше 30 мкм приводят к сквозным дополнительным отверстиям в пластине, повреждения диаметром менее 30 мкм приводят к поверхностным дефектам, при этом повреждения, находящиеся ближе, чем 1 мкм к структуре элемента приведут к нарушению контура структуры. Все эти дефекты относятся к *killer*-дефектам, за исключением, возможно, поверхностных дефектов вне структуры элемента — это зависит от требований к поверхности пластины заказчика. Четвертая

Классификация дефектов оптической литографии
Classification of the defects of the optical lithography

	№	Оптическое изображение дефекта после литографии <i>Optical image of a defect after lithography</i>	Оптическое изображение дефекта в конечном элементе <i>Optical image of a defect in the final element</i>	Комментарии <i>Comments</i>	Возможные причины <i>Possible reasons</i>
Non-killer	1		Нет влияния <i>No influence</i>	Снимается вместе с ФР <i>Removed together with PR</i>	Частицы, упавшие на ФР или пластину вне структуры элемента. Характерный размер — 10...15 мкм <i>The particles which fell on PR or a wafer outside of the structure of the element. The typical size is 10...15 micrometers</i>
	2		Нет влияния <i>No influence</i>	Снимается вместе с ФР <i>Removed together with PR</i>	Ворсинки, упавшие на ФР или пластину вне структуры элемента. Характерная длина — 30...200 мкм <i>The fibers, which fell on PR or the wafer outside of the structure of the element. Their typical length is 30...200 micrometers</i>
	3		 Сквозное отверстие в кремниевой пластине, вызванное дефектом в ФР. Кадр снят на просвет при использовании светодиодной лампы, встроенной в столик (см. рис. 1) <i>A through hole in the silicon wafer, caused by a defect in PR. The image was made with the use of the light-emitting diode embedded in the little table (see fig.1)</i>	Если размеры дефекта >30 мкм, приведет к возникновению отверстия в пластине; размер <30 мкм — неполное травление, приведёт к поверхностному дефекту <i>If the sizes of a defect >30 micrometers, they result in a hole occurrence in a wafer; if the size <30 micrometers — incomplete etching, will result in a surface defect</i>	Отверстие в ФР вследствие прямого контакта резиста с литографической маской; дефект в слое хрома на литографической маске <i>An hole in PR owing to a direct contact of the resist with the lithography mask; a defect in the chrome layer on the lithography mask</i>
Killer	4		 Протравленное в кремниевой пластине отверстие (Ø100 мкм) имеет искаженный контур вследствие наличия дефекта литографии (частица пыли в протравленном в ФР отверстии) <i>The hole etched in a silicon wafer (Ø100 micrometers) has a deformed contour owing to the presence of a lithography defect (a dust particle in the hole etched in PR)</i>	Нарушение контура структуры на обратной по отношению к литографии стороне пластины <i>Infringement of the contour of the structure on the back side of the wafer in relation to lithography</i>	Частицы, ворсинки внутри структуры после литографии; дополнительные части ФР внутри структуры; дефект литографической маски <i>Particles and fibers inside the structure after lithography; additional parts of PR inside the structure; a defect of the lithography mask</i>

группа также относится к *killer*-дефектам. Сюда относятся частички, ворсинки и дополнительные части резиста, находящиеся внутри структуры элемента. Такие дефекты приводят к нарушениям контура структуры конечного элемента на обратной по отношению к оптической литографии стороне.

Заключение

Детектирование дефектов после каждого технологического этапа в МЭМС-производстве — один из основных методов контроля качества продукции и выхода годных. Выявление дефекта в конеч-

ной продукции позволяет производителям изъять бракованную продукцию из партии, а также исследовать причину и предупредить появление дефектов в дальнейшем в следующих партиях. Автоматизированное детектирование дефектов литографии, внедренное на МЭМС-производстве в ООО "МАППЕР" дает возможность избежать брака в самом процессе производства элемента, а также падения доли годных элементов. Предложенная система детектирования дефектов литографии обеспечивает быстрое действие 3 пластины/час, и может быть повышена при использовании камеры с более

чувствительной ПЗС-матрицей и большим полем зрения. Важным преимуществом представленной автоматизированной системы инспекции перед ручной является повышение вероятности распознавания дефектов и исключение ошибки оператора [11, 13].

Данная система может быть внедрена также и на других российских предприятиях полупроводниковой промышленности при условии выполнения дополнительной настройки: необходимо провести классификацию дефектов согласно спецификации производства, определить критические параметры дефектов, разграничивающие *killer* и *non-killer*-дефекты, которые, в свою очередь, зависят от особенностей технологических процессов, таких как толщина наносимого слоя ФР, толщина пластин, время, параметры травления и др., а также от требований заказчика к допустимости поверхностных дефектов.

Выражаем благодарность инженерам ООО "МАППЕР" Екатерине Семеновой и Евгении Токаревой за помощь при проведении технологических операций.

Список литературы

1. **Майская В.** МЭМС-рынок. Стойкий продолжительный рост // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2012. № 5. С. 42—55.
2. **Саленко Д. С.** История развития и области применения технологии MEMS // Автоматика и программная инженерия. 2013. № 3 (5). С. 68—74.
3. **Status of the MEMS Industry 2016.** i-Micronews by Yole Développement. [2016]. URL: <http://www.i-micronews.com/>

<category-listing/product/status-of-the-mems-industry-2016.html> (дата обращения: 01.03.2017).

4. **Сысоева С.** МЭМС-технологии. Простое и доступное решение сложных системных задач // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2009. № 7. С. 80—89.
5. **Суворов Е.** SEMICON Russia как зеркало мировой промышленной революции. Новые времена — новая концепция // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2016. № 1. С. 74—78.
6. **Урманов Д. М.** Русская Ассоциация МЭМС. Концепция по развитию производства МЭМС-изделий в России на период до 2017 г.: новости. Нано- и микросистемная техника. [2012]. URL: http://www.microsystems.ru/news/news_155/concept.pdf (дата обращения: 15.03.2017).
7. **Handbook of semiconductor manufacturing technology.** 2nd ed. / Ed.: Doering R., Nishi Y. CRC press: Taylor&Francis Group, 2008. 1722 p.
8. **Огвоздин В. Ю.** Управление качеством. Основы теории и практики: учеб. пособие. 6-е изд. М.: Дело и Сервис, 2009. 304 с.
9. **Bruning J. H.** Optical Lithography: 40 years and holding // Proc. SPIE. 2007. Vol. 6520. P. 652004.
10. **Levinson H. J.** Principles of Lithography. 3rd ed. SPIE Press, 2010. 506 p.
11. **Ying J. G. P., Chandar Sh., Ou T. Ch.** Implementing automated defect inspection to enhance foundry yields // Micro-Santa Monica. 2006. Vol. 24 (3). P. 41—46.
12. **Wafer defect inspection systems** // Hitachi: URL: <http://www.hitachi-hightech.com/global/products/device/semiconductor/inspection.html>; Patterned wafer inspection tools // KLA-Tencor. URL: <https://www.kla-tencor.com/Chip-Manufacturing-Front-End-Defect-Inspection/>; Defect inspection products // Rudolf Technologies. URL: <http://www.rudolph-tech.com/products/semiconductor/defect-inspection/nsx-220/>.
13. **Leavey J., Boyle J., Skumanich A.** Advanced process control based on lithographic defect inspection and reduction // IEEE/SEMI Advanced Semiconductor Manufacturing Conference and Workshop. ASMC. 2000. P. 33—40.

E. Yu. Zablotskaya^{1,2}, Master Student, zelena@phystech.edu, **I. A. Rod**^{1,2}, Ph. D., Senior Metrology Engineer, Head of Metrology Department, Associate Professor, irina.rod@mapperlithography.com, **A. I. Tarenkin**¹, Process Development Engineer, Head of Lithography Department, andrey.tarenkin@mapperlithography.com, **A. O. Kazachkov**³, Master Student, artem.kazachkov.93@mail.ru, **D. G. Shamiryan**¹, Ph. D., Director General, denis.shamiryan@mapperlithography.com

¹ MAPPER LLC, Moscow

² Department of Technological Entrepreneurship, Moscow Institute of Physics and Technology, Moscow, 141701

³ Department of Physics, M. V. Lomonosov Moscow State University, Moscow

Corresponding author:

Rod Irina A., Ph. D., Associate Professor, Head of Metrology Department, Moscow Institute of Physics and Technology, Moscow, 141701, MAPPER LLC, Moscow, Russian Federation, irina.rod@mapperlithography.com

Automated Detection of Lithography Defects as a Method of Quality Management for MEMS Elements

Received on April 04, 2017

Accepted on May 12, 2017

The paper presents the results of development of an automated lithography defect detection system. Implementation of the defect detection system in manufacturing of MAPPER LLC allowed it to reduce the time for a manual post-litho optical inspection, to improve the defect detection and to minimize the share of the defective products, which are due to the lithography defects.

Keywords: defect, fab, MEMS, optical lithography, quality management, defective goods

For citation:

Zablotskaya E. Yu., Rod I. A., Tarenkin A. I., Kazachkov A. O., Shamiryan D. G. Automated Detection of Lithography Defects as a Method of Quality Management for MEMS Elements, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 10, pp. 605—613.

DOI: 10.17587/nmst.19.605-613

Introduction

An ever increasing role is played by the hi-tech products, in creation of which the microelectromechanical systems (MEMS) technologies are used [1]. Examples of such products are accelerometers, gyroscopes, silicon microphones, microdisplays, micro-mirrors, micro-autofocusing devices, microsensors, gas sensors, pressure sensors, elements of electronic optics, microcapillary devices, and biomedical implants [2].

MEMS technologies appeared in late 1940s in the USA and developed rapidly all over the world. It is expected, that in 2015—2021 the annual growth of MEMS market in the world will be 8.9 % [3]. Recent five years witnessed an appreciable growth of Russian MEMS manufacturers (for example, [4—6]). In order to improve compatibility of the Russian MEMS fabs it is necessary to develop quality management systems (QMS) and product yield control, the key method of control in which is detection of products' defects at various technological stages [7, 8].

In this work we offer a concept for detection of lithography defects and describe the basic characteristics of the detection system developed by us, and also the major results of its implementation in the technological process of a real MEMS manufacturer. In conclusion, we discuss estimation of the influence of the proposed automated system for detection of lithography defects on the overall performance of a manufacturer.

1. Problem statement

Inspection of the products and detection of defects at the stage of the optical lithography have an obvious advantage over inspections at the subsequent stages — a possibility of processing of the defective elements without a loss of the raw materials (semi-conductor wafers). In the course of the optical lithography an element structure is printed (etched) not on a wafer yet, but only on the photosensitive layer — photoresist (PR) [9—11], which can be removed in a standard way. After that the wafer is ready for a repeated deposition of the resist.

Among the main reasons for appearance of the lithography defects, we can name the following: non-uniformity of the PR wafer coating (including splashes, foaming, scratches, accumulations of resist); scratches on PR; particles of dust and fibers on the wafer or PR; absence of a part of resist; incorrectly formed structure, incomplete development of PR; defects on the optical

mask (photomask); contacts of the mask with PR leading to separation of a part of the resist from the wafer [11]. However, not all of the structures, stains or defects, which are present on the element after lithography, remain invariable after the production and not all of them lead to the defective products. For the structures of various forms and sizes, the process of plasma etching goes differently — the sizes of a structure can vary, or etching can be incomplete, not through the wafers. Also, for example, the particles which are accumulated on the resist layer in the course of lithography outside of the structure of an element, after etching are simply removed from the wafer surface together with the layer of the resist. In connection with this, any manufacturer needs a strict classification of the lithography defects, allowing them to correlate a defect with this or that group (type) of defects and decide, whether it will be critical (*killer defect*) or not critical (*non-killer defect*) for the further manufacturing of a product.

In the world market there is equipment allowing to detect the lithography defects in MEMS manufacture (from companies *KLA-Tencor*, *Hitachi*, *Rudolph Technologies* [12], etc.), however, the minimal cost of such equipment is 500 thousand dollars, the price of a completely automated system is about 1 million dollars, while the cost of the presented here system for detection of litho defects together with the cost of the optical equipment is within the sum of 140 thousand dollars and meets the requirements for MEMS production.

Within the framework of implementation of the litho defect detection system in the manufacturing of the elements of electronic optics, we analyzed the most frequent litho defects and undertook a number of experiments in order to model or imitate the typical defects at the production stage of the optical lithography and their evolution. We developed a test lot of 25 silicon wafers with thickness of 150 μm and embedded litho defects of different forms and sizes. For creation of the lot, a *stepper* was used — an equipment of projective step-and-repeat multiplication, and a special lithography mask was manufactured, on which not only the structure of a product set by a customer is presented, but also the simulated litho defects of different types with regularly changing geometrical characteristics or parameters. Such parameters are, for example, a distance from a litho defect to the nearest set structure of an element, a position of a defect (inside of the set structure or outside of it), a shape, a value of the critical sizes, and a relation of the critical sizes of the defects

to each other. After each standard production stage the test wafers were inspected in order to track the evolution of the defects and to answer the question, how this or that type of defect changes throughout the production process and also what kinds of defects result in spoilage of the end products. On the basis of all the received data a classification of the defects was created by "*killer — non-killer*" types (critical for a final element (defective product), or not (no defects, customer requirements are fulfilled)), and also by the reasons for their origin in the conditions of a real manufacturing.

2. Automated system for inspection of the lithography defects

After the optical lithography the silicon wafers with PR layer, in which the set structure of a product was developed, are inspected one after another in an automatic mode: all the surface of an element is covered by a set of pictures (images) made by means of a microscope with a sensitive CCD matrix and a motorized little table (fig. 1). The received images of the surface of a sample are preserved on a hard disk of a personal computer, then, they are processed by means of software with a view of recognition of the defects and the features, which do not belong to the structure of the element. The detected defects are compared with the typical defects from a database and are classified. The specific features of such a system for detection of defects are the following:

- possibility of recognition of a defect with the size over 1 μm and determination of its features (*killer, non-killer*);
- determination of the position (coordinates) of a defect on a sample;
- analysis of the regularity of occurrence of the defects (the same defects, repeating from a wafer to a wafer, point to a mechanical damage or pollution of a lithography mask);
- taking of a decision, whether an element is admitted to the following technological stage, or must be re-worked.

Fig. 1 presents the concept of the automated system for detection of lithography defects. The wafers, in turn, are supplied to the motorized table of the system. The pictures are taken with autofocus, which, in its turn, is possible due to the built-in Z-sensor (interferometer for determination of the distance to the wafer surface). A protocol for taking pictures controls movement of the table and allows us to cover the surface, interesting for us, with a set of images. During processing of the images separate frames are integrated into a common image of the surface of an element and defects are detected in each frame.

The presented concept for detection was implemented in the MEMS production. It was demonstrated,

that implementation of a step of the automated inspection of defects after the optical lithography in the technological routes of manufacture of products did not render a negative influence on the inspected elements, i.e. it did not result in spoilage and did not pollute the surfaces.

3. Main results

One of the lithography defects, introduced in the elements of the test lot, are holes in PR layer with the sizes of 3...12 μm , situated next to (at the distance from 0.5 up to 15 μm) the structure of the element (table 1). Such defects can appear as a result of mechanical damages of the lithography mask. The behavior and appearance of such defects are traced after the optical lithography, after etching of the silicon oxide (for creation of a rigid mask for the plasma etching of a silicon wafer) and at the final stage of the manufacture, when the element consists of various structures etched in the silicon wafer. For example, table 1 presents the results of the analysis of a defect with the size of 3 μm . For the other sizes of the defects the revealed regularities were also implemented. When a defect is situated closer than 1 micrometer from the structure, we observe a disruption of the correct contour of the structure in the final element, which is clearly visible on both sides of the sample (on the front side, on which the lithography is done, and on the back side, on which the holes are open as a result of the plasma etching). If a defect is situated at a distance over 1 micrometer from the structure, the defect turns out to be a surface one, that is, partially etched, and in the final element it is observed only from the side of the lithography. The revealed specific features are explained by the physical laws of plasma etching: the speed of etching depends on the area of the surface of the opened structures on a wafer and their shapes.

If a defect (damaged PR) is situated outside of the element structure, then, depending on the size of the defect, in the final element we get a surface defect or an additionally etched (through) hole, which results in spoilage of a product. Whether the presence of the surface defects is acceptable on a sample, depends on the customer's requirements. As it was demonstrated by our research, even in case of small damages (3...5 μm) the depth of the surface defect in the final element exceeds 60 μm . Fig. 2 presents the results of measurement of the profile of such a surface defect with diameter of 5 μm . The measurement was done on optical ConturGT-K profilometer from Brucker Co. Since the final numerical aperture of the interference lens limits the measurement of the depth for the structures with a high relation of the depth of etching to the characteristic size in a plane, and for the considered defect this relation is more than 12, we can say, that the depth of etching is

more than 60 μm . If the size of a defect after lithography exceeds 30 μm in cross-section, in the final element a fully etched additional hole is obtained.

The lithography defects can be divided into four groups presented in table 2. The first two groups include particles and fibers, which have fallen on PR or the wafer outside of the structure of an element. As a rule, the size of the particles does not exceed 15 μm , and the length of the fibers — 200 μm . Both groups should be referred to as *non-killer* defects, because these particles and fibers are removed together with the resist during the production phases and do not influence the final elements. The third group includes the defects connected with a mechanical damage of the PR layer. Their consequences depend on the size and location of a defect — damages with diameter more than 30 μm lead to the through additional holes in a wafer, damages with diameter less than 30 μm lead to the surface defects, at that, the damages, which are closer than 1 μm to the element structure, will lead to infringement of the contour of the structure. These defects belong to the *killer*-defects, except for, probably, the surface defects outside of the element structure — this depends on the customer's requirements to the surface of a wafer. The fourth group also belongs to the *killer*-defects. Here we also have particles, fibers and additional parts of the resist inside the element structure. Such defects lead to infringements of the contour of the structure of the final element on the back side in relation to the optical lithography.

Conclusion

Detection of defects after each technological step in MEMS productions is one of the basic methods of the product quality control and of product yield control. Detection of defects in final products allows us to withdraw the defective products from a batch, and also to investigate the reasons for and to eliminate occurrence of the defects in the next batches. The automated detection of the defects in lithography, introduced in the MEMS production, makes it possible to avoid spoilage in the course of the element manufacture and reduction of the share of good elements. The proposed system for detection of the lithography defects ensures a throughput of 3 wafers per hour, which can be increased due to the use of a camera with a more sensitive CCD -matrix and a bigger field of view. An important advantage of the presented automated system of inspection in comparison with a manual one is a higher probability of recognition of defects and elimination of an operator's error [11, 13].

The given system can also be introduced in other enterprises of the Russian semi-conductor industry, if ad-

ditional adjustment is done: it is necessary to implement classification of the defects according to the production specification, to determine the critical parameters (criteria) of the defects differentiating the *killer* and *non-killer* defects, which depend on the specific features of the technological processes, such as the thickness of the deposited PR layer, the thickness of wafers, time, etching parameters, etc., and also on the requirements of the customers to the admissibility of the surface defects.

We express our gratitude to engineers E. Semenova and E. Tokareva from MAPPER LLC for their assistance in carrying out of the technological operations.

References

1. **Majskaja V.** *Elektronika: Nauka, Tehnologija, Biznes*, 2012, no. 5, pp. 42—55 (in Russian).
2. **Salenko D. S.** *Avtomatika i programmaja inzhenerija*, 2013, vol. 3, no. 5, pp. 68—74 (in Russian).
3. **Status** of the MEMS Industry 2016, *i-Micronews by Yole Développement*, available at: <http://www.i-micronews.com/category-listing/product/status-of-the-mems-industry-2016.html>, 2016.
4. **Sysoeva S.** *Elektronika: Nauka, Tehnologija, Biznes*, 2009, no. 7, pp. 80—89 (in Russian).
5. **Suvorov E.** *Elektronika: Nauka, Tehnologija, Biznes*, 2016, no. 1, pp. 74—78 (in Russian).
6. **Urmanov D. M.** *Nano- i mikrosistemnaja tekhnika*, available at: http://www.microsystems.ru/news/news_155/concept.pdf, 2012 (in Russian).
7. **Handbook of semiconductor manufacturing technology**, 2nd edition, Ed.: Doering R., Nishi Y. CRC press: Taylor&Francis Group, 2008, 1722 p.
8. **Ogvozdin V. Ju.** *Upravlenie kachestvom. Osnovy teorii i praktiki* (Quality management. Introduction in the theory and practice, Moscow, Delo i Servis, 2009, 304 p. (in Russian).
9. **Bruning J. H.** *Optical Lithography: 40 years and holding*, Proc. SPIE, 2007, vol. 6520, pp. 652004.
10. **Levinson H. J.** *Principles of Lithography*, 3rd edition, SPIE Press, 2010, 506 p.
11. **Ying J. G. P., Chandar Sh., Ou T. Ch.** Implementing automated defect inspection to enhance foundry yields, *Micro-Santa Monica*, 2006, vol. 24, no. 3, pp. 41—46.
12. **Wafer defect inspection systems**, Hitachi, available at: <http://www.hitachi-hightech.com/global/products/device/semiconductor/inspection.html>; Patterned wafer inspection tools, KLA-Tencor, available at: <https://www.kla-tencor.com/Chip-Manufacturing-Front-End-Defect-Inspection/>; Defect inspection products, Rudolf Technologies, available at: <http://www.rudolphtech.com/products/semiconductor/defect-inspection/nsx-220/>.
13. **Leavey J., Boyle J., Skumanich A.** Advanced process control based on lithographic defect inspection and reduction, *IEEE/SEMI Advanced Semiconductor Manufacturing Conference and Workshop*, ASMC, 2000, pp. 33—40.

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ MODELLING AND DESIGNING OF MNST

УДК 621.31

DOI: 10.17587/nmst.19.614-625

Ф. Р. Исмагилов, д-р техн. наук, зав. каф., проф., e-mail: s2_88@mail.ru, **В. Е. Вавилов**, канд. техн. наук, ст. преподаватель, e-mail: s2_88@mail.ru, **В. И. Бекузин**, аспирант, инженер, e-mail: tiobaldo1@rambler.ru, **В. В. Айгузина**, инженер, e-mail: vti.py@mail.ru, Уфимский государственный авиационный технический университет, г. Уфа

ПРОЕКТИРОВАНИЕ СВЕРХВЫСОКОСКОРОСТНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МИКРОМАШИН С ЧАСТОТОЙ ВРАЩЕНИЯ 1,2 МЛН ОБОРОТОВ В МИНУТУ

Поступила в редакцию 10.05.2017

Статья посвящена разработке сверхвысокоскоростных электрических микромашин, представлен многодисциплинарный алгоритм проектирования, рассчитана сверхвысокоскоростная электрическая микромашина с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин и мощностью 123 Вт. Выполнены взаимосвязанные механические, тепловые и электромагнитные расчеты, определен тип подшипниковых опор, основные конструктивные материалы, а также выявлено дальнейшее направление исследований. Созданные модели и алгоритм были верифицированы экспериментально. Результаты могут быть использованы в медицине, робототехнике, станкостроении.

Ключевые слова: сверхвысокоскоростные электрические микромашины, многодисциплинарный алгоритм проектирования, постоянные магниты, беспазовая конструкция статора

Введение

Развитие высокотехнологичных отраслей промышленности, таких как медицина, робототехника и станкостроение, требует создание новых сверхвысокоскоростных электрических микромашин (СВЭМ). Как правило, современные СВЭМ имеют частоту вращения ротора от 200 000 до 1 000 000 об/мин, мощность до 1 кВт при удельных показателях 0,2...0,25 кг/кВт и выполнены с постоянными магнитами [1—3]. При этом запросы потребителей СВЭМ направлены на повышение мощности и частот вращения ротора СВЭМ при снижении их массогабаритных показателей. В частности, для медицинской техники требуется разработка СВЭМ для систем перекачки крови, имплантируемой техники, а также для различных медицинских инструментов (в том числе стоматологических). В работе [4] показано, что для станкостроительной промышленности уже требуются СВЭМ с частотой вращения 1,1...1,2 млн об/мин. Однако на данный момент максимальная достигнутая частота вращения ротора СВЭМ составляет не более 1 млн об/мин [4—7].

Поэтому основной идеей и целью данной статьи является разработка и исследования СВЭМ с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин. Для получения данного результата необходимо разработать алгоритм многодисциплинарного расчета СВЭМ. При проектировании требуется совместный анализ тепловых, механических и электромагнитных процессов с учетом динамики ротора. В работах [4—7] представлены методики расчета СВЭМ, но общего алгоритма многодисциплинарного подхода к расчету СВЭМ не приведено. Известны алгоритмы многодисциплинарного проектирования высокооборотных электрических машин с частотами вращения от 48 000 до 120 000 об/мин и мощностью более 10 кВт [8—10]. Но требуются частоты вращения ротора и мощности СВЭМ в 10 раз больше, поэтому результаты этих работ использовать не представляется возможным.

Задачи данной работы: разработка алгоритма многодисциплинарного проектирования СВЭМ и создание на его основе проекта СВЭМ, а также решение вопросов определения потерь в роторе (постоянных магнитах и бандаже) СВЭМ. Все разрабатываемые компьютерные модели были проверены

экспериментально в двигательном режиме СВЭМ при частоте 500 000 об/мин.

Методика расчета основных геометрических размеров СВЭМ

При сверхвысоких скоростях вращения ротора первоочередной задачей при определении геометрических размеров является достижение заданной эффективности (КПД) СВЭМ с учетом аэродинамических потерь и механической прочности, так как при частотах более 500 000 об/мин именно эти

параметры определяют всю конструктивную схему СВЭМ и ее геометрические размеры [9, 10]. На рис. 1 представлен предлагаемый алгоритм многодисциплинарного проектирования СВЭМ.

Как видно из рис. 1, максимально допустимый диаметр ротора и его длина определяются исходя из аэродинамических потерь, т. е. определяются такие геометрические размеры, при которых СВЭМ имеет эффективность по аэродинамическим потерям не менее 80 %. Затем диаметр проверяется на механическую прочность, строятся электромагнитные и тепловые модели, оценивается динамика ротора и выбираются подшипниковые опоры СВЭМ. Это позволяет изначально проектировать СВЭМ с высоким КПД и учитывать практически все процессы, протекающие в нем на расчетном этапе, что минимизирует затраты на создание и доработку прототипа.

На основе предлагаемого алгоритма был разработан проект СВЭМ мощностью 300 Вт с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин (рис. 2). Статор СВЭМ беспазовый с тороидальной обмоткой, ротор выполнен из цельного цилиндрического магнита, запрессованного в титановый бандаж.

Расчет аэродинамических потерь

На первом шаге необходимо определить первоначальный диапазон геометрических размеров активной части СВЭМ. Для оценки аэродинамических потерь и определения диаметра ротора СВЭМ с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин представляется целесообразным использовать выражения, полученные в работе [11]:

$$P_{\text{аэр}} = \frac{c_f \pi \rho_{\text{воз}} \Omega^3 D_b^4 l}{16}, \quad (1)$$

где $c_f = 0,006$ — коэффициент трения между ротором и окружающей средой; $\rho_{\text{воз}}$ — плотность воздуха; D_b — диаметр ротора; Ω — частота вращения ротора, рад/с; l — длина участка, на котором определяются потери.

На рис. 3 (см. четвертую сторону обложки) представлена зависимость аэродинамических потерь от диаметра ротора СВЭМ при раз-

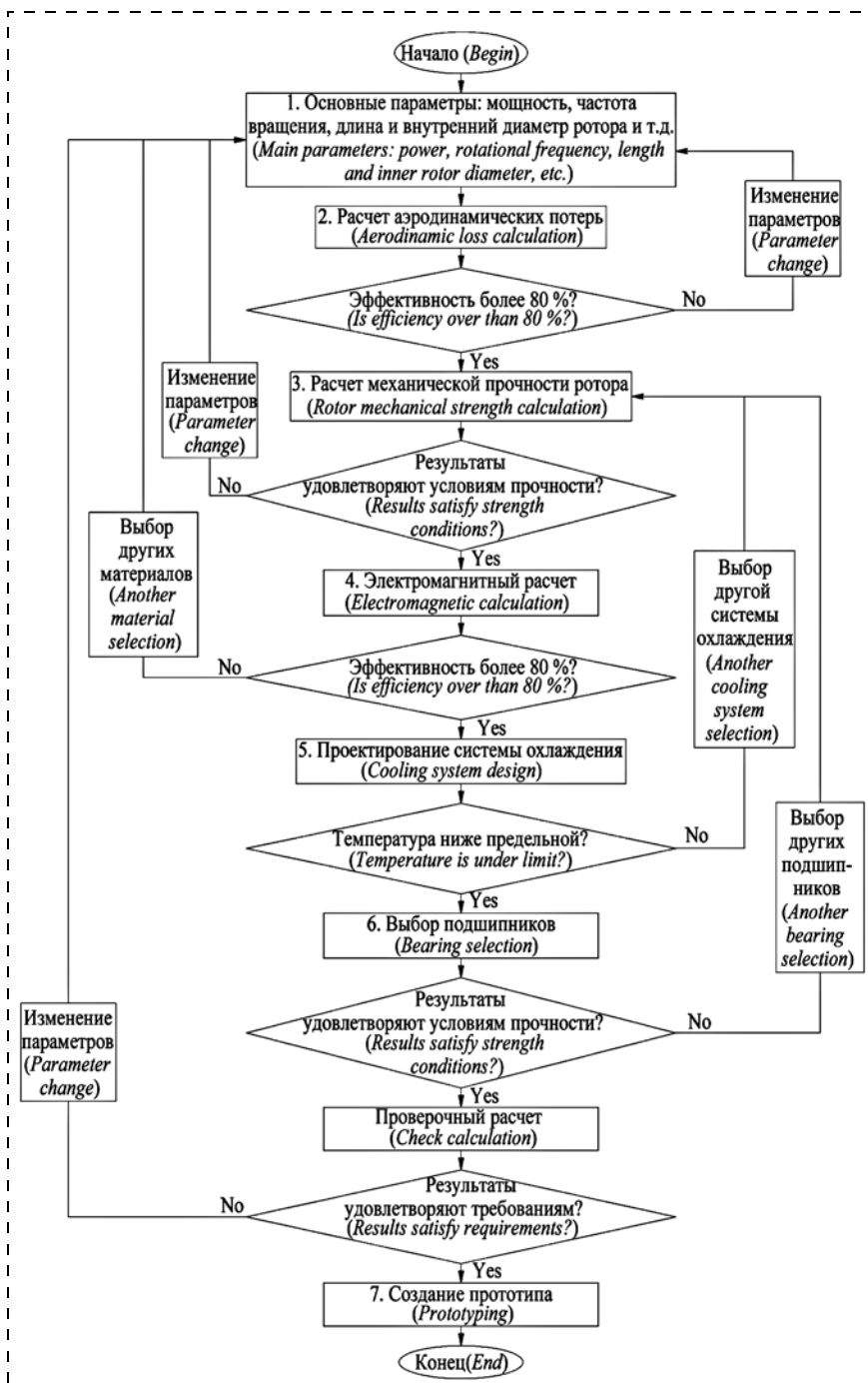


Рис. 1. Алгоритм мультидисциплинарного проектирования СВЭМ

Fig. 1. Algorithm of UHSEM multidisciplinary design

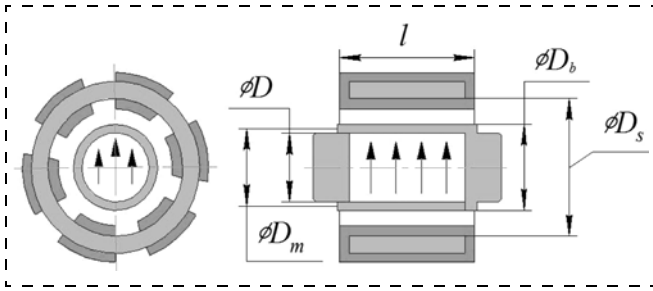


Рис. 2. Расчетная схема СВЭМ

Fig. 2. UHSEM design diagram

личных частотах, откуда видно, что выполнение СВЭМ мощностью менее 40 Вт с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин нецелесообразно, так как достижение КПД более 50 % невозможно практически при любом диаметре ротора. Из анализа полученных зависимостей были выбраны предварительные геометрические размеры СВЭМ, для которых аэродинамические потери при частоте 1,2 млн об/мин составят 30 Вт.

Расчеты механической прочности ротора СВЭМ

Механические расчеты ротора проводятся аналитическими методами с последующей верификацией методом конечных элементов.

Изначально определяется предварительная толщина бандажа ротора СВЭМ:

$$b = \frac{\Omega^2 \rho_1 (r_1 + r_2) D^2}{16 \sigma_M} k_\sigma, \quad (2)$$

где σ_M — предел прочности на текучесть материала бандажа; D — внешний диаметр постоянных магнитов; k_σ — коэффициент запаса прочности бандажа ротора СВЭМ, который принимается в пределах 1,2–1,5; $r_1 = D_b/2$ — радиус бандажа; $r_2 = D/2$ — радиус постоянных магнитов.

При расчетах бандажной оболочки основными условиями являются: напряжения в бандажной оболочке должны быть меньше предела текучести материала; бандаж должен создавать давление, прижимающее магниты [12]:

$$\begin{cases} p_N = p_p + p_t - p_z > 0; \\ k_\sigma (\sigma_p + \sigma_t + \sigma_z) < \sigma_M, \end{cases} \quad (3)$$

где p_N — остаточное давление бандажа на постоянные магниты; p_p , σ_p — соответственно давление и механическое напряжение, создаваемые преднатягом бандажа; p_t , σ_t — соответственно давление и механическое напряжение, создаваемые термическим расширением ротора и постоянными магнитами; p_z , σ_z — соответственно давление и механическое напряжение, создаваемые центробежными силами.

Давление и механическое напряжение, создаваемые преднатягом, определяются выражениями

$$\begin{cases} \sigma_p = \frac{2 \Delta D_b E_b}{D}; \\ p_p = \sigma_p \left[\frac{r_1^2}{r_1^2 - r_2^2} \left(1 + \frac{r_2^2}{r_3^2} \right) \right]^{-1}, \end{cases} \quad (4)$$

где ΔD_b — преднатяг бандажа ротора; $r_1 = D_b/2$, $r_2 = D/2$, $r_3 = D_m/2$ — средний радиус магнитов; E_b — модуль упругости.

Давление и механическое напряжение, создаваемые термическим расширением ротора, вычисляются следующим образом:

$$\begin{cases} \sigma_t = \frac{2 \Delta D_T E_b}{D}; \\ p_t = \sigma_t \frac{b}{R_b}, \end{cases} \quad (5)$$

где $\Delta D_T = \alpha_{Bt} D (T_2 - T_1)$ — линейное расширение постоянных магнитов под действием температуры; α_{Bt} — коэффициент линейного расширения постоянных магнитов; T_2 , T_1 — соответственно температура постоянных магнитов в начале эксплуатации СВЭМ и установившаяся температура.

Давление и механическое напряжение, создаваемые центробежными силами:

$$\begin{cases} \sigma_z = \Omega^2 r_3^2 \rho_b^2; \\ p_z = \rho_b \Omega^2 r_3 b, \end{cases} \quad (6)$$

где ρ_b — плотность материала бандажа.

После расчета давления и механических напряжений в бандаже проводится проверка его механической прочности по уравнению (6). Для оценки правильности полученных результатов выполнены механические расчеты ротора с помощью метода конечных элементов. Таким образом, из совокупности механических и аэродинамических расчетов появляется возможность определения геометрических размеров ротора. На основе полученных геометрических размеров были проведены электромагнитные расчеты СВЭМ и определены электромагнитные потери.

Электромагнитные расчеты СВЭМ и определение потерь

Электромагнитные расчеты проведены в программном комплексе Ansys Maxwell. На данном проектном этапе были выбраны активные материалы СВЭМ, выполнены расчеты магнитного поля в активных элементах СВЭМ, определены элект-

ромагнитные потери СВЭМ. Все расчеты в данном разделе проводились в динамическом режиме.

Выбор постоянных магнитов ротора. Постоянные магниты (ПМ) ротора обеспечивают необходимые характеристики СВЭМ. Выбор ПМ достаточно подробно описан в работах [4—7], на основе которых в качестве материала магнита был выбран $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, поскольку он обладает достаточно высокой рабочей температурой (до 250 °С) и обеспечивает хорошие энергетические характеристики ($H = 850$ кА/м, $B_r = 1,08$ Тл). При предварительных электромагнитных расчетах рассматривались тепловые характеристики $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ при температуре 20 °С, но после тепловых расчетов в модель вносились необходимые коррективы.

Выбор материала магнитопровода статора. В СВЭМ ввиду высоких частот перемагничивания для снижения потерь в сердечнике используется аморфное железо, как правило, Metglas Alloy 2605SA1. Но оно обладает рядом недостатков, такими как низкий коэффициент заполнения сердечника (не более 0,85) и низкая механическая прочность.

Другим возможным вариантом выполнения магнитопровода статора СВЭМ является использование ферритовых колец. Но их значительным недостатком является низкая индукция насыщения. В рассматриваемом случае индукция в магнитопроводе статора не превышает 0,3 Тл из-за больших воздушных зазоров. Поэтому вместо аморфного железа выбраны ферритовые кольца Epcos N78. Сравнение свойств этих материалов приведено в табл. 1, из которой видно, что удельные потери в Epcos N78 в 3 раза меньше, чем в аморфном железе Metglas Alloy 2605SA1. А так как плотность Epcos N78 меньше в 1,48 раза, то фактические удельные потери в сердечнике из Epcos N78 меньше в 4,5 раза. Кроме того, при проектировании СВЭМ необходимо учитывать низкую температуру Кюри у ферритовых колец.

Выбор проводников статора. Из-за высоких частот напряжения (20 кГц) в проводниках обмотки проектируемого СВЭМ помимо омических потерь ($P_{\text{ом}} = mI^2R$) значительно проявляются еще и потери, вызванные вихревыми токами в обмотке. Поэтому в СВЭМ обычно используется высоко-частотный литцендрат.

При выборе диаметра проводника, а также при расчете потерь на вихревые токи в проводниках необходимо оперировать системой уравнений Максвелла, описывающих магнитное поле внутри проводника:

$$\text{rot} H = 4\pi j; \quad j = \sigma E; \quad \text{div} B = 0; \quad \text{rot} E = -\frac{\partial B}{\partial t}, \quad (7)$$

где H — вектор напряженности магнитного поля; B — вектор магнитной индукции; j — вектор плот-

ности тока; σ — электрическая проводимость материала проводника.

Уравнение (7) подразумевает, что связь между током и полем локальна, плотность тока в некоторой точке проводника определяется напряженностью магнитного поля в этой точке, т. е. диаметр проводника должен быть много меньше глубины проникновения поля. Поэтому обычно определяется глубина проникновения магнитного поля в жилу, после чего диаметр провода принимается меньше глубины проникновения в 2...4 раза. Далее определяются потери на вихревые токи в выбранном диаметре провода, и при необходимости диаметр проводника корректируется. Глубина проникновения поля вытекает из уравнений (7):

$$\delta_p = \sqrt{\frac{2}{\pi f \mu \sigma}}, \quad (8)$$

где δ_p — глубина проникновения; f — частота тока; μ — магнитная проницаемость материала проводника.

Потери в проводниках СВЭМ на вихревые токи определяются формулой [11]:

$$P_{\text{eddy}} = \frac{H^2 l \pi^3 \sigma \mu_0 f^2 d_s^4}{4}, \quad (9)$$

где d_s — диаметр проводника; l — длина проводника; μ_0 — магнитная проницаемость вакуума.

В результате расчетов было установлено, что глубина проникновения поля в проводник при частоте 20 кГц составляет 0,46 мм, минимальный допустимый диаметр провода по условиям локальности магнитного поля составляет 0,15 мм. По выражению (9) были рассчитаны потери на вихревые токи в проводнике в зависимости от диаметра и определен диаметр проводника по условиям минимизации потерь.

Таблица 1
Table 1

Сравнение свойств EpcosN78 и Metglas Alloy 2605SA1
Comparison of the properties of Epcos N78 and Metglas Alloy 2605SA1

Параметр Parameter	Epcos N78	Metglas Alloy 2605SA1
Индукция насыщения при температуре 100 °С, Тл Saturation induction at 100 °C, T	0,39	1,56
Температура Кюри, °С Curie temperature, °C	>200	395
Удельные потери при индукции 0,2 Тл, частоте 25 кГц и температуре 100 °С Specific losses at the induction of 0.2 T, frequency 25 kHz, and temperature 100 °C	11,7	32...35
Плотность, кг/м ³ Density, kg/m ³	4850	7180

Электромагнитные расчеты. При создании компьютерной модели СВЭМ и ее расчета методами конечных элементов необходимо полностью определиться с геометрией статора и воздушного зазора при условии фиксированных плотности тока и площади сечения проводника. На стадии тепловых расчетов система охлаждения выбиралась для обеспечения заданной плотности тока. Напряжение СВЭМ не было задано техническим заданием, поэтому оптимальное значение напряжения и число витков основывались на электромагнитных расчетах. Ниже приведены основные параметры спроектированного СВЭМ:

Основные параметры СВЭМ

Мощность, В·А	138
Частота вращения ротора, об/мин	1 200 000
Фазное напряжение, В	16,1
Фазный ток, А	4
Тип магнита	Sm ₂ Co ₁₇ , H = 850 кА/м, B _r = 1,08 Тл
Материал сердечника статора	Epcos N78
Магнитная индукция в воздушном зазоре, Тл	0,114

Электромагнитные потери. Следующим шагом было определение потерь в активных элементах СВЭМ мощностью 138 Вт с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин. Результаты расчета потерь приведены в табл. 2.

Таким образом, выполнены электромагнитные расчеты СВЭМ и получены ее геометрические характеристики.

Выбор системы охлаждения и тепловые расчеты СВЭМ

Следующим этапом создания СВЭМ с частотой вращения 1,2 млн об/мин является выбор его системы охлаждения и тепловые расчеты. Как видно из табл. 2, основные потери СВЭМ приходятся на роторную систему (аэродинамические потери), охлаждение которой является довольно сложной задачей. Основная задача данной работы — обеспечение теплоотвода потерь от ротора. При этом наиболее эффективным для этих целей является

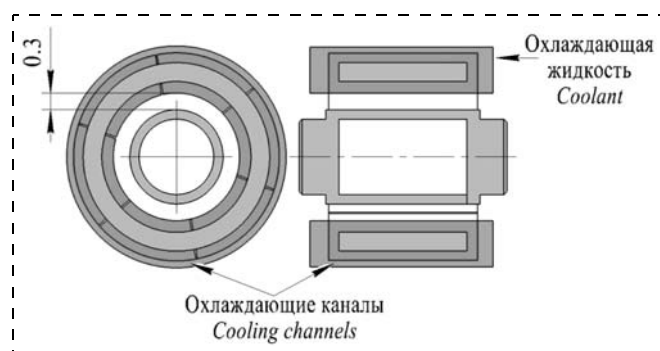


Рис. 4. Система охлаждения СВЭМ
Fig. 4. UHSEM cooling system

Потери СВЭМ Losses in UHSEM

Тип потерь Loss type	Зависимость, характеризующая потери Loss-specific dependence	Значение Value
Аэродинамические потери Aerodynamic loss	$P_{\text{аэр}} = \frac{c_f \pi \rho_{\text{воз}} \Omega^3 D_b^4 l}{16}$	$P_{\text{аэр}} = 30 \text{ W}$
Потери в обмотке Loss in winding	$P_{\text{обм}} = \frac{H^2 l \pi^3 \sigma_{\mu 0} f^2 d_s^4}{4} + m I^2 R$	$P_{\text{обм}} = 5,45 \text{ W}$
Потери в магнитопроводе статора Loss in stator magnetic conductor	Для феррита Epcos N78 использовались экспериментальные кривые, предоставляемые производителем [12] With Epcos N78 ferrite, the experimental curves provided by the producer [12] were used	$P_c = 0,036 \text{ W}$
Потери в бандажной обмотке ротора Loss in rotor shroud	Определяются компьютерным моделированием в программном комплексе Ansys Maxwell Loss is estimated by computer simulation using Ansys Maxwell software package	$P_p = 0,022 \text{ W}$
Полный КПД Total efficiency	$\eta = \frac{P}{P + P_p + P_c + P_{\text{обм}} + P_{\text{аэр}}} \cdot 100 \%$	80 %

кольцевой зазор [13]. Обычно его выполняют из пластиковых материалов с очень низкой теплопроводностью. Поэтому в качестве системы охлаждения была использована комбинированная система охлаждения, в которой обмотка располагается на высоте 0,3...0,5 мм от ротора и выступает в роли радиатора, отводящего тепловыделение ротора. При этом сама обмотка охлаждается по внешней поверхности жидкостью (рис. 4), что позволяет эффективно охладить ротор СВЭМ, а использование тороидальной обмотки приводит к максимально высокому коэффициенту заполнения.

Для оценки эффективности представленной системы охлаждения было проведено компьютерное моделирование, которое показало, что максимальная температура постоянных магнитов не превышает 70 °С, титанового бандажа — 77 °С, а температура обмотки составляет 64 °С. При моделировании рассматривалась вода с начальной температурой 20 °С и скоростью поступления в охлаждающие каналы 16 г/с.

По полученным значениям температуры были рассчитаны дополнительные механические нагрузки, создаваемые тепловыми расширениями материалов: $\sigma_t = 67,2 \text{ МПа}$, $p_t = 23,17 \text{ МПа}$. Коэффициент запаса по механической прочности составляет 20 %, который соответствует запасу механической прочности 100 МПа. Поэтому тепловые расширения постоянных магнитов и механические нагрузки не приведут к разрушению бандажной оболочки ротора. При увеличении температуры

постоянных магнитов на 50 °С их остаточная индукция уменьшится до 1,06 Тл, а коэрцитивная сила — до 765 кА/м. На разработанной модели были проведены расчеты при данных характеристиках постоянных магнитов, результаты представлены ниже.

Характеристики СВЭМ при рабочей температуре	
Мощность, В · А	123
Частота вращения ротора, об/мин	1 200 000
Фазное напряжение, В	14,37
Фазный ток, А	4
Тип магнита	Sm ₂ Co ₁₇ , H = 765 кА/м, B _r = 1,06 Тл
Материал сердечника статора	Epcos N78
Магнитная индукция в воздушном зазоре, Тл	0,101

Таким образом, проведены тепловые расчеты СВЭМ и выполнены корректировки механических и электромагнитных расчетов по их результатам, а также обоснован тип системы охлаждения СВЭМ с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин. На основе разработанной методики выполнены проектные расчеты СВЭМ мощностью 123 Вт с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин.

Экспериментальная верификация электромагнитной модели

Для оценки эффективности разработанных компьютерных моделей и алгоритма расчета были проведены испытания СВЭМ, разработанного по представленному алгоритму, на частоте вращения 500 000 об/мин (ввиду отсутствия подшипников на 1,2 млн об/мин) и мощностью 100 Вт в режиме

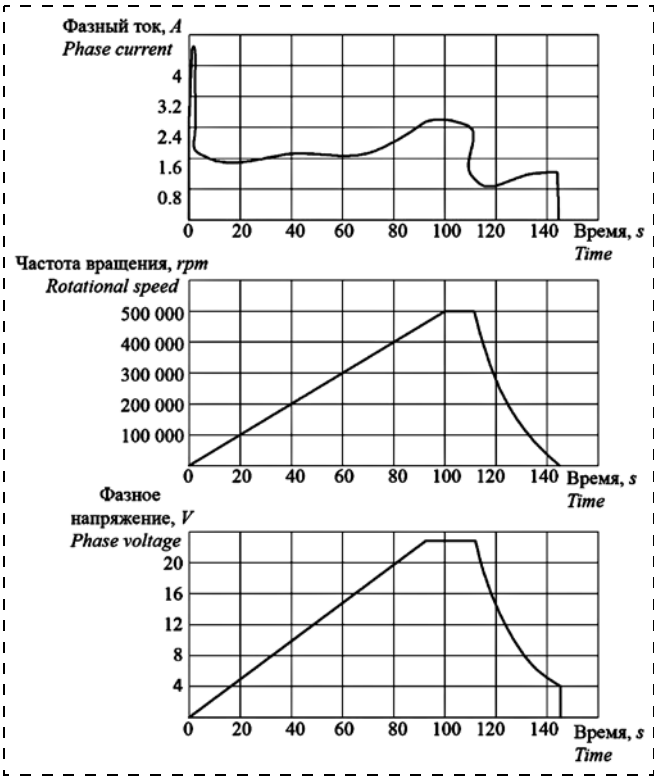


Рис. 5. Экспериментальные исследования СВЭМ мощностью 100 Вт и частотой 500 000 мин⁻¹ при разгоне и торможении
Fig. 5. Experimental studies of UHSEM with the power of 100 W and rotational speed of 500 000 rpm at acceleration and braking

электродвигателя. Охлаждение СВЭМ осуществлялось самовентиляцией. Результаты экспериментальных исследований и сравнение их с данными компьютерного моделирования представлены на рис. 5, параметры исследуемого СВЭМ — в табл. 3.

Расхождение разработанных моделей и экспериментальных данных не превышает 5...7 %, что показывает достаточную точность используемых моделей и, следовательно, адекватность созданного проекта СВЭМ с частотой вращения 1,2 млн об/мин и алгоритма многодисциплинарного проектирования СВЭМ. Необходимо отметить, что напряжение СВЭМ в процессе эксплуатации снижается под действием температуры, а модель Ansys Maxwell этого не учитывает, что приводит к увеличению погрешности модели во времени. Поэтому важно при проектировании СВЭМ пересчитывать электромагнитные характеристики после тепловых расчетов.

Так как датчик температуры был установлен в обмотке СВЭМ, температура постоянных магнитов ротора не измерялась, но об изменении температуры ПМ ротора можно судить по снижению напряжения, так как оно прямо пропорционально свойствам постоянных магнитов. При этом зависимость действующего тока при экспериментальных исследованиях имеет пики и носит нелинейный характер, в отличие от данных моделирования. Это обусловлено коммутацией транзисторов.

Таблица 3
Table 3
Характеристики исследуемого СВЭМ с частотой вращения 500 000 мин⁻¹
Parameters of the UHSEM studied at the rotational speed of 500 000 rpm

Параметр Parameter	Эксперимент Experiment	Расчет Calculation
Мощность, Вт Power, W	100	
Частота вращения ротора, об/мин Rotor rotational speed, rpm	500 000	
Тип магнита Type of magnet	Sm ₂ Co ₁₇ , H = 765 кА/м, B _r = 1,06 Тл	
Момент инерции ротора, кг · м ² Rotor inertia moment, kg · m ²	1,95 · 10 ⁻⁸	
Аэродинамические потери, Вт Aerodynamic losses, W	8	8,2
Температура ротора, °С Rotor temperature, °C	50	53
Омические потери в обмотке, Вт Ohmic losses in winding, W	8	7,8
Потери в сердечнике статора, Вт Losses in stator core, W	1,6	1,67

Таким образом, экспериментальные исследования подтвердили представленные выше теоретические рассуждения и позволяют рекомендовать предложенную методику и проект к использованию. А также показана возможность создания СВЭМ с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин.

Выбор подшипниковых опор

Главной проблемой, которая не позволила создать демонстрационный макет СВЭМ с частотой вращения 1,2 млн об/мин и заставила верифицировать модели на частоте 500 000 об/мин, являются подшипниковые опоры. Ниже приведены различные типы подшипниковых опор, которые могут применяться в СВЭМ.

Механические подшипники — наиболее простой вариант, предел частоты вращения при малом сроке жизни достигает 1,1 млн об/мин. Основными их преимуществами являются малые размеры, высокая жесткость и надежность при ограниченном времени эксплуатации. Недостатками — потери на трение, что может значительно снизить КПД СВЭМ.

Газодинамические подшипники достигают частот вращения до 600 000 об/мин, имеют низкие потери на трение, которые определяются так же, как аэродинамические потери ротора, и не требуют системы управления. Однако до достижения частоты всплывтия эксплуатируются с высокими потерями на трение. Наибольшая достигнутая частота вращения 1 203 000 об/мин [14], поэтому эти подшипники рассматриваются как основной вариант для проекта СВЭМ, но на данный момент они недоступны в продаже.

Магнитные подшипники (активные магнитные подвесы или гибридные магнитные подшипники) имеют высокие характеристики жесткости и широкие перспективы применения в высокооборотных электрических машинах, но сложность их системы управления, для функционирования которой необходимы микродатчики, а также габаритные размеры ограничивают их применение в СВЭМ на данном этапе. В то же время развитие бездатчиковых способов управления, а также создание новых конструктивных схем магнитных подшипников в будущем может сделать их конкурентным решением с газодинамическими подшипниками.

Результаты и выводы

В статье представлен междисциплинарный алгоритм проектирования СВЭМ, создан проект СВЭМ с частотой вращения ротора 1,2 млн об/мин и мощностью 123 Вт с КПД 80 %: выполнены взаимосвязанные механические, тепловые и электромагнитные расчеты, определен тип подшипниковых опор, основные конструктивные материалы и

выявлено дальнейшее направление исследований. Созданные модели и алгоритм были верифицированы экспериментально. Различие результатов компьютерного моделирования и экспериментальных данных не превышает 5...7 %.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект 17-79-20027 — теоретическая часть). Экспериментальные исследования выполнены на установке, полученной по проекту НШ-6858.2016.8.

Список литературы

1. Isomura K., Murayama M., Teramoto S., Hikichi K., Endo Y., Togo S., Tanaka S. Experimental Verification of the Feasibility of a 100W Class Micro-scale Gas Turbine at an Impeller Diameter of 10 mm // J. Micromech. Microeng. 2000. N. 16. P. 254—261.
2. Park C. H., Choi S. K., Ham S. Y. Design and experiment of 400,000 rpm high speed rotor and bearings for 500W class micro gas turbine generator // International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS). Daejeon, 2011. P. 1—4.
3. Borisavljevic A. Limits, Modeling and Design of High-Speed Permanent Magnet Machines. Wormann Print Service. Zutphen, the Netherlands, 2011, 209 p.
4. Zwyssig C., Kolar J. W., Round S. D. Mega-Speed Drive Systems: Pushing Beyond 1 Million RPM // Mechatronics, IEEE/ASME Transactions on, 2009. Vol. 14, N. 5. P. 564—574.
5. Zwyssig C., Round S. D., Kolar J. W. An ultra-high-speed, low power electrical drive system // IEEE Transactions on Industrial Electronics, 2008. Vol. 55, N. 2. P. 577—585.
6. Krähenbühl D., Zwyssig C., Weser H., Kolar J. W. A miniature 500000-r/min electrically driven turbocompressor // IEEE Transactions on Industry Applications, 2010. Vol. 46, N. 6. P. 2459—2466.
7. Uzhegov N., Kurvinen E., Nerg J., Sopanen J. T., Shiriinskii S. Multidisciplinary Design Process of a 6-Slot 2-Pole High-Speed Permanent-Magnet Synchronous Machine // IEEE Transactions On Industrial Electronics, 2016. Vol. 63, N. 2. P. 784—795.
8. Ismagilov F. R., Khayrullin I., Vavilov V., Yakupov A. M. Method of Designing High-Speed Generators for the Biogas Plant // International Journal of Renewable Energy Research, 2016. Vol. 6, N. 2. P. 447—454.
9. Co Huynh, Liping Zheng, Dipiyoti Acharya. Losses in High Speed Permanent Magnet Machines Used in Microturbine Applications // J. of Engineering for Gas Turbines and Power, 2009. Vol. 131, N. 2. P. 1—6.
10. Ismagilov F., Khairullin I., Vavilov V., Karimov R., Gorbunov A. Features of designing high-rpm electromechanical energy converters operating in short-term mode with high-coercivity permanent magnets // International Review of Electrical Engineering, 2016. Vol. 11, N. 1. P. 28—35.
11. Ferrites and accessories. SIFERRIT material N87. URL: <https://en.tdk.eu/download/528882/6a0da25e2745be5c13b587b3d4a8de48/pdf-n87.pdf>.
12. Tüysüz A., Steichen M., Zwyssig C., Kolar J. W. Advanced cooling concepts for ultra-high-speed machines // 9th International Conference on Power Electronics and ECCE Asia (ICPE-ECCE Asia), 2015. P. 2194—2202.
13. Zhang Tao, Ye Xiaoting, Zhang Huiping, Jia Hongyun. Strength Design on Permanent Magnet Rotor in High Speed Motor Using Finite Element Method // Telkomnika Indonesian Journal of Electrical Engineering, 2014. Vol. 12, N. 3. P. 1758—1763.
14. Ultra-high-speed set-up. URL: http://www.power-mems.be/Pen_setup.html.

F. R. Ismagilov, D. Sc. Head of Department of Electromechanics, Professor, s2_88@mail.ru,
V. E. Vavilov, Ph. D., Senior Lecturer of Department of Electromechanics, s2_88@mail.ru,
V. I. Bekuzin, Graduate Student, engineer of Department of Electromechanics, tiobaldo1@rambler.ru,
V. V. Ayguzina, Engineer of Department of Electromechanics, vtipy@mail.ru,
Ufa State Aviation Technical University, Ufa, 450077, Russian Federation

Corresponding author:

Ayguzina Valentina V., Engineer of Department of Electromechanics, Ufa State Aviation Technical University, Ufa, 450077, Russian Federation, e-mail: vtipy@mail.ru

Design of Ultra-High-Speed Electrical Micromachines with a Rotational Speed of 1.2 Million rpm

Received on May 10, 2017

Accepted on May 26, 2017

Paper is devoted to the development of ultra-high-speed electrical machines. An algorithm for ultra-high-speed electrical micromachine multidisciplinary design is presented. An ultra-high-speed electrical micromachine with the power of 123 W and rotational speed of 1.2 million rpm is designed. The interrelated mechanical, thermal, and electromagnetic calculations are carried out. A bearing assembly type and main structural materials are selected. The direction of further research is determined. The created models and the algorithm built were tested experimentally. The obtained results can be used in medicine, robotics, and machine-tool building.

Keywords: ultra-high-speed electrical machine, multidisciplinary design algorithm, permanent magnet, slotless stator design

For citation:

Ismagilov F. R., Vavilov V. E., Bekuzin V. I., Ayguzina V. V. Design of Ultra-High-Speed Electrical Micromachines with a Rotational Speed of 1.2 Million rpm, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 10, pp. 614–625.

DOI: 10.17587/nmst.19.614-625

Introduction

Development of high-tech industries such as medicine, robotics, and machine-tool building demand for new ultra-high-speed electrical machines (UHSEMs). As a rule, the rotation speed of a modern UHSEM's rotor makes 200 000 to 1 000 000 rpm and the power is up to 1 kW, their specific performance laying within the range of 0.2 to 0.25 kg/W; the rotor structure is usually based on permanent magnets [1–3]. The demands of UHSEM users, though, imply power enhancement with a simultaneous decrease in mass and dimensions. In particular, for medical equipment, it is necessary that UHSEM be developed for the use in blood pumping systems, implantable devices, and various medical tools (including dental ones). Machine-tool building industry already requires UHSEMs with the rotational speed of 1.1 to 1.2 mln rpm [4]. Maximum speed of an UHSEM rotor, though, does not exceed 1 mln rpm [4–7].

The main idea and the goal of the present paper are research on and development of an UHSEM with the rotor speed of 1.2 mln rpm. To achieve the result, it was essential to build a multidisciplinary calculation algorithm for the target UHSEM. In the course of the UHSEM design, it was necessary to perform the joint analysis of thermal, mechanical, and electromagnetic processes, taking into account the rotor's dynamics. Procedures for an UHSEM calculation were reported

in [4–7], but no general UHSEM calculation algorithm was available. Multidisciplinary design algorithms are known for high-speed electrical machines with the rotation speed of 48 000 to 120 000 rpm and the power more than 10 kW [8–10]. The results of these works, though, were useless, since it was necessary to build a rotor with the rotational speed and power ten-fold as high.

Goals of the work: a) to build an algorithm for UHSEM multidisciplinary design and creation of UHSEM project based thereon; b) to solve problems related to the determination of UHSEM rotor losses (due to the permanent magnets and a shroud).

All models developed are tested experimentally at the speed of 500 000 rpm in the motor mode of UHSEM operation.

Procedure of UHSEM main geometric dimensions calculation

At a hypervelocity rotor speed, the first-priority task for UHSEM dimensions determination is achievement of the target UHSEM efficiency, taking into account aerodynamic losses and mechanical strength, since at a speed over 500 000 rpm these very parameters are determining for the whole design map and geometric dimensions of the UHSEM [9, 10]. The offered UHSEM multidisciplinary design algorithm is presented in the Fig. 1. As it is obvious from the Fig. 1, the admissible rotor diameter and its length are determined from the

aerodynamic losses, that is, the geometric dimensions are determined, which provide for UHSEM efficiency not less than 80 %. Then the mechanical strength corresponding to the determined diameter is tested, electromagnetic and thermal models are built, rotor dynamics is estimated and UHSEM's bearing assemblies are selected. This procedure makes possible the *ab initio* design of high efficiency UHSEMs, taking into account almost all processes taking place in the UHSEM on the computational stage, this minimizing expenditures for creation and improvement of a prototype.

On the basis of the offered algorithm, a project is developed on an UHSEM with the power of 300 W and rotor velocity of 1.2 mln rpm (Fig. 2). The stator of the UHSEM is slotless, with a toroidal winding; the rotor is implemented as a solid cylindrical magnet pressed in a titanium shroud.

Aerodynamic losses calculation

As a first step, it is necessary to determine the initial range of the geometric dimensions of the UHSEM's active part. To estimate the aerodynamic losses (P_{air}) and determine the diameter of an UHSEM rotor with the velocity of 1.2 mln rpm, it is reasonable to use the expressions obtained in [11]:

$$P_{air} = \frac{c_f \pi \rho_{air} \Omega^3 D_b^4 l}{16}, \quad (1)$$

where $c_f = 0,006$ is the coefficient of friction between the rotor and environment; ρ_{air} is air density; D_b is the rotor shroud diameter; Ω is rotor velocity (rad/s); l is the length of the distance, on which the losses are determined.

Aerodynamic losses dependence on the UHSEM rotor diameter at various rotational speeds is presented in the Fig. 3 (see the 4-th side of cover). As one can observe, realization of UHSEM of the power less than 40 W and rotor speed of 1.2 mln rpm is not practical, since achievement of 50 % efficiency is impossible whatever rotor diameter. The obtained plots were analyzed and preliminary UHSEM geometric dimensions were selected, for which the aerodynamic losses at the speed of 1.2 mln rpm would make 30 W.

UHSEM rotor mechanical strength calculation

Mechanical calculations of the rotor are realized by analytical methods with subsequent verification by the finite element method.

At first, the preliminary thickness of UHSEM rotor shroud is determined:

$$b = \frac{\Omega^2 \rho_1 (r_1 + r_2) D^2}{16 \sigma_M} k_\sigma, \quad (2)$$

where σ_M is the yield stress of the shroud material; D is the external diameter of the permanent magnets; k_σ is UHSEM rotor shroud safety factor assumed within the range from 1.2 to 1.5; $r_1 = D_b/2$ — is shroud radius; $r_2 = D/2$ is permanent magnets' radius.

Main conditions for the shroud calculation are that stresses in the containment not exceed the yield stress level of the material and that the shroud provide pressure, which would force the magnets [12]:

$$\begin{cases} p_N = p_p + p_t - p_z > 0; \\ k_\sigma (\sigma_p + \sigma_t + \sigma_z) < \sigma_M, \end{cases} \quad (3)$$

where p_N is the residual shroud pressure onto the permanent magnets; ρ_p and σ_p , respectively, are pressure and mechanical stress generated by the shroud preload; ρ_t and σ_t , respectively, are pressure and mechanical stress generated by rotor thermal expansion and by the magnets; ρ_z and σ_z , respectively, are pressure and mechanical stress generated by centrifugal forces.

Pressure and mechanical stress generated by the preload are determined with the following expressions:

$$\begin{cases} \sigma_p = \frac{2\Delta D_b E_b}{D}; \\ p_p = \sigma_p \left[\frac{r_1^2}{r_1^2 - r_2^2} \left(1 + \frac{r_2^2}{r_3^2} \right) \right]^{-1}, \end{cases} \quad (4)$$

where ΔD_b is rotor shroud preload; $r_3 = D_m/2$ is the average magnet radius; E_b is modulus of elasticity.

Pressure and mechanical stress generated by rotor thermal expansion are calculated according the following formulae:

$$\begin{cases} \sigma_t = \frac{2\Delta D_T E_b}{D}; \\ p_t = \sigma_t \frac{b}{R_b}, \end{cases} \quad (5)$$

where $\Delta D_T = \alpha_{Bt} D (T_2 - T_1)$ is linear expansion of the permanent magnets under the effect of temperature; α_{Bt} is expansion coefficient of the permanent magnets; T_2 and T_1 , respectively, are permanent magnet temperature in the beginning of UHSEM operation and the steady-state temperature.

Pressure and mechanical stress generated by the centrifugal forces:

$$\begin{cases} \sigma_z = \Omega^2 r_3^2 \rho_b^2; \\ p_z = \rho_b \Omega^2 r_3 b, \end{cases} \quad (6)$$

where ρ_b — is shroud material density.

After calculation of pressure and mechanical stresses in the shroud, its mechanical strength is proved under the equation (6). To estimate the adequacy of the obtained results, the rotor mechanics is calculated by the finite element method. Thus, the combination of mechanical and aerodynamic calculations provided the possibility to determine the geometrical dimensions of the rotor. Based on the calculated geometrical dimensions, UHSEM electromagnetic calculation and determination of electromagnetic losses were realized.

Electromagnetic calculation of UHSEM and determination of losses

Electromagnetic calculations were realized using *Ansys Maxwell* software package. On this design stage, active UHSEM materials are selected, magnetic field in the active UHSEM materials is calculated, and electromagnetic losses in UHSEM are determined. All calculations mentioned in this section were carried out in the dynamic conditions.

Selection of rotor permanent magnets. Rotor permanent magnets (PMs) ensure the necessary characteristics of UHSEM. PM selection is described thoroughly enough in [4–7]; basing on these works, $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ was selected as the magnet material, since its working temperature is high enough (up to 250 °C) and it provides for good energy performances ($H = 850$ kA/m, $B_r = 1.08$ T). In a preliminary electromagnetic calculation, the thermal characteristics of $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ at 20 °C were considered, but after the thermal calculations, the necessary corrections were introduced into the model.

Selection of stator's magnetic conductor material. Taking into account high magnetization reversal rates, the amorphous iron Metglas Alloy 2605SA1 is ordinary used for the stator core to reduce losses. The material, though, has a number of drawbacks such as low core filling factor (maximum 0.85) and low mechanical strength.

Another possible way of UHSEM stator's magnetic conductor implementation is the use of ferrite rings. Their substantial disadvantage, though, is low saturation induction. In our case, the induction in stator's magnetic conductor does not exceed 0.3 T because of large air gaps. For this reason, Epcos N78 ferrite rings were chosen instead of the amorphous iron. Comparison of the materials' properties (see *Table 1*) shows that the specific losses in Epcos N78 are 3 times smaller than in Metglas Alloy 2605SA1. And since the density of Epcos N78 is lower than that of Metglas Alloy 2605SA1 by the factor of 1.48, the actual losses in Epcos N78 core are 4.5 times lower than those in the core made of Metglas Alloy 2605SA1. Low Curie temperature of the ferrite rings should also be taken into account at UHSEM design.

Selection of stator conductors. Because of high voltage frequency (20 kHz) in the winding conductors of

the designed UHSEM, besides the Ohmic losses ($P_{\text{om}} = mI^2R$), there are also losses generated by eddy currents in the winding. Therefore they usually use high-frequency RF cable in UHSEMs.

When choosing the conductor diameter and calculating eddy-current losses in the conductors, the set of Maxwell's equations should be used to describe the magnetic field inside a conductor:

$$\text{rot} H = 4\pi j; \quad j = \sigma E; \quad \text{div} B = 0; \quad \text{rot} E = -\frac{\partial B}{\partial t}, \quad (7)$$

where H is magnetic field vector; B is magnetic induction vector; j is current density vector; σ — is conductor material's electric conduction.

Equation (7) implies that the correlation between the current and the field is local and current density at a certain point of a conductor is determined by the strength of the magnetic field at that point, i.e., that the conductor diameter is much smaller than the depth of the field penetration. For this reason, the depth of magnetic field penetration into a core is usually determined, and after that, the conductor's diameter is supposed to be 2- to 4-times smaller than the depth of the field penetration. Further, the eddy-current losses are determined for the chosen conductor wire diameter and the latter is corrected if necessary. Field penetration depth follows from the equation (7):

$$\delta_p = \sqrt{\frac{2}{\pi f \mu \sigma}}, \quad (8)$$

where δ_p is field penetration depth; f is current frequency; μ — is the permeability of conductor material.

Eddy-current losses in UHSEM conductors are determined with the equation below [11]:

$$P_{\text{eddy}} = \frac{H^2 l \pi^3 \sigma \mu_0 f^2 d_s^4}{4}, \quad (9)$$

where d_s is conductor diameter; l is conductor length; μ_0 — is the vacuum permeability.

As the result of the calculations, the magnetic field penetration depth at the frequency of 20 kHz and the minimal wire diameter admissible under the condition of magnetic field locality, were found to make 0.46 mm and 0.15 mm, respectively. The equation (9) is used for calculation of eddy-current losses in the conductor, depending on the conductor diameter, and for the determination of the conductor diameter that would ensure minimization of the losses.

Electromagnetic calculation. To build an UHSEM model and calculate it by the finite element method, it is necessary to become completely clear with the geometry of stator, as well as with that of the air gap, under the condition of fixed current density and -conductor cross-section area. On the stage of thermal calculation, a cooling system was selected that was capable

of assuring the assigned current density. UHSEM voltage was not specified in a draft proposal, so the determination of the optimum voltage value and the number of winds was based on electromagnetic calculations.

The main parameters of the UHSEM:

Power P	138 V · A
Rotor rotational speed	1... 200 000 rpm
Phase voltage	16.1 V
Phase current	4 A
Type of magnet	Sm ₂ Co ₁₇ ($H = 850$ kA/m, $B_r = 1.08$ T)
Stator core material	Epcos N78
Magnetic induction in the air gap	0.114 T

Electromagnetic losses. Next step is the determination of losses in the active elements of a UHSEM with the power of 138 W and rotor rotational speed of 1.2 mln rpm. The results of the calculation are presented in the Table 2.

So, electromagnetic calculation of the UHSEM is carried out and its geometrical characteristics are obtained.

Selection of a cooling system and thermal calculation of UHSEM

Next stage of the development of an UHSEM with the rotational speed of 1.2 mln rpm is selection of a cooling system and thermal design. As it is shown in the Table 3, in UHSEM, the major part of the losses is related with the rotary system (aerodynamic losses), which cooling is a rather difficult task. The main goal of the present work is to secure the removal of heat from the rotor. Annular clearance is considered the most efficient for that purpose [13]. The clearance is usually realized using plastic materials with extremely low heat conductance. As a consequence, in our design, a combined cooling system is used, where the winding is situated 0.3 to 0.5 mm higher than the rotor and serves as a radiator for heat rejection from the rotor. The winding itself is cooled over its external surface with a liquid (Fig. 4), which ensures the efficient cooling of UHSEM's rotor. The use of the toroidal winding leads to the maximum fill factor.

To estimate the efficiency of the offered cooling system, a computer simulation was executed that showed the maximal temperature of the permanent magnets not to exceed 70 °C and that of the titanium shroud and winding not to exceed 77 and 64 °C, respectively. In our simulation, water was assumed to have the initial temperature of 20 °C and the rate of inflow into the cooling channels to be 16 g/s.

Basing on the temperature values obtained, the additional mechanical loads generated by thermal expansion of the materials are calculated: $\sigma_t = 67.2$ MPa and $p_t = 23.17$ MPa. Mechanical strength safety factor makes 20 %, which refers to the mechanical strength

reserve of 100 MPa. That means that neither thermal expansion, nor mechanical loading might lead to the rotor shroud destruction. At permanent magnets' temperature increase by 50 °C, their residual induction and the coercive force will decrease to 1.06 T and 765 kA/m, respectively.

Results of calculation conducted using the built model with the above permanent magnets' characteristics are reported below:

Power, V · A	123
Rotor rotational speed, rpm	1 200 000
Phase voltage, V	14.37
Phase current, A	4
Type of magnet	Sm ₂ Co ₁₇ , $H = 765$ kA/m, $B_r = 1.06$ T
Stator core material	Epcos N78
Magnetic induction in the air gap, T	0.101

Thus, thermal design of the UHSEM is realized and mechanical and electromagnetic calculations are corrected basing on the thermal design results. Also, the type of a cooling system for an UHSEV with the rotor rotational speed of 1.2 mln rpm is substantiated.

The developed procedure was used as the basis of a design study on UHSEM with the power of 123 W and rotor rotational speed of 1.2 mln rpm.

Experimental verification of the electromagnetic model

To estimate the efficiency of the developed models and calculation algorithm, an UHSEM designed following the offered algorithm was tested in the electric-motor mode at the rotational speed of 500 000 rpm (since no bearings for 1.2 mln rpm were available) and power of 100 W. The cooling was realized by means of self-ventilation. In the Fig. 5, the results of experimental study are presented and compared to those of modeling; the parameters of the UHSEM under study were the ones shown in the Table 3.

The discrepancy between the developed models' data and the experimental ones do not exceed 5...7 %, which proves the sufficient accuracy of the models and, consequently, the adequacy of the design of an UHSEM with the rotational speed of 1.2 mln rpm, as well as the efficiency of the algorithm offered for the multidisciplinary design of UHSEMs. It should be mentioned that UHSEM stress decreases on-stream under the effect of temperature. This fact is not taken into account in the *Ansys Maxwell* model, this resulting in an increase in the model's error with time. For this reason, it is important to correct the electromagnetic parameters of the designed UHSEM after the thermal design execution.

Since a temperature sensor was located in UHSEM winding, the temperature of rotor's permanent magnets was not measured, but changes in rotor's permanent magnets' temperature changes can be tracked by a de-

crease in voltage, since it is proportional to the properties of the permanent magnets. Unlike the data obtained by modeling, RMS current dependence in experiment shows peaks and is nonlinear. This is due to the transistor switching.

So, the experimental studies have proved the above theoretical considerations, and make the offered procedure and design deserving a recommendation for the use in practice. Also, the feasibility of an UHSEM with the rotor rotational speed of 1.2 mln rpm is proved.

Selection of bearing assemblies

Main problem that made impossible creation of a demonstration model of an UHSEM with the rotor rotational speed of 1.2 mln rpm and has forced us to verify the models experimentally at the rotational speed of 500 000 rpm lay in bearing assemblies. Different types of the assemblies that can be used in UHSEMs are listed below.

Mechanical bearings are the simplest choice; service life being short, the top speed capability reaches 1.1 mln rpm. The main advantages are the small size, high stiffness and reliability within a limited operating period. The drawbacks are friction losses that can considerably decrease the efficiency of the UHSEM.

Aerodynamic gas bearings may reach the rotational speed of 600 000 rpm, have low friction losses determined in the same way as the rotor aerodynamic losses, and do not require a control system. However, before the ascent frequency is reached, the friction losses are rather high. Maximum rotational speed that has been achieved so far is 1 203 000 rpm [14], which makes bearings of this type considered the basic version in UHSEM design, but they are not available off the shelf.

Magnetic bearings (active magnetic suspensions or hybrid magnetic bearings) possess high stiffness and wide prospects for application in high-speed electrical machines, but the complexity of the control system, which operation requires microsensors, and also their dimensions restrict their application in UHSEMs. At the same time, the development of sensorless control techniques and magnetic bearings of new structures may make magnetic bearings a solution competing with the aerodynamic gas bearings.

Results and conclusions

Algorithm for UHSEM multidisciplinary design is presented; the design of UHSEM with the rotational speed of 1.2 mln rpm, power 123 W, and 80 % efficiency is developed. Interrelated mechanical, thermal, and electromagnetic calculations are executed, the type of bearing assemblies and the main structural materials are determined; further direction of the research is ascertained. The algorithm and the models built are verified experimentally. The discrepancy between the

computer simulation results and experimental data does not exceed 5 to 7 %.

The work was executed with financial support from the Russian Science Foundation (Project 17-79-20027 — theoretical part). Experimental studies are executed on the equipment received under the project NSh-6858.2016.8.

References

1. Isomura K., Murayama M., Teramoto S., Hikichi K., Endo Y., Togo S., Tanaka S. Experimental Verification of the Feasibility of a 100W Class Micro-scale Gas Turbine at an Impeller Diameter of 10 mm, *J. Micromech. Microeng.*, 2000, no. 16, pp. 254—261.
2. Park C. H., Choi S. K., Ham S. Y. Design and experiment of 400,000 rpm high speed rotor and bearings for 500W class micro gas turbine generator, *International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications* (PowerMEMS). Daejeon, 2011, pp. 1—4.
3. Borisavljevic A. *Limits, Modeling and Design of High-Speed Permanent Magnet Machines*. Wormann Print Service. Zutphen, the Netherlands, 2011, 209 p.
4. Zwyssig C., Kolar J. W., Round S. D. Mega-Speed Drive Systems: Pushing Beyond 1 Million RPM, *Mechatronics, IEEE/ASME Transactions on*, 2009, vol. 14, no. 5, pp. 564—574.
5. Zwyssig C., Round S. D., Kolar J. W. An ultra-high-speed, low power electrical drive system, *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 2008, vol. 55, no. 2, pp. 577—585.
6. Krähenbühl D., Zwyssig C., Weser H., Kolar J. W. A miniature 500000-r/min electrically driven turbocompressor // *IEEE Transactions on Industry Applications*, 2010, vol. 46, no. 6, pp. 2459—2466.
7. Uzhegov N., Kurvinen E., Nerg J., Sopanen J. T., Shirinskii S. Multidisciplinary Design Process of a 6-Slot 2-Pole High-Speed Permanent-Magnet Synchronous Machine, *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 2016, vol. 63, no. 2, pp. 784—795.
8. Ismagilov F. R., Khayrullin I., Vavilov V., Yakupov A. M. Method of Designing High-Speed Generators for the Biogas Plant, *International Journal of Renewable Energy Research*, 2016, vol. 6, no. 2, pp. 447—454.
9. Co Huynh, Liping Zheng, Dipjyoti Acharya. Losses in High Speed Permanent Magnet Machines Used in Microturbine Applications, *J. of Engineering for Gas Turbines and Power*, 2009, vol. 131, no. 2, pp. 1—6.
10. Ismagilov F., Khairullin I., Vavilov V., Karimov R., Gorbunov A. Features of designing high-rpm electromechanical energy converters operating in short-term mode with high-coercivity permanent magnets, *International Review of Electrical Engineering*, 2016, vol. 11, no. 1, pp. 28—35.
11. Ferrites and accessories. SIFERRIT material N87. URL: <https://en.tdk.eu/download/528882/6a0da25e2745be5c13b587b3d4a8de48/pdf-n87.pdf>.
12. Tüysüz A., Steichen M., Zwyssig C., Kolar J. W. Advanced cooling concepts for ultra-high-speed machines, *9th International Conference on Power Electronics and ECCE Asia* (ICPE-ECCE Asia), 2015, pp. 2194—2202.
13. Zhang Tao, Ye Xiaoting, Zhang Huiping, Jia Hongyun. Strength Design on Permanent Magnet Rotor in High Speed Motor Using Finite Element Method, *Telkomnika Indonesian Journal of Electrical Engineering*, 2014, vol. 12, no. 3, pp. 1758—1763.
14. Ultra-high-speed set-up. URL: http://www.power-mems.be/Pen_setup.html.

А. А. Баранов¹, аспирант, инженер, e-mail: alexsoft17@mail.ru, **С. А. Жукова**¹, канд. техн. наук, нач. комплекса, **Д. Ю. Обижаев**¹, канд. техн. наук, нач. отдела, **В. Е. Турков**¹, канд. физ.-мат. наук, нач. центра, **А. А. Заруцкий**³, вед. инженер, **С. А. Гудошников**^{2,3}, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр.

¹ Государственный научный центр Российской Федерации федеральное государственное унитарное предприятие "Центральный научно-исследовательский институт химии и механики", г. Москва

² Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", г. Москва

³ Учреждение Российской академии наук Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н. В. Пушкова РАН, г. Москва, г. Троицк

МАГНИТОИМПЕДАНСНЫЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ ЭЛЕМЕНТ НА ОСНОВЕ АМОРФНОГО ФЕРРОМАГНИТНОГО МИКРОПРОВОДА И ТОНКОПЛЕНОЧНОЙ КАТУШКИ

Поступила в редакцию 04.04.2017

Приведены конструкция и основные характеристики миниатюрного чувствительного элемента магнитометра, функционирующего на эффекте гигантского магнитного импеданса. Чувствительный элемент, объединяющий на одной кремниевой подложке аморфный ферромагнитный микропровод, тонкопленочную приемную катушку и контактные структуры, был изготовлен с использованием МЭМС-технологии. Показано, что разработанный датчик позволяет регистрировать магнитные поля амплитудой 1 нТл на частоте 1 Гц с высоким отношением сигнал/шум.

Ключевые слова: гигантский магнитный импеданс, МЭМС, датчик магнитного поля

Введение

Задача разработки и создания миниатюрных высокочувствительных магнитометров для измерения компонент вектора магнитного поля является весьма актуальной и востребованной. Интерес к таким магнитометрам связан с их использованием при создании навигационных блоков беспилотных летательных аппаратов, систем ориентации и стабилизации нано- и микрокосмических аппаратов [1, 2]. Основными требованиями при разработке магнитометров для указанных применений является достижение максимальной чувствительности по магнитному полю, повторяемости параметров при снижении массогабаритных характеристик и энергопотребления. В последнее время заметно увеличились разработки по созданию магнитометров, в которых чувствительный элемент функционирует на основе эффекта гигантского магнитного импеданса (ГМИ) [3, 4]. Это обусловлено весьма высоким (более 500 %) изменением ГМИ-эффекта (ГМИ эффект заключается в относительном изме-

нении импеданса чувствительного элемента во внешнем магнитном поле). Столь высокие значения изменения импеданса характерны для аморфных ферромагнитных микропроводов на основе сплавов типа Co—Fe—Si—B в стеклянной оболочке, изготавливаемых методом Тейлора — Улитовского [5].

Относительно недавно появились сообщения о том, что разработаны лабораторные макеты ГМИ-магнитометров с магнитной чувствительностью порядка единиц пТл (~3 пТл) на частоте 1 Гц [6, 7]. Разработанные макеты были предназначены для проведения биомедицинских исследований и использования при регистрации магнитных сигналов образцов гладких мышц и магнитокардиограммы человека. Фактически, в данных работах продемонстрирована принципиальная возможность приблизить по порядку величины магнитную чувствительность ГМИ магнитометров к магнитометрам на основе СКВИДов (сверхпроводящий квантовый интерференционный датчик), являющихся в настоящее время самыми чувствительными прибора-

ми для измерения слабых низкочастотных магнитных полей.

Возможности современных технологий и требования миниатюризации стимулируют создание малогабаритных ГМИ-магнитометров, в которых и миниатюрный чувствительный элемент (ЧЭ) и регистрирующая электронная подсистема будут изготавливаться в интегральном исполнении. Создание миниатюрного ЧЭ, совмещающего в себе микропровод цилиндрической формы с приемными элементами, выполненными по технологии поверхностной микрообработки, является отдельной научно-технической задачей, требующей проведения специальных научно-технологических исследований.

Цель настоящей работы — исследование возможности создания миниатюрного ЧЭ, объединяющего аморфный ферромагнитный микропровод в стеклянной оболочке с приемной тонкопленочной катушкой и исследование его характеристик.

Конструкция миниатюрного ЧЭ

При создании ЧЭ важными вопросами являются выбор аморфного ферромагнитного микропровода (АФМ), обеспечение надежных электрических контактов к концам АФМ и формирование многovitковой тонкопленочной приемной катушки.

Основой ЧЭ являлся АФМ состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в стеклянной оболочке, изготовленный по технологии Улитовского—Тейлора. Используемый АФМ имел диаметр металлической жилы $d = 14,6$ мкм и полный диаметр $D = 18,5$ мкм.

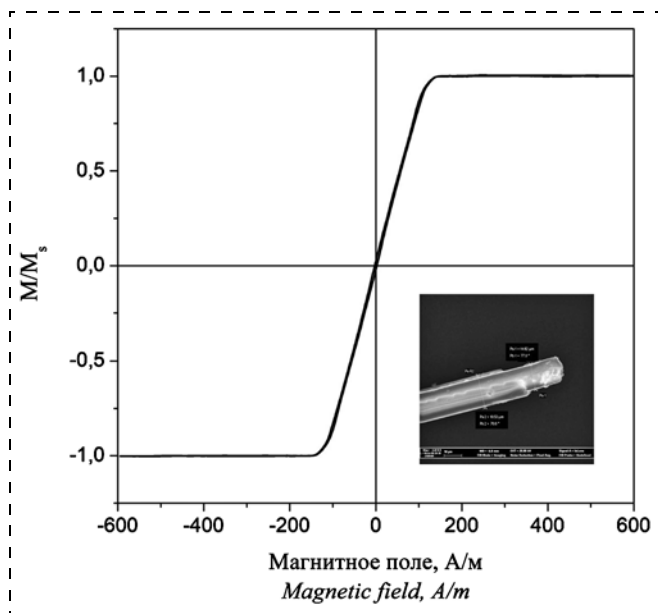


Рис. 1. Динамическая петля гистерезиса АФМ, используемого в ЧЭ. На вставке представлена микрофотография конца АФМ с удаленной стеклянной оболочкой

Fig. 1. Dynamic hysteresis loop of AFM used in SE. The insert presents a micro-photo of an end of AFM with a removed glass coating

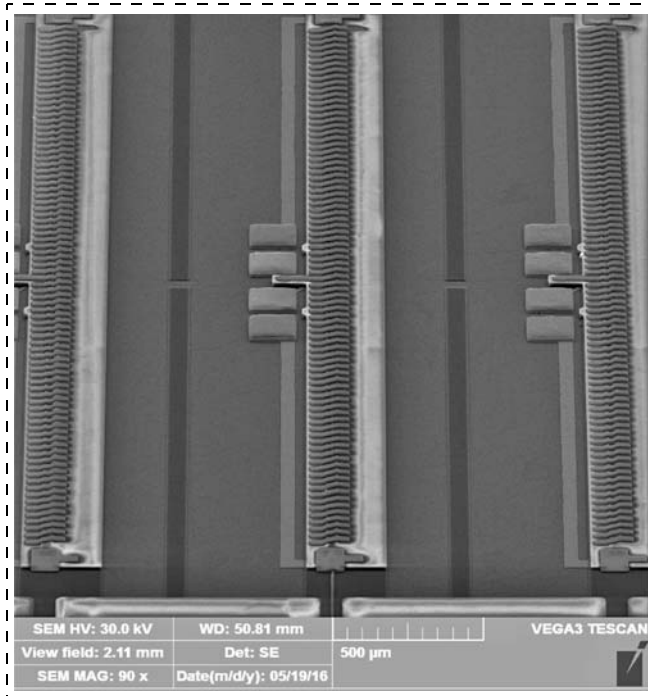


Рис. 2. Фотография миниатюрного ЧЭ ГМИ магнитометра

Fig. 2. Photo of a miniature SE GMI of magnetometer

Предварительно, перед изготовлением ЧЭ проводили контроль динамических петель гистерезиса АФМ, в ходе которого отбирали отрезки АФМ с линейной петлей гистерезиса, невысоким полем анизотропии ($H = 100...160$ А/м) и малой коэрцитивной силой. На рис. 1 в качестве примера приведена характерная динамическая петля гистерезиса АФМ, используемого в ЧЭ.

Формирование электрических контактов на концах АФМ осуществлялось за счет травления части стеклянной оболочки в плавиковой кислоте. Электронная микрофотография одного из концов АФМ с протравленной стеклянной оболочкой приведена на вставке рис. 1.

Миниатюрные ЧЭ изготавливали на кремниевой подложке с диэлектрическим слоем по технологии МЭМС, включающей фотолитографию с использованием негативных толстопленочных фоторезистов [8]. Отдельный ЧЭ имел размер $4,5 \times 0,9$ мм. Конструктивно ЧЭ представлял собой отрезок АФМ длиной 4,3 мм, расположенный внутри сформированной электрохимическим осаждением меди приемной катушки (85 витков). Электрические выводы, подведенные к концам микропровода и приемной катушки, заканчивались контактными площадками размером $0,5 \times 0,2$ мм, расположенными в центральной части ЧЭ. Внешний вид чувствительного элемента представлен на рис. 2.

Характеристики миниатюрного ЧЭ

Для исследований характеристик миниатюрных ЧЭ каждый образец изготовленного ЧЭ фиксируют

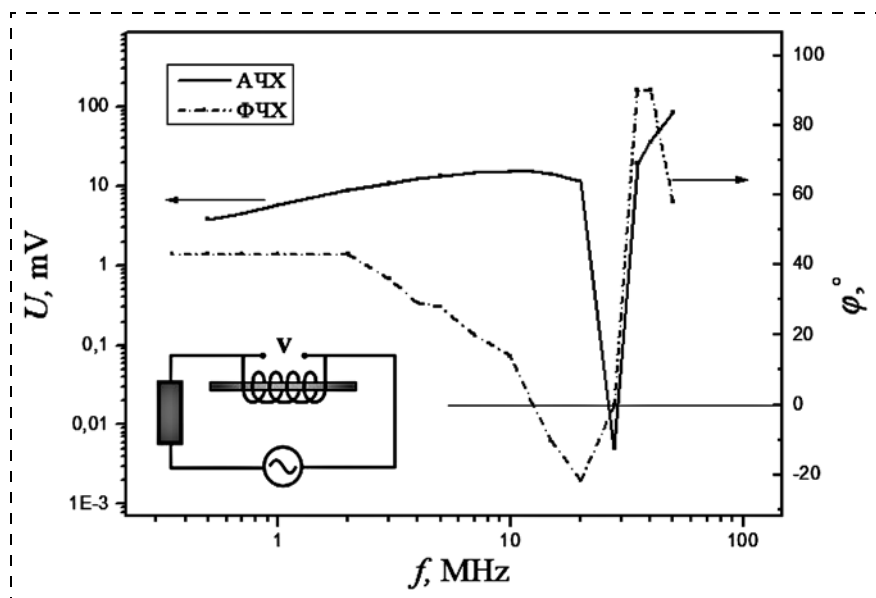


Рис. 3. Частотные характеристики приемной катушки. Левая шкала соответствует АЧХ (сплошная кривая), правая шкала соответствует ФЧХ (штрих-пунктирная кривая). На вставке приведена схема включения ЧЭ в режиме измерения АЧХ/ФЧХ

Fig. 3. Frequency characteristics of the receiver coil. The left scale corresponds to frequency response (solid line), the right scale corresponds to phase response (chain line). The insert presents the closed circuit of SE in the mode of frequency response/phase response measurement

вали на специальной плате-держателе, при этом выходы ЧЭ с помощью ультразвуковой микросварки соединяли с контактными площадками платы держателя. В ходе исследований изучали частотные, магнитоимпедансные и шумовые характеристики ЧЭ.

Амплитудно-частотные (АЧХ) и фазо-частотные (ФЧХ) характеристики ЧЭ измеряли методом генератора-осциллографа в частотном диапазоне 0,35...50 МГц по схеме подключения, приведенной на вставке рис. 3. Результаты измерения АЧХ и ФЧХ приведены на рис. 3. Как следует из представленных данных, ФЧХ содержит две нулевые точки, соответствующие параллельному резонансу на частоте 12 МГц и последовательному резонансу на частоте 28 МГц. Добротность параллельного резонанса близка к 1, добротность последовательного резонанса — порядка 100. В области частот 10...50 МГц поведение ЧЭ близко к распределенной системе типа двухпроводной короткозамкнутой линии. В области частот ниже 10 МГц поведение ЧЭ носит индуктивный характер, при этом значение индуктивности изменялось в зависимости от приложенного внешнего магнитного поля и в максимуме составляла ~2 мкГн. Исходя из полученных данных, для исследования магнитоимпедансных (МИ) свойств ЧЭ была выбрана частота 4 МГц, в 3 раза ниже частоты первого резонанса ЧЭ.

При исследовании МИ характеристик ЧЭ использовали схему возбуждения, представленную на вставке рис. 4. Данная схема соответствует ре-

гистрации сигналов, пропорциональных недиагональной ($Z_{\varphi z}$) компоненте тензора магнитного импеданса. Измерения выходного сигнала ЧЭ, отражающего чувствительность к продольному магнитному полю, проводили путем регистрации сигнала ЭДС, индуцированного в приемной катушке, при возбуждении АФМ синусоидальным током I_c частотой $f = 4$ МГц и амплитудой 1 мА во внешнем магнитном поле, направленном вдоль оси АФМ. Выходной сигнал ЧЭ дополнительно усиливался и детектировался с помощью синхронного детектора. Внешнее магнитное поле максимальной амплитуды ± 800 А/м создавалось с помощью калибровочной системы колец Гельмгольца, которые запитывались от внешнего источника низкочастотного пилообразного тока. Для минимизации влияния геликоидальной анизотропии АФМ [9] через него дополнительно пропусклся небольшой, порядка единиц миллиампера, постоянный ток смещения.

На рис. 4 приведены зависимости амплитуды сигнала ЭДС приемной катушки (с учетом фазы)

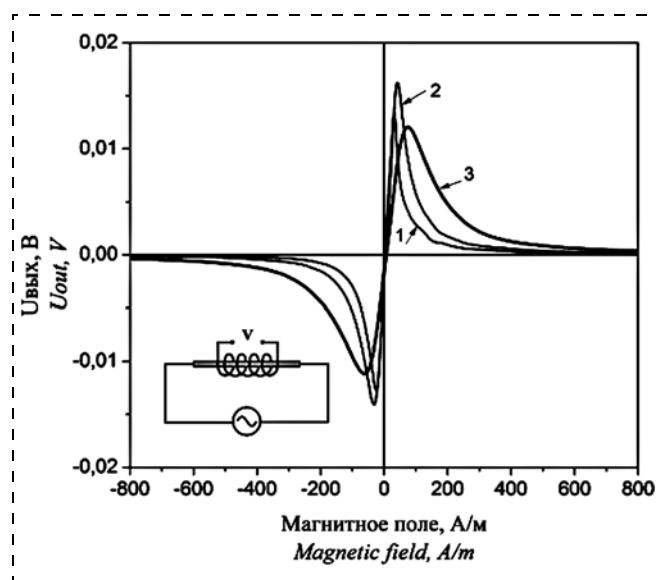


Рис. 4. Зависимость недиагональной компоненты МИ отклика от приложенного внешнего магнитного поля при различных значениях постоянного тока смещения: кривая 1 — 0 мА; кривая 2 — 0,6 мА; кривая 3 — 3,1 мА. На вставке приведена схема включения ЧЭ в режиме измерения МИ характеристик

Fig. 4. Dependence of the off-diagonal component of MI response on the applied external magnetic field at various values of the bias current: curve 1 — 0 mА; curve 2 — 0.6 mА; curve 3 — 3.1 mА. On the insert is the circuit scheme of SE in the mode of measurement of MI characteristics

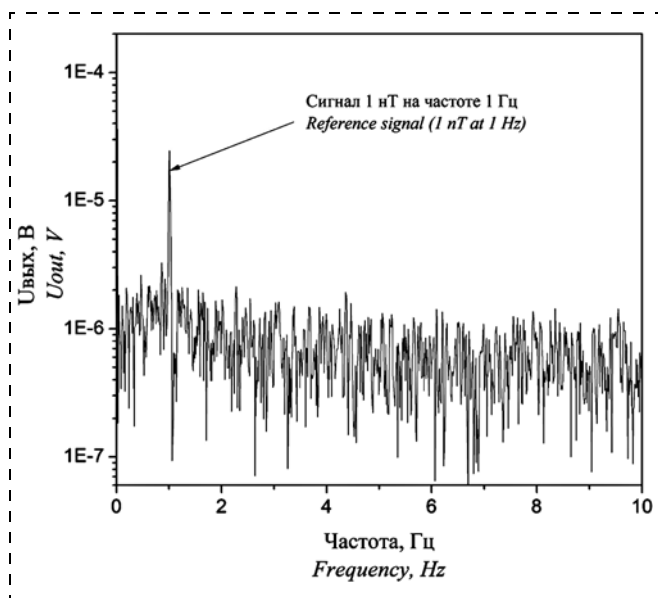


Рис. 5. Эквивалентный шумовой спектр ЧЭ в диапазоне частот 0,01...10 Гц

Fig. 5. Equivalent noise spectrum of SE in the range of frequencies of 0.01...10 Hz

от приложенного внешнего магнитного поля при различных значениях постоянного тока смещения. Как следует из представленных данных, при увеличении тока смещения от 0 (кривая 1) до 0,6 мА (кривая 2) размах сигнала ЭДС приемной катушки достигал максимума, а затем, при дальнейшем увеличении тока до 3,1 мА (кривая 3), сигнал снова снижался. Для МИ кривой, соответствующей току смещения 0,6 мА, максимальные значения сигналов ЭДС с разной фазой наблюдали при значениях приложенного магнитного поля ± 45 А/м. Соответствующая крутизна квазилинейного участка МИ кривой между ее экстремумами составила $\sim 0,35$ мВ/(А/м) (0,28 мкВ/нТл).

Оценку собственных эквивалентных магнитных шумов ЧЭ проводили внутри магнитного экрана в нулевом постоянном магнитном поле. При этом с помощью колец Гельмгольца создавалось переменное калибровочное магнитное поле амплитудой 1 нТл на частоте 1 Гц. В ходе шумовых измерений выходной сигнал ЧЭ после детектирования усиливали с помощью низкочастотного усилителя. На рис. 5 приведен характерный спектр эквивалентного шумового сигнала ЧЭ в диапазоне частот 0,01...10 Гц. Из представленных данных следует, что в спектре выходного сигнала уверенно регистрируется тестовый сигнал амплитудой 1 нТл с отношением сигнал/шум больше 10, а эквивалентное шумовое напряжение ЧЭ на частоте 1 Гц составляет $\sim 0,1$ нТл/Гц^{1/2}.

Заключение

В ходе исследований были проведены измерения изготовленных миниатюрных ЧЭ, которые показали хорошую повторяемость всех характеристик. Таким образом, установлено, что выполненный на основе МЭМС-технологии миниатюрный ЧЭ для магнитометра, функционирующего на эффекте гигантского магнитного импеданса, обладает линейной передаточной характеристикой с крутизной преобразования на уровне 0,35 мВ/(А/м) в диапазоне магнитных полей ± 45 А/м и уровнем эквивалентного магнитного шума $\sim 0,1$ нТл/Гц^{1/2} в области частот выше 1 Гц. ЧЭ характеризуется технологичностью в изготовлении, повторяемостью основных параметров и в смонтированном на стеклотекстолитовой плате виде может использоваться совместно с электронной подсистемой ГМИ магнитометра.

Список литературы

1. Прокофьев И. В., Суханов В. С., Амеличев В. В. Применение тонкопленочных резистивных преобразователей магнитного поля для систем ориентации и интеллектуального мониторинга транспортных средств // Нано- и микро-системная техника. 2013. № 4. С. 53—54.
2. Han Ke, Wang Hao, Tu Binjie, Jin Zhonghe. Pico-satellite Autonomous Navigation with Magnetometer and Sun Sensor Data // Chinese Journal of Aeronautics. 2011. Vol. 24. P. 46—54.
3. Panina L. V., Mohri K. Magnetoimpedance effect in amorphous wires // Applied Physics Letters. 1994, N. 65. P. 1189—1191.
4. Gudoshnikov S., Usov N., Nozdrin A., Ipatov M., Zhukov A., Zhukova V. Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire // Phys. Status Solidi A. 2014. Vol. 211, N. 5. P. 980—985.
5. Peng Hua-Xin, Qin Faxiang, Phan Manh-Huong. Ferromagnetic Microwire Composites. From Sensors to Microwave Applications. Springer, Switzerland, 2016.
6. Uchiyama T., Nakayama S., Mohri K., Bushida K. Bio-magnetic field detection using very sensitive magnetoimpedance sensor for medical applications // Phys. Status Solidi A. 2009. N. 4.
7. Mohri K., Uchiyama T., Panina L. V., Yamamoto M., Bushida K. Recent Advances of Amorphous Wire CMOS IC Magneto-Impedance Sensors: Innovative High-Performance Micromagnetic Sensor Chip // Journal of Sensors. 2015. P. 1—8.
8. Honkura Y., Yamamoto M., Hamada N. Magneto-impedance sensor element and method for producing the same. US Patent 0181705 A1, 2013.
9. Usov N. A., Gudoshnikov S. A. Giant magneto-impedance effect in amorphous ferromagnetic wire with a weak helical anisotropy: Theory and experiment // Journal of Applied Physics. 2013. Vol. 113. P. 243902 (1—10).

A. A. Baranov¹, Postgraduate Student, Engineer, alexsoft17@mail.ru, **S. A. Zhukova**¹, Ph. D., Head of the Complex, **D. Yu. Obizhayev**¹, Ph. D., Chief of Department, **V. E. Turkov**¹, Ph. D., Head of the Center, **A. A. Zarutsky**³, Principal Engineer, **S. A. Gudoshnikov**^{2,3}, Ph. D., Senior Researcher

¹ State Research Centre of the Russian Federation "Central Scientific Research Institute of Chemistry and Mechanics", Moscow

² National Research Technological University "MISiS", Moscow

³ Institute of Terrestrial Magnetism, Ionosphere and Propagation of Radio-waves named after N. V. Pushkov, RAS, Moscow Region, Troitsk

Corresponding author:

Baranov Aleksandr A., Postgraduate Student, Engineer, State Research Centre of the Russian Federation "Central Scientific Research Institute of Chemistry and Mechanics", Moscow

Magnetoimpedance Sensitive Element Based on Amorphous Ferromagnetic Microwire and Thin-film Coil

Received on April 04, 2017

Accepted on May 15, 2017

The article presents the design and main characteristics of a miniature sensitive element for a magnetometer operating on the effect of a giant magnetoimpedance. The sensitive element consisting of Co-rich amorphous ferromagnetic microwire, thin-film pick-up coil and contact pads were manufactured with the use of MEMS technology on a silicon substrate. The frequency response and the phase response of the sensitive element in the range from 0.35 up to 50 MHz were investigated. The phase response had two zero points at 12 and 28 MHz, which corresponded to the parallel and series self-resonance of the sensitive element, respectively. The quality factor of the parallel resonance was close to 1, while the series resonance was about 100. The sensitivity of the developed sensitive element of the GMI magnetometer in the off-diagonal configuration to the external magnetic field was studied at different values of the dc bias current (0, 0.6, 3.1 mA). It was established that the maximal sensitivity of 0.35 mV/(A/m) corresponded to the dc bias current of 0.6 mA. The equivalent magnetic noise in the range from 0.01 up to 10 Hz was estimated. The signal to noise ratio over 10 and equivalent magnetic noise of 0.1 nT/Hz^{1/2} at 1 Hz were achieved. The developed sensor allows us to measure the magnetic fields with the amplitude of 1 nT at 1 Hz frequency with a high signal to noise ratio.

Keywords: giant magnetoimpedance, MEMS, magnetic field sensor, off-diagonal, pick-up coil

For citation:

Baranov A. A., Zhukova S. A., Obizhayev D. Yu., Turkov V. E., Zarutsky A. A., Gudoshnikov S. A. Magnetoimpedance Sensitive Element Based on Amorphous Ferromagnetic Microwire and Thin-film Coil, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 10, pp. 626—632.

DOI: 10.17587/nmst.19.626-632

Introduction

The task of development of miniature highly sensitive magnetometers for measurement of the magnetic field vector components is very topical and necessary. The interest to such magnetometers is connected with their use for development of the navigation units of the pilotless aircraft, orientation and stabilization systems of the nano- and micro-spacecraft [1, 2].

The basic requirements to development of the magnetometers for the specified applications are achievement of the maximal sensitivity in the magnetic field, repeatability of the parameters at a simultaneous decrease of the weight-size characteristics and energy consumption. The number of works devoted to development of the magnetometers, in which a sensitive element (SE) functions on the basis of the effect of a giant magnetic impedance (GMI) [3, 4], increased considerably. This is due to a rather high, more than 500 %, variation of the GMI effect (the GMI effect consists in a relative change of the impedance of SE in the external magnetic field).

Such high values of variation of impedance are typical for the amorphous ferromagnetic microwires based on Co—Fe—Si—B alloys in a glass jacket and made by Taylor — Ulitovsky method [5].

Messages appeared that laboratory models of GMI magnetometers with the magnetic sensitivity of units of pT (~3 pT) on frequency of 1 Hz [6, 7] had been developed. The models were intended for biomedical research and use for recording of the magnetic signals of the samples of the unstripped muscles and magnetocardiograms of persons. Actually, the given works demonstrated a possibility in principle to make the magnetic sensitivity of GMI magnetometers closer by certain values to that of the magnetometers on the basis of SQUIDS (superconducting quantum interference devices), which are the most sensitive devices for measurement of weak low-frequency magnetic fields.

Possibilities of the modern technologies and requirements to miniaturization encourage creation of small-sized GMI magnetometers, in which both the miniature SE and the recording electronic subsystem will be manufactured in an integrated version. Devel-

opment of a miniature SE, combining a microwire of a cylindrical form with the receiving elements made by the surface microprocessing technology, is a separate problem demanding special scientific-technological research.

The aim of the present work is research of a possibility of creation of a miniature SE, integrating an amorphous ferromagnetic microwire in a glass jacket with a thin-film pick-up coil and research of its characteristics.

Design of a miniature SE

For development of SE the important questions are selection of an amorphous ferromagnetic microwire (AFM), provision of reliable electric contacts to the ends of AFM and formation of a multiturn thin-film receiver coil.

The basis of SE was AFM of $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ composition in a glass jacket, made by technology of Ulitovsky-Taylor. The used AFM had the diameter of the metal core $d = 14.6 \text{ } \mu\text{m}$ and full diameter — $D = 18.5 \text{ } \mu\text{m}$. Prior to manufacturing of SE, a control was carried out of the dynamic loops of hysteresis of AFM, in the course of which sections of AFM were selected with a linear loop of hysteresis, a low field of anisotropy ($H = 100 \dots 160 \text{ A/m}$) and small coercive force. Fig. 1 presents as an example a typical dynamic loop of hysteresis of AFM used in SE.

Formation of electric contacts on the ends of AFM was carried out by etching of a part of the glass jacket in the hydrofluoric acid. An electronic microphoto of one of the AFM ends with the etched glass jacket is presented in fig. 1 on the insert.

Miniature SE were made on a silicon substrate with a dielectric layer by MEMS technology including a photolithography with the use of the negative thick-film photoresists [8]. A separate SE had the size of $4.5 \times 0.9 \text{ mm}$. Structurally SE represented a section of AFM with the length of 4.3 mm, located inside of a receiver coil formed by an electrochemical sedimentation of copper (85 winds). The electric outlets brought to the ends of the microwire and the receiver coil, ended with the contact platforms with the size of $0.5 \times 0.2 \text{ mm}$, located in the central part of SE. Appearance of the sensitive element is presented in fig. 2.

Characteristics of a miniature SE

For research purposes a miniature SE sample was fixed on a special board-holder, at that, SE outlets were connected with the contact platforms of the board-holder by means of ultrasonic microwelding. During the research the frequency, the magnetoimpedance and the noise characteristics of SE were studied.

The amplitude-frequency characteristics (AFC) and the phase-frequency characteristics (FFC) of SE were measured by the generator-oscillograph method in the range of 0.35...50 MHz in accordance with the closed

circuit presented on the insert, fig. 3. The results of the measurements of AFC and FFC are presented in fig. 3. As it follows from the data, FFC contains two zero points corresponding to the parallel resonance on frequency of 12 MHz and consecutive resonance on frequency of 28 MHz. Good quality of the parallel resonance is close to 1, good quality of the consecutive resonance is about 100. In the range of frequencies of 10...50 MHz behavior of SE is close to the distributed system of a two-wire short-circuited line type. In the range of frequencies below 10 MHz the behavior of SE has an inductive character, at that, the value of the inductance varied depending on the applied external magnetic field and in its maximum was $\sim 2 \text{ } \mu\text{mH}$. Proceeding from the received data, for the research of the magnetoimpedance (MI) properties of SE the frequency of 4 MHz was selected, which was 3 times below the frequency of the first resonance of SE.

During research of MI characteristics of SE the circuit of excitation presented in the insert, fig. 4, was used, which corresponded to recording of the signals, proportional to the off-diagonal ($Z_{\varphi z}$) component of the tensor of the magnetic impedance. The measurements of the output signal of SE, reflecting the sensitivity to the longitudinal magnetic field, were done by recording of EMF signal induced in the receiver coil, during excitation of AFM by the sinusoidal current I_m with frequency $f = 4 \text{ MHz}$ and amplitude 1 mA in the external magnetic field directed along AFM axis. The output signal of SE was additionally amplified and detected by means of a synchronous detector. The external magnetic field of the maximal amplitude $\pm 800 \text{ A/m}$ was created with the help of Helmholtz calibration ring system, which had a power supply from an external source of a low-frequency sawtooth current. In order to minimize the influence of the helicoidal anisotropy of AFM [9], a low displacement current equal to about units of milliamperes, was additionally passed through it.

Fig. 4 presents dependencies of the amplitude of EMF signal of the receiver coil (with account of the phase) on the applied external magnetic field at different values of the direct displacement current. As it follows from the data, at an increase of the displacement current from 0 (curve 1) up to 0.6 mA (curve 2) the signal swing of EMF of the receiver coil reached its maximum, and at the further increase of the current up to 3.1 mA (curve 3), the signal decreased again. For the MI curve, corresponding to the current of displacement of 0.6 mA, the maximal values of EMF signals with different phases were observed at the values of the applied magnetic field of $\pm 45 \text{ A/m}$. The corresponding steepness of the quasi-linear section of the MI curve between its extremums was $\sim 0.35 \text{ mV/ (A/m)}$ ($0.28 \text{ } \mu\text{V/nT}$).

Estimation of the own equivalent magnetic noises of SE was done inside a magnetic screen in a zero constant magnetic field. At that, by means of Helmholtz rings a variable calibration magnetic field with amplitude of

1 nT on frequency of 1 Hz was created. During the noise measurements, after detection, the output signal of SE was amplified by means of a low-frequency amplifier. Fig. 5 presents a typical spectrum of the equivalent noise signal of SE in the frequency range of 0.01...10 Hz. From the presented data it follows that in the spectrum of the output signal the test signal with the amplitude of 1 nT and signal to noise ratio over 10 was recorded for sure, while the equivalent noise voltage of SE on frequency of 1 Hz equaled to $\sim 0.1 \text{ nT/Hz}^{1/2}$.

Conclusion

Measurements were done of the miniature SE, which demonstrated a good repeatability of characteristics. So, it was established, that a miniature SE made on the basis of MEMS technology for a magnetometer, operating on the effect of a giant magneto-impedance, had the linear transfer characteristic with a steepness of transformation at the level of 0.35 mV/(A/m) in the range of magnetic fields of $\pm 45 \text{ A/m}$ and the level of the equivalent magnetic noise of $\sim 0.1 \text{ nT/Hz}^{1/2}$ in the frequency range over 1 Hz. SE is characterized by adaptability to manufacture, repeatability of the key parameters and, if installed on woven-glass reinforced substrate, it can be used in combination with the electronic subsystem of GMI of a magnetometer.

References

1. Prokofev I. V., Suhanov V. S., Amelichev V. V. Primenenie tonkoplenochnykh rezistivnykh preobrazovatelej magnetnogo polya dlya sistem orientacii i intellektual'nogo monitoringa transportnykh sredstv, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2013, no. 4, pp. 53–54 (in Russian).
2. Han Ke, Wang Hao, Tu Binjie, Jin Zhonghe. Pico-satellite Autonomous Navigation with Magnetometer and Sun Sensor Data, *Chinese Journal of Aeronautics*, 2011, vol. 24, pp. 46–54.
3. Panina L. V., Mohri K. Magneto-impedance effect in amorphous wires, *Applied Physics Letters*, 1994, no. 65, pp. 1189–1191.
4. Gudoshnikov S., Usov N., Nozdin A., Ipatov M., Zhukov A., Zhukova V. Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire, *Phys. Status Solidi A*, 2014, vol. 211, no. 5, pp. 980–985.
5. Peng Hua-Xin, Qin Faxiang, Phan Manh-Huong. *Ferro-magnetic Microwire Composites. From Sensors to Microwave Applications*. Switzerland, Springer, 2016.
6. Uchiyama T., Nakayama S., Mohri K., Bushida K. Bi-magnetic field detection using very sensitive magnetoimpedance sensor for medical applications, *Phys. Status Solidi A*, 2009, no. 4.
7. Mohri K., Uchiyama T., Panina L. V., Yamamoto M., Bushida K. Recent Advances of Amorphous Wire CMOS IC Magneto-Impedance Sensors: Innovative High-Performance Micromagnetic Sensor Chip, *Journal of Sensors*, 2015, pp. 1–8.
8. Honkura Y., Yamamoto M., Hamada N. Magneto-impedance sensor element and method for producing the same, *US Patent 0181705 A1*, 2013.
9. Usov N. A., Gudoshnikov S. A. Giant magneto-impedance effect in amorphous ferromagnetic wire with a weak helical anisotropy: Theory and experiment, *Journal of Applied Physics*, 2013, vol. 113, pp. 243902 (1–10).

УДК 621.372.8.049.75.002 (031)

DOI: 10.17587/nmst.19.632-640

В. П. Тимошенко, д-р техн. наук, проф., e-mail: valeri04@hotmail.com, **А. И. Хлыбов**, канд. техн. наук, науч. сотр., e-mail: alex1818@yandex.ru, **Д. В. Родионов**, вед. инженер, e-mail: denis.rodionov@gmail.com
Федеральное государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
Национальный исследовательский университет МИЭТ

ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ НЕМТ-ТРАНЗИСТОРА В ГИГАЕРЦОВОМ ДИАПАЗОНЕ

Поступила в редакцию 15.05.2017

Продemonстрированы преимущества рефлектометрического метода исследования, позволяющего в одном цикле провести измерения параметров транзистора в динамическом режиме. Представлена и апробирована методика экспериментального исследования параметров НЕМТ-транзистора рефлектометрическим методом, основанная на анализе отраженного и проходного сигналов. Получены зависимости параметров НЕМТ-транзистора для различных режимов работы в гигагерцовом диапазоне. Проведены прямые измерения времени задержки при переключении транзистора. На основе измеренных параметров проведен расчет максимальной частоты усиления по току F_T , показана ее линейная зависимость от обратной величины времени задержки.

Ключевые слова: СВЧ, ГГц, копланарная линия, НЕМТ, рефлектометрия

Введение

Параметры полевого транзистора, такие как входная, проходная емкости и крутизна, имеют частотную зависимость. Поэтому их измерение на высоких частотах — это важная задача, решение которой дает возможность адекватно настроить

модель транзистора для расчета СВЧ интегральных микросхем [1]. Одним из способов решения этой задачи является применение рефлектометрического метода исследования [2, 3].

Технические возможности современных измерительных систем позволяют формировать и регистрировать импульсы пикосекундной длитель-

ности, обеспечивая анализ сигналов в полосе до сотни гигагерц. Это, в свою очередь, дает возможность исследовать пространственно-временные характеристики объектов с разрешением в несколько пикосекунд и различать локальные неоднородности менее миллиметра. Основным инструментом для таких исследований является широкополосный рефлектометр с числом каналов не менее двух и генератором импульсов в каждом канале с длительностью фронта/среза менее 10 пс. Рефлектометрический метод дает возможность измерять емкости и индуктивности активных и пассивных компонентов интегральных микросхем (ИМС) и элементов их конструкции в полосе частот до десятков гигагерц. Высокая разрешающая способность современных технических средств позволяет измерять временные параметры, такие как задержка, длительность импульса, длительность фронта в диапазоне десятка пикосекунд с точностью до единиц пикосекунд, что дает возможность прямых измерений времени переключения СВЧ транзисторов в диапазоне десятка пикосекунд.

Методика исследования

Схема эксперимента для исследования приборов и СВЧ трактов рефлектометрическим методом приведена на рис. 1. В качестве измерительного прибора использовался стробоскопический осциллограф компании Keysight (модель 86100D), оснащенный блоком рефлектометра. Прибор позволяет формировать перепады напряжения амплитудой $E = 200$ мВ с минимальной длительностью фронта 6 пс. Возможны исследования объектов по реакции на проходной (V_{Trans}) и на отраженный (V_{Ref}) сигналы. В первом случае результатом будет измерение полосы пропускания устройств, коэффициентов усиления и потерь на прохождение сигнала. Во втором случае возможны измерения импедансов трактов ввода/вывода интегральных схем, реактивностей входных, выходных цепей и отдельных компонентов ИМС [4–6].

Для исследования параметров приборов (интегральных емкостей, индуктивностей, сопротивлений) рефлектометрическим методом использовали печатные платы с СВЧ копланарными линиями передачи сигналов, изготовленные на основе фольгированного материала Rodger, на которой смонтирован исследуемый объект, в данном случае кристалл с полевым транзистором НЕМТ. Затвор и сток транзистора соединены проволоочными выводами с линиями передачи, а исток — с землей (рис. 2).

На плате выполнены две копланарные линии ChA и ChB с волновым сопротивлением 50 Ом, кото-

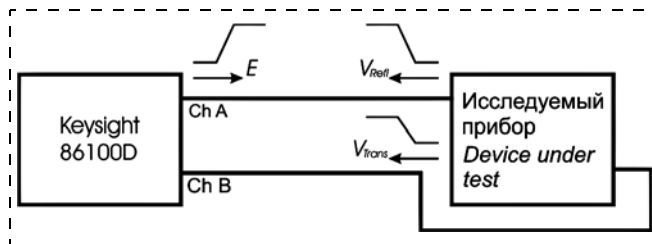


Рис. 1. Структурная схема исследования приборов и СВЧ трактов рефлектометрическим методом

Fig. 1. The block diagram of the devices and RF transmission line researching by the TDR method

рые с обеих сторон соединены с разъемами типа SMA с полосой пропускания более 26 ГГц. В центральной части платы копланарные линии сходятся на минимально возможное расстояние, исключая взаимное влияние сигналов в этих линиях друг на друга. Расстояние между линиями передачи должно быть минимальным, чтобы уменьшить длины проволоочных соединений между контактными площадками транзистора и линией передачи. Исследуемый объект располагался строго в центре между копланарными линиями на одинаковом расстоянии от разъемов, чтобы обеспечить равные электрические длины от кристалла с НЕМТ до каждого из четырех разъемов. Это позволило не учитывать длины соединений при исследовании динамических параметров.

Для определения параметров сигнала непосредственно на транзисторе были проведены исследования полосы пропускания измерительной оснастки. Для этого были измерены потери при прохождении сигнала от источника до исследуемого объекта и от объекта до регистрирующего устройства.

Тракт передачи сигнала от источника к исследуемому объекту и от объекта к регистрирующему устройству состоит (рис. 2) из СВЧ кабеля (1), двух адаптеров (2), обеспечивающих подключение различных типов СВЧ соединителей, блока развязки от постоянной составляющей (DC-блока) (3), адаптера с коаксиального волновода на копланарную линию (4) и половины длины самой копланарной линии (5). Калибровка измерительной системы обеспечивает плоскость измерений на концах СВЧ кабелей, что исключает их влияние на потери.

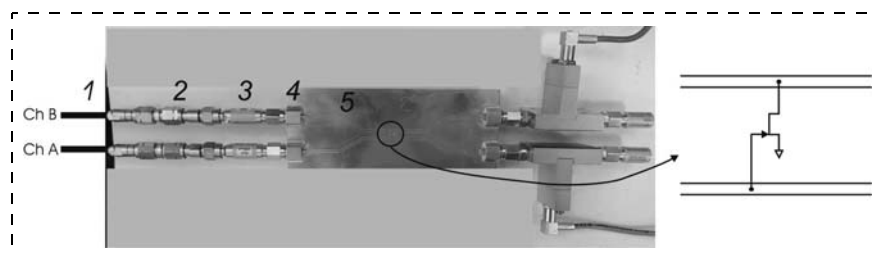


Рис. 2. НЕМТ-транзистор на СВЧ печатной плате

Fig. 2. HEMT transistor on a RF PCB

Определение полосы пропускания измерительной системы до объекта исследования осуществлялось следующим образом. На вход системы подавался импульс длительностью фронта $t_{in} = 0,01$ нс и измерялась длительность фронта проходного сигнала на выходе, которая составила $t_{out} = 0,032$ нс. Отсюда из выражения

$$F = \frac{0,35}{\sqrt{t_{out}^2 - t_{in}^2}} \quad (1)$$

находим полосу пропускания всей измерительной системы, которая составляет 11,51 ГГц. Так как по отношению к исследуемому объекту система симметрична, то полоса пропускания тракта до объекта, определяемая выражением

$$F = \frac{0,35}{\sqrt{(t_{out}^2 - t_{in}^2)/2}}, \quad (2)$$

составляет 16,28 ГГц. Таким образом, при длительности фронта сигнала источника 10 пс длительность сигнала на входе исследуемого объекта будет равна 23,7 пс.

Измерение входной и проходной емкостей транзистора

При измерении входной и проходной емкостей транзистора использована схема включения, показанная на рис. 3.

Измерительная система содержит дополнительные устройства, обеспечивающие задание рабочих режимов транзистора, а также развязку входов рефлектометра от постоянной составляющей (DC-block).

Осциллограммы отраженного и проходного сигналов при измерении емкости (постоянные значения напряжения на затворе и стоке равны нулю) показаны на рис. 4.

Емкость определяли путем подсчета площади под отраженным или проходным сигналом в соответствии с выражением [2]

$$C = \pm \frac{2}{WE} \int_0^{\infty} v(t) dt, \quad (3)$$

где W — волновое сопротивление линии передачи; E — амплитуда зондирующего сигнала; $v(t)$ —

амплитуда отраженного или проходного сигнала; знак "+" для проходного сигнала, знак "—" для отраженного. При исследованиях в качестве интервала интегрирования выбран временной период $(T_1 - T_2)$, равный длительности первого импульса в переходном процессе (рис. 5). В этом случае емкость можно рассчитать по выражению (3а), при этом погрешность измерения не превышает 10 %:

$$C = \pm \frac{2}{WE} \int_{T_1}^{T_2} v(t) dt. \quad (3a)$$

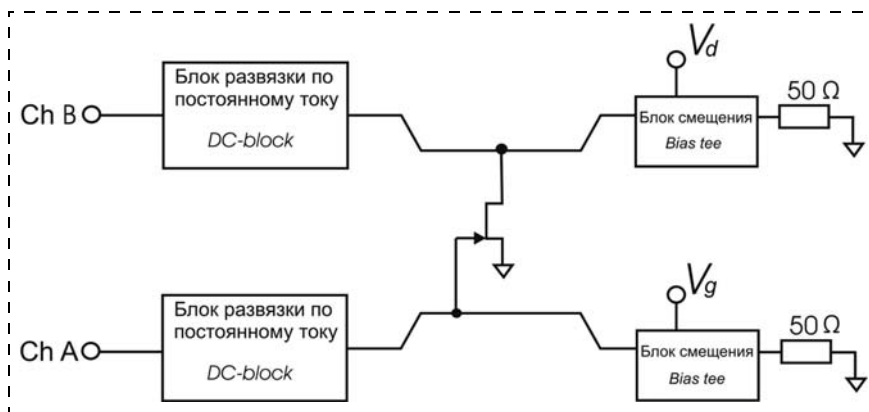


Рис. 3. Схема включения при измерении параметров транзистора

Fig. 3. Schematic for parameters transistor measurement

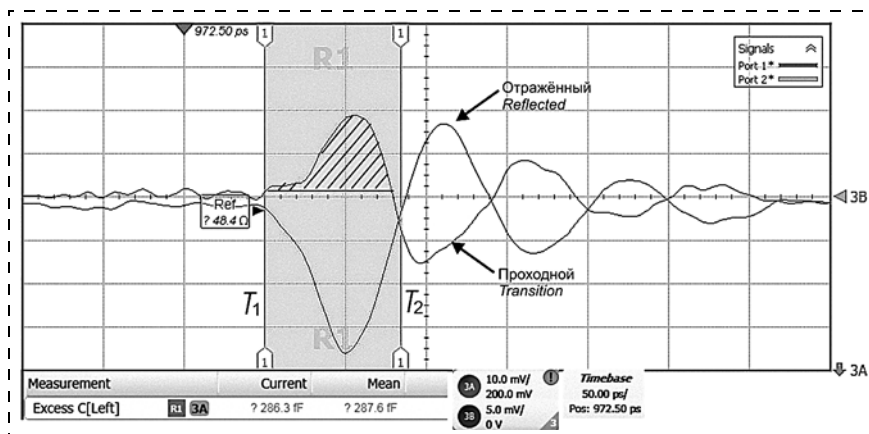


Рис. 4. Осциллограммы отраженного и проходного сигналов при измерении входной и проходной емкостей ($V_g = 0,0$ В; $V_d = 0,0$ В)

Fig. 4. Oscillograms of the reflected and the transition signal for input and transfer capacitances ($V_g = 0.0$ V; $V_d = 0.0$ V)

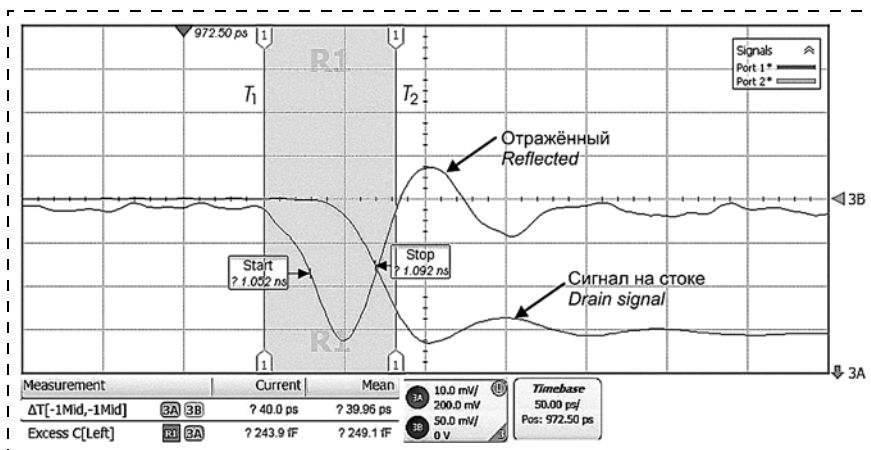


Рис. 5. Осциллограммы отраженного сигнала и сигнала на стоке транзистора при измерении входной емкости и задержки ($V_g = -0,6$ В; $V_d = 2,0$ В)

Fig. 5. Oscillograms of the reflected and the transition signal on the transistor drain for input capacitance and delay measurement ($V_g = -0.6$ V; $V_d = 2.0$ V)

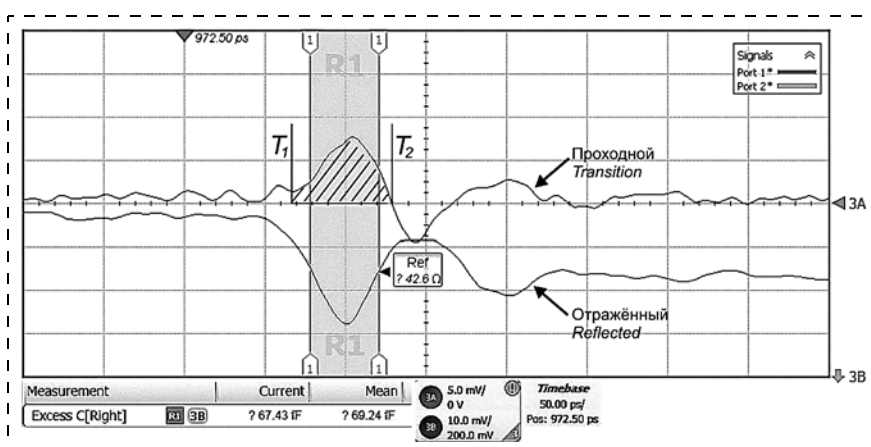


Рис. 6. Осциллограммы отраженного и проходного сигналов при измерении проходной емкости ($V_g = -0,6$ В; $V_d = 2,0$ В)

Fig. 6. Oscillograms of the reflected and the transition signals for transfer capacitance measurement ($V_g = -0.6$ V; $V_d = 2.0$ V)

При определении проходной емкости входной сигнал подавался на линию, с которой соединен сток транзистора, и ее значение рассчитывалось по проходному сигналу (рис. 6).

Измеренные значения входной и проходной емкостей для различных режимов приведены в таблице.

Зависимости входной емкости от напряжения на стоке при различных значениях напряжения на затворе приведены на рис. 7. Из рисунка видно, что при напряжении на стоке более $V_d = 1,0$ В входная емкость практически не зависит от напряжений на затворе и стоке транзистора, работающего в линейном режиме.

Исследование сопротивления истока — стока в крутой и пологой областях ВАХ

Определение сопротивления истока — стока в крутой области вольт-амперной характеристики (ВАХ) осуществлялось на основе анализа отраженного

сигнала (схема включения показана на рис. 3) при напряжениях на стоке $V_d = 0$ В и на затворе $V_g = 0$ В, а для пологой области при напряжениях на стоке и затворе $V_d = 2,0$ В; $V_g = -0,6$ В, что соответствует работе транзистора в реальном режиме в усилительных устройствах. Входной сигнал подается по копланарной линии, с которой соединен сток транзистора. Программное обеспечение рефлектометра позволяет автоматически рассчитывать импеданс. Осциллограммы импедансов показаны на рис. 8.

Сопротивление истока — стока транзистора R_{ds} включено параллельно линии передачи, поэтому выражение для расчета сопротивления имеет вид

$$R_{ds} = \frac{Z_0 Z}{Z_0 - Z}, \quad (4)$$

где $Z_0 = 50$ Ом, Z — импеданс линии в точке соединения со стоком (измеряемое значение).

Результаты приведены на рис. 9.

Измерения и расчет динамических характеристик транзистора

Схема включения при измерении динамических характеристик транзистора приведена на рис. 3. Входной сигнал амплитудой 0,2 В

подается по копланарной линии, к которой подключен затвор транзистора. К затвору и стоку транзистора подключены постоянные смещения ($V_d = 2,0$ В; $V_g = -0,6$ В), обеспечивающие работу транзистора в линейном режиме при входном переменном сигнале амплитудой 0,2 В. Контроль отраженного сигнала осуществляется на линии, к

Измеренные значения интегральных параметров транзистора
Measured values of the integral transistor parameters

Режим измерений Modes of measurements	Входная емкость C_{in} , фФ Input capacitance C_{in} , fF	Проходная емкость C_{TRANS} , фФ Transfer capacitance C_{TRANS} , fF	Сопротивление истока — стока R_{ds} , Ом Source — drain resistance R_{ds} , Ω
$V_d = 0$ В; $V_g = 0$ В	287,6	146,5	15,56
$V_d = 2,0$ В; $V_g = -0,6$ В	249,1	110,5	262,5

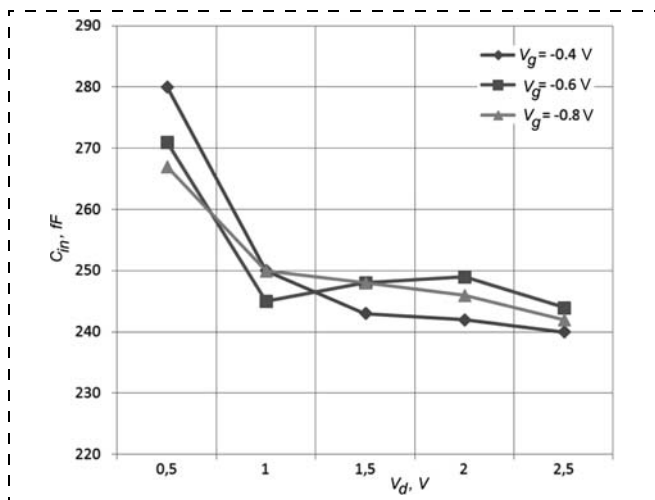


Рис. 7. Зависимости входной емкости от напряжения на стоке и затворе HEMT

Fig. 7. Dependences of the input capacitance versus voltage on HEMT drain and gate

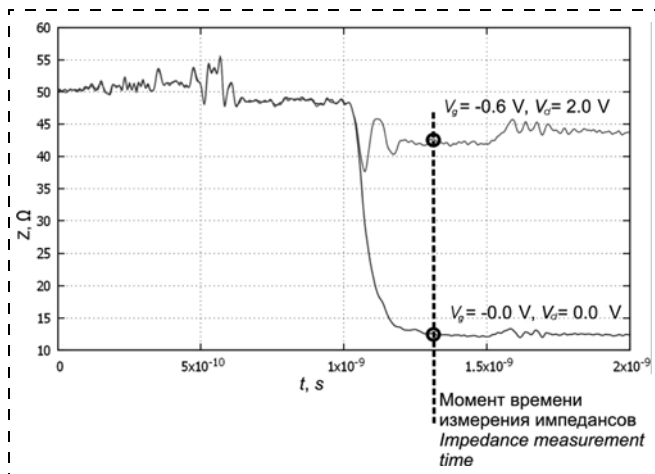


Рис. 8. Осциллограммы импедансов

Fig. 8. The impedance oscillograms

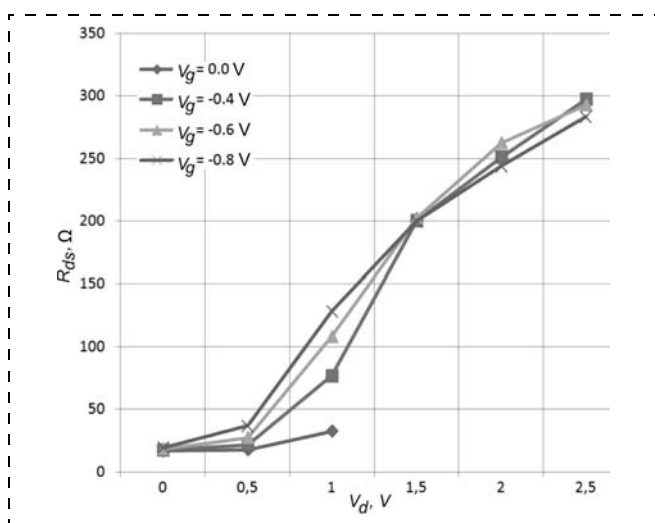


Рис. 9. Зависимости сопротивления истока — стока от напряжения на стоке и затворе HEMT

Fig. 9. Dependences of the source — drain resistance versus voltage on HEMT drain and gate

которой подключен затвор транзистора. Сигнал со стока транзистора поступает на две параллельно включенные копланарные линии с волновым сопротивлением 50 Ом, одна из которых соединена с каналом рефлектометра, другая — с нагрузкой 50 Ом. Таким образом, нагрузкой для транзистора является волновое сопротивление 25 Ом. Осциллограммы сигнала, отраженного от входной емкости и выходного сигнала на стоке, приведены на рис. 6. По амплитуде выходного сигнала можно определить динамическую крутизну транзистора в заданной рабочей точке. Для рассматриваемого образца транзистора амплитуда выходного сигнала V_{out} составляет 150 мВ. При амплитуде входного сигнала $V_{in} = 200$ мВ и сопротивлении нагрузки $R_L = 25$ Ом крутизна транзистора S , определяемая выражением (5), составит 30 мС:

$$S = \frac{V_{out}}{RV_{in}}. \quad (5)$$

При входной емкости $C_{in} = 249,1$ фФ максимальная частота усиления по току F_T , рассчитанная по формуле (6), составляет 19,2 ГГц:

$$F_T = \frac{S}{2\pi C_{in}}. \quad (6)$$

Задержка распространения сигнала в транзисторе t_D (время включения/выключения), измеренная по уровню 50 % входного и выходного сигналов, составляла 39,96 пс (см. рис. 6). Экспериментальные исследования зависимости времени задержки от длительности фронта входного сигнала приведены на рис. 10.

Исследования показали, что изменения времени задержки от длительности фронта входного сигнала составляют менее 10 пс в диапазоне частот 7,7...14,76 ГГц. Следовательно, можно проводить измерения времени задержки СВЧ транзисторов, имеющих максимальную частоту, существенно превышающую полосу пропускания измерительной оснастки. Высокая разрешающая способность современных средств измерения временных параметров, определяемая единицами пикосекунд, и невысокие требования к измерительной оснастке позволяют использовать временной метод для определения СВЧ параметров транзисторов в диапазоне нескольких десятков гигагерц.

Для достаточно больших значений ширины полевого транзистора, существенно превышающих расстояние исток — сток, влияние боковых эффектов незначительно, поэтому время задержки не будет зависеть от ширины. Это связано с тем, что время задержки определяется временем пролета носителей под затвором и временем перезарядки емкостей, которые, в свою очередь, имеют линейную зависимость от ширины полевого транзистора. Аналогично, максимальная частота усиления

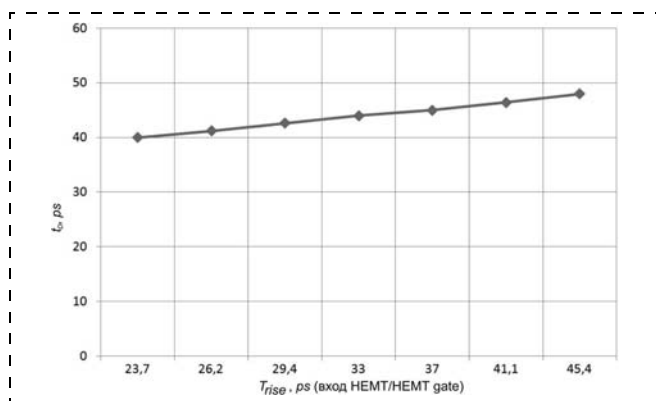


Рис. 10. Зависимость времени задержки от длительности входного сигнала на затворе НЕМТ

Fig. 10. Dependence of the time delay versus input signal rise time on HEMT gate

по току также не зависит от ширины транзистора (см. выражение (6)), поэтому задержка t_D и максимальная частота единичного усиления F_T связаны зависимостью вида

$$F_T = \frac{K}{2t_D}, \quad (7)$$

где коэффициент K зависит от способа изготовления транзистора и постоянен для любых размеров. Для исследуемого образца НЕМТ-транзистора коэффициент $K = 1,53$.

При известном коэффициенте K , учитывая относительную простоту и прецизионность измерения времени задержки, можно с высокой точностью определить максимальную частоту F_T , измерение которой при больших значениях частотными методами требует специального оборудования.

Заключение

Продемонстрированы преимущества рефлектометрического метода исследования, позволяю-

щего в одном цикле провести измерения параметров транзистора в динамическом режиме. Показано, что частоту единичного усиления F_T можно определять по измерениям времени задержки с высокой степенью точности в диапазоне до нескольких десятков гигагерц. Разработана методика и проведены экспериментальные исследования параметров полевого транзистора НЕМТ с использованием рефлектометрического метода. Проведены прямые измерения задержки распространения сигнала в транзисторе t_D (время включения/выключения) и параметров НЕМТ-транзистора в активном режиме (входной и проходной емкости, сопротивления канала в крутой и пологой областях, крутизны транзистора) в диапазоне частот до 16 ГГц.

Список литературы

1. Gray P., Hurst P., Lewis S., Meyer R. Analysis and Design of Analog Integrated Circuits. Fourth Edition. New York: John Wiley & Sons Inc. 2001. 875 p.
2. Глебович Г. В., Андрианов А. В., Введенский Ю. В. и др. Исследование объектов с помощью пикосекундных импульсов / Под ред. Г. В. Глебовича. М.: Радио и связь, 1984. 256 с.
3. Time Domain Reflectometry Theory Application Note. URL: <http://materias.fi.uba.ar/6209/download/HP-AN1304.pdf> (дата обращения: 28.04.2017).
4. Тимошенко В. П. Расчет индуктивности корпуса для СВЧ интегральных микросхем // Известия вузов. Сер. "ЭЛЕКТРОНИКА". 2006. № 4. С. 18–22.
5. IPC-2141 — Controlled Impedance Circuit Boards and High-Speed Logic Design, April 1996, URL: <http://kazus.ru/nuke/modules/Downloads/pub/147/0/IPC%202141%20Controlled%20Z%20PCB%20.pdf> (дата обращения: 17.02.2016).
6. Timoshenko V., Rodionov D., Khlybov A. TDR method for determination of IC's parameters // Proceedings of the International Conference on Micro- and Nano-Electronics — 2016. SPIE Digital Library. Proc. of SPIE. 2016. Vol. 10224. 1022427-1.

V. P. Timoshenkov, Professor, valeri04@hotmail.com, A. I. Khlybov, Research Associate alex1818@yandex.ru, D. V. Rodionov, Engineer, denis.rodionov@gmail.com
National Research University of Electronic Technology, Moscow, 124408, Russian Federation

Corresponding author:

Rodionov Denis V., Engineer, National Research University of Electronic Technology, Moscow, 124408, Russian Federation, e-mail: denis.rodionov@gmail.com

Research of HEMT Transistor Parameters in the GHz Band

Received on May 15, 2017

Accepted on June 15, 2017

This paper demonstrates the advantages of the time-domain reflectometry (TDR), which allows to measure the transistor parameters in one cycle in a dynamic mode. It presents a tested approach for research of HEMT parameters by an analysis of the reflected signals and the transition signals. It also presents the dependences for different operation modes in the GHz frequency band. Direct measurements of the transistor switching time delay (t_D) were performed. The high cut-off frequency F_T versus current was calculated and its linear dependence on the inverse value of the time-delay was demonstrated based on the measured parameters.

Keywords: microwave frequency, GHz, coplanar waveguide, HEMT, time-domain reflectometry

Introduction

Such parameters of a metal-oxide semiconductor (MOS) transistor, as input capacitance, transfer capacitance and transconductance, have a frequency dependence. Therefore, their measurement on high frequencies is an important task, a solution to which makes it possible to adjust adequately a transistor model for calculation of integrated microcircuits [1]. One of the possible solutions is application of the reflectometric method of research [2, 3].

The technical potentials of the measuring systems allow to form and record pulses of picosecond duration, ensuring analysis of signals in a band up to hundreds of gigahertz. This leads to provide an opportunity to investigate the spatial-temporal properties of objects with a resolution of several picoseconds and to distinguish local discontinuity, which are less than a millimeter in size. The basic research tool is a broadband reflectometer with the number of channels not less than two and a pulse generator in each channel with the rise/fall time less than 10 ps. The reflectometric method makes it possible to measure the capacitance and inductance of the active and passive components of the integrated microcircuits and elements of their design in the band of frequencies up to tens of gigahertz. High time resolution of the modern equipments allow to measure such time parameters, as delay, pulse duration rise and fall time within the range of ten picoseconds with accuracy up to units of picoseconds, which makes possibility direct measurements of the RF transistor switching time of within the range of ten picoseconds.

Researching method

The circuit of the experiment for research of the devices and RF transmission lines by the reflectometric method is presented in fig. 1. Keysight stroboscopic oscillograph (model 86100D) with a unit of reflectometer was used as the measuring device. The device allowed to form voltage swing with amplitude of $E = 200$ mV and minimum rise time of 6 ps. Research of the objects' reaction to the transition signals (V_{Trans}) and the reflected signals (V_{Ref}) is possible. In the first case the result would be measurement of the device bandwidth, power gain and signal losses. In the second case the measurements of the integrated circuit input/output impedances, measurements of the input and output reactivities of separate components and integrated circuits (IC) [4—6] are possible.

For research of the device parameters (integrated capacitances, inductances and resistances) by the reflectometric method a printed-circuit board (PCB) was

used with RF coplanar lines for a signal transfer made on the basis of Rodger foiled material. The investigated object in this case — a crystal with a HEMT-transistor was mounted on PSB with coplanar lines. The gate and the drain of the transistor were connected to transmission lines by wires, and the source — to ground (GND) (fig. 2).

On PCB two coplanar lines of ChA and ChB were made with the impedance of 50Ω , which from both sides are connected to SMA connectors with bandwidth over 26 GHz. In the central part of the board the coplanar lines are located at the minimum possible distance each other excluding a mutual influence of their signals. The distance between the transmission lines should be minimum, in order to reduce the length of the bond-wires between the pads of the transistor and the transmission line. The investigated object was mounted strictly in the centre between the coplanar lines at an identical distance from the RF connectors in order to ensure equal electric lengths from the crystal with HEMT to each of the four connectors. This allowed not to take into account the lengths of the RF connections during the research of the dynamic parameters.

In order to determine the signal parameters directly on a transistor a bandwidth research of the measuring equipment was done. For this purpose the transmission line losses were measured during a signal passing from a source to an object and from an object to the recording device.

The path of a signal transmission from a source to the investigated object and from the object to the recording device consisted of a RF cable (1), two adapters (2) providing connection of various types of RF connectors, DC block (3), an RF connector from a coaxial wave guide to a coplanar line (4) and a half of the length of the coplanar line (5). The calibration of the measuring system ensured a flatness of measurements at the ends of RF cables, which excluded their influence on losses.

Determination of the measuring system bandwidth to the object was carried out as follows. A pulse with the rise time of $t_{in} = 0.01$ ns was supplied to the input of the system, and transition output rise time was measured. The value of output rise time was $t_{out} = 0.032$ ns. From the expression (1):

$$F = \frac{0,35}{\sqrt{t_{out}^2 - t_{in}^2}} \quad (1)$$

possible to find the bandwidth of the one half part of the measuring system, which equals to 11.51 GHz. Since the system is symmetrical in relation to the object, the

pass-band to the object determined by the following expression

$$F = \frac{0,35}{\sqrt{(t_{out}^2 - t_{in}^2)/2}}, \quad (2)$$

equals to 16.28 GHz. Thus, at the rise time of the signal of 10 ps, the rise time of the signal at the input of the object equals to 23.7 ps.

Measurement of the input and the transfer capacitance of the transistor

For measurement of the input and transfer transistor capacitances the schematic of transistor connection to equipments (fig. 3) was used.

The measuring system contained additional devices ensuring the task of the operating modes of the transistor, and a decoupling of the inputs of the reflectometer from a direct component (DC-block).

The oscillograms of the reflected and transition signals during measurement of the capacitance (the constant values of the voltages at the gate and drain were equal to zero) are presented in fig. 4. The capacitance was determined by calculation of the area under the reflected or transition signals according to expression [2]

$$C = \pm \frac{2}{WE} \int_0^{\infty} v(t) dt, \quad (3)$$

where W — impedance of the transmission line; E — amplitude of the probing signal; $v(t)$ — amplitude of the reflected or transition signals; sign "+" for the transition signal, sign "-" for the reflected one. During the research as an integration interval the time period $(T_1 - T_2)$, equal to duration of the first pulse in the transition process (fig. 5) was chosen. In this case the capacitance can be calculated by expression (3a), at that, the measurement error does not exceed 10 %

$$C = \pm \frac{2}{WE} \int_{T_1}^{T_2} v(t) dt. \quad (3a)$$

The input capacitance was determined by the reflected signal automatically with the use of the hardware-software of a stroboscopic oscillograph. For determination of the transition capacitance, the area under the signal is measured, and then from expression (3a) its value was calculated [6].

The oscillogram of the reflected signal during measurement of the input capacitance for the transistor in operating mode (voltage on the gate $V_g = -0.6$ V, voltage on the drain $V_d = 2.0$ V) are presented in fig. 5.

During determination of the transfer capacitance the input signal was supplied to the line, where the transistor drain was connected, and its value was calculated by the transition signal (fig. 6). The measured values of

the input and transfer capacitances for various modes are presented in the table.

The dependences of the input capacitance versus the voltage on the drain at various voltages on the gate are presented in fig. 7. It is visible that at voltage on the drain over $V_d = 1.0$ V the input capacitance practically does not depend on the gate and the drain voltages for the transistor operating in a linear mode.

Research of the source-drain resistance at different operating mode

Determination of the source-drain resistance in the steep area of the Volt-Ampere Characteristic (VAC) was done by the analysis of the reflected signal (schematic — fig. 3) at drain and gate voltages $V_d = 0$ V; $V_g = 0$ V accordingly, and for the sloping area at drain and on the gate voltages $V_d = 2.0$ V; $V_g = -0.6$ V accordingly, which corresponded to the real operation mode of the transistor in amplifiers.

The input signal was supplied by a coplanar line, to which the transistor drain was connected. The software of the reflectometer allowed to calculate impedance automatically. The oscillograms of the impedances are presented in fig. 8.

Source-drain resistance of transistor R_{ds} was connected in parallel to the transmission line, therefore, the expression for calculation of the resistance looks like the following

$$R_{ds} = \frac{Z_0 Z}{Z_0 - Z}, \quad (4)$$

where $Z_0 = 50 \Omega$; Z — line impedance in the point of connection with the drain (measured value). The results are presented in fig. 9.

Measurements and calculation of the dynamic characteristics of the transistor

The schematic for measurement of the transistor dynamic characteristics is presented in fig. 3. The input signal with amplitude of 0.2 V is supplied via the coplanar line, to which the transistor gate is connected. DC biasing are connected to the gate and the drain of the transistor ($V_d = 2.0$ V; $V_g = -0.6$ V), ensuring functioning of the transistor in a linear mode at the input variable signal with amplitude of 0.2 V. Control of the reflected signal is carried out on the line, to which the transistor gate is connected. The signal from the transistor drain arrives to two coplanar lines connected in parallel with the impedance of 50Ω , one of which is connected to the input of the reflectometer, another to a load of 50Ω . Thus, the load for the transistor is the impedance of 25Ω . The oscillograms of the signal reflected from the input capacitance and the output signal on the drain are presented in fig. 6. By using of the output signal amplitude it is possible to determine the dy-

dynamic transistor transconductance at working point. For the considered sample of the transistor the amplitude of the output signal equals to $V_{out} = 150$ mV. At the amplitude of the input signal of $V_{in} = 200$ mV and load resistance of $R_L = 25 \Omega$ the transistor transconductance S determined by expression (5) will be 30 mS:

$$S = \frac{V_{out}}{R V_{in}}. \quad (5)$$

At the input capacitance of $C_{in} = 249.1$ fF the maximum high cut-off frequency of amplification F_T , calculated under the formula (6) is 19.2 GHz:

$$F_T = \frac{S}{2\pi C_{in}}. \quad (6)$$

The delay of signal propagation in transistor t_D (switching on/off time), measured by the 50 % level of the between input and output signals, was 39.96 ps (see fig. 6). Experimental research of the time delay dependence versus rise time of the input signal is presented in fig. 10.

The research demonstrated that variations of the time delay depending on rise time of the input signal were less than 10 ps in the range of frequencies of 7.7...14.76 GHz. Hence, it is possible to provide measurements of the transistors time delay, which have the maximum frequency essentially exceeding the bandwidth of the measuring equipment. High power resolution of the modern equipments for measuring of the time parameters, defined by units of picoseconds, and low requirements to the measuring equipment, allow to use the time method for determination of transistor parameters in the range of several tens of GHz.

For the rather great values of the width of a MOS transistor, essentially exceeding the source-drain distance, the influence of the lateral effects is insignificant, therefore, the delay time will not depend on the width. This is due to the fact that the delay time is determined by the carriers flight time under gate and the recharging time of the capacitances, which have a linear dependence on the width of a MOS transistor. In a similar way, the maximum high cut-off frequency of amplification does not depend on the width of a transistor (see expression (6)). Therefore, delay t_D and maximum high cut-off frequency F_T are connected by the following dependence:

$$F_T = \frac{K}{2t_D}, \quad (7)$$

where coefficient K depends on the transistor manufacturing method and is constant for any dimensions. For the investigated sample of HEMT-transistor coefficient is $K = 1.53$.

At the known coefficient K , considering a relative simplicity and precision of time delay measurements, it is possible to determine with high accuracy the maximum frequency F_T , the measurement of which at great values by the frequency methods demands special equipment.

Conclusion

The authors present the advantages of the reflectometric method allowing in one cycle to provide transistor parameters measurements in a dynamic mode. They demonstrate that the high cut-off frequency F_T can be determined by the measurements of a time delay with a high accuracy in the range up to several tens of gigahertz. A technique was developed and experimental research of the parameters of a HEMT transistor with the use of the reflectometric method was demonstrated. Direct measurements of the transistor signal propagation delay t_D (switching on/off time), the parameters of HEMT-transistor in the active mode (input and transfer capacitances, channel resistance, transistor transconductance) were done in frequency range up to 16 GHz.

References

1. Gray P., Hurst P., Lewis S., Meyer R. *Analysis and Design of Analog Integrated Circuits*. Fourth Edition, New York: John Wiley & Sons Inc., 2001, 875 p.
2. Glebovich G. V., Andrianov A. V., Vvedenskiy U. V. et al. *Issledovanie obyektov s pomoshyu picosekundnykh impulsov*, Moscow: Radio i svyaz, 1984. 256 p. (in Russian).
3. Time Domain Reflectometry Theory Application Note. URL: <http://materias.fi.uba.ar/6209/download/HP-AN1304.pdf> (дата обращения: 28.04.2017).
4. Timochenkov V. P. Raschet induktivnosti korpusa dlya SVCh integralnih microschem, *Izvestiya vuzov. Ser. "Electronica"*, 2006, no. 4, pp. 18–22 (in Russian).
5. IPC-2141 Controlled Impedance Circuit Boards and High-Speed Logic Design, April 1996, URL: <http://kazus.ru/nuke/modules/Downloads/pub/147/0/IPC%202141%20Controlled%20Z%20PCB%20.pdf> (дата обращения: 17.02.2016).
6. Timoshenkov V., Rodionov D., Khlybov A. TDR method for determination of IC's parameters, *Proceedings of the International Conference on Micro- and Nano-Electronics — 2016*. SPIE Digital Library. Proc. of SPIE, 2016, vol. 10224. 1022427-1.

Рисунки к статье Д. Д. Васильева, К. М. Моисеева

**«РАСЧЕТ ДВИЖЕНИЯ ПОДЛОЖКИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РАВНОМЕРНОСТИ ПОКРЫТИЙ
В УСТАНОВКАХ С ПЛАНАРНЫМИ ЦИЛИНДРИЧЕСКИМИ МАГНЕТРОНАМИ»**

D. D. Vasilev, K. M. Moiseev

**«CALCULATION OF THE SUBSTRATES' MOVEMENT FOR IMPROVEMENT
OF THE UNIFORMITY OF THIN FILMS FOR THE DEPOSITION SYSTEMS WITH
PLANAR CIRCULAR MAGNETRONS»**

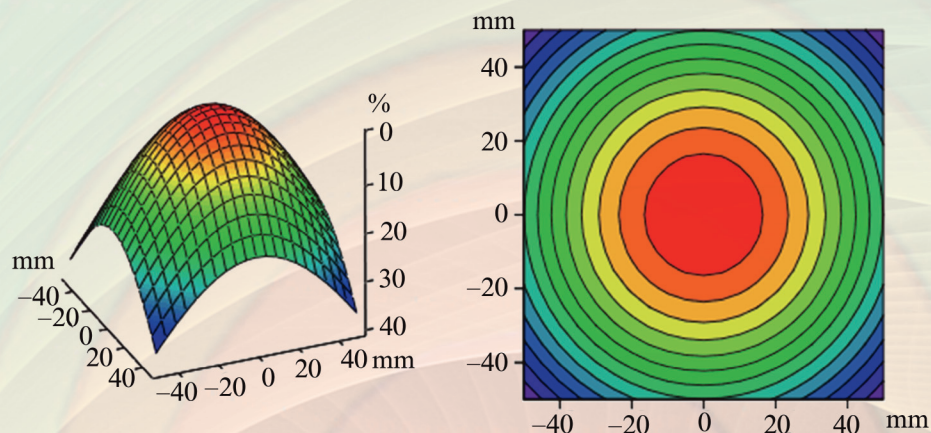


Рис. 3. Рельеф поверхности пленки без вращения

Fig. 3. Relief of the surface of the thin film without rotation

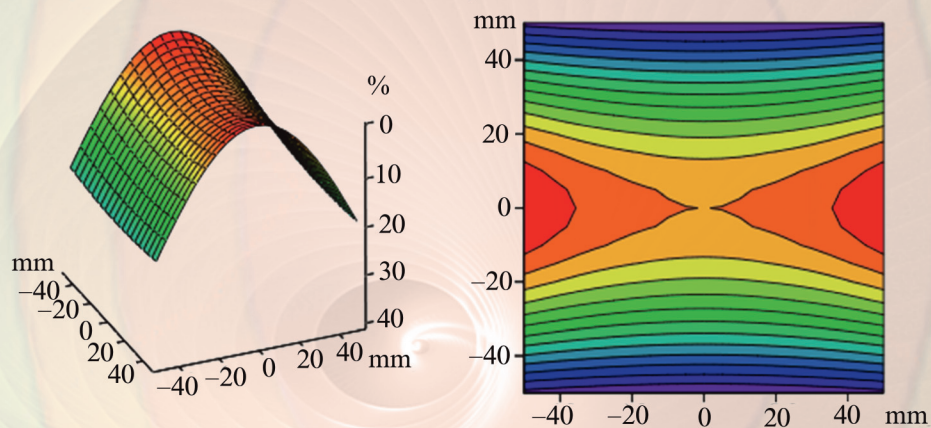


Рис. 6. Рельеф поверхности пленки при вращении подложкодержателя

Fig. 6. Relief of the thin film surface during rotation of the substrate holder

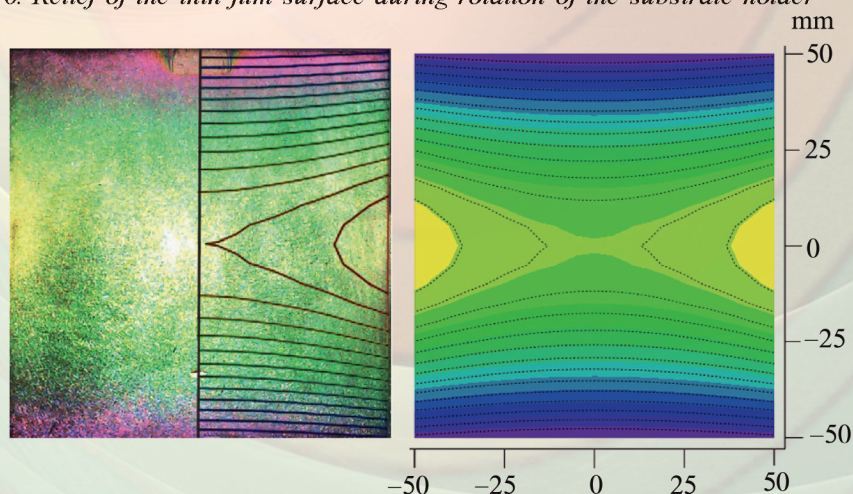


Рис. 8. Фотография пленки Ta₂O₅ с наложенными линиями уровня(слева)

и смоделированная диаграмма (справа) распределения толщины при движении подложкодержателя

Fig. 8. Photo of Ta₂O₅ thin film with the imposed level lines (left) and a simulated diagramme (right) of the thickness distribution during movement of the substrate holder

**«РАСЧЕТ ДВИЖЕНИЯ ПОДЛОЖКИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ РАВНОМЕРНОСТИ ПОКРЫТИЙ
В УСТАНОВКАХ С ПЛАНАРНЫМИ ЦИЛИНДРИЧЕСКИМИ МАГНЕТРОНАМИ»**

D. D. Vasilev, K. M. Moiseev

**«CALCULATION OF THE SUBSTRATES' MOVEMENT FOR IMPROVEMENT
OF THE UNIFORMITY OF THIN FILMS FOR THE DEPOSITION SYSTEMS WITH
PLANAR CIRCULAR MAGNETRONS»**

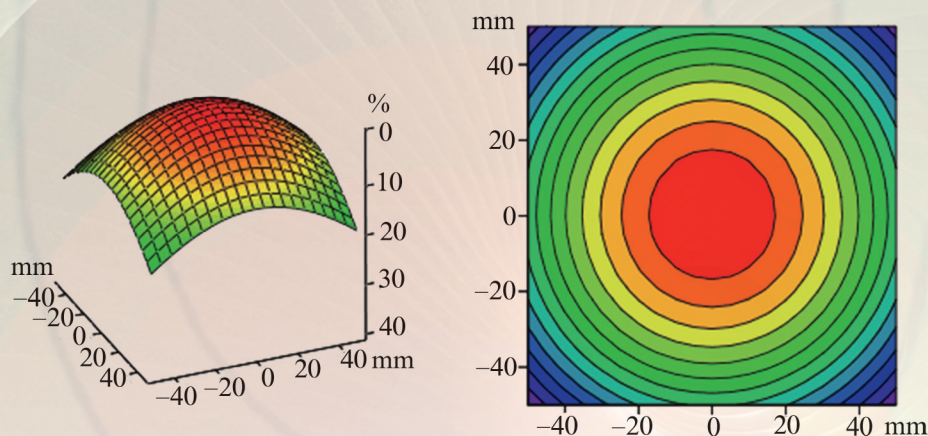


Рис. 10. Рельеф поверхности пленки при вращении подложки вокруг своей оси и вращении подложкодержателя

Fig. 10. Surface relief of a thin film during rotation of the substrate around its axis and rotation of the substrate holder

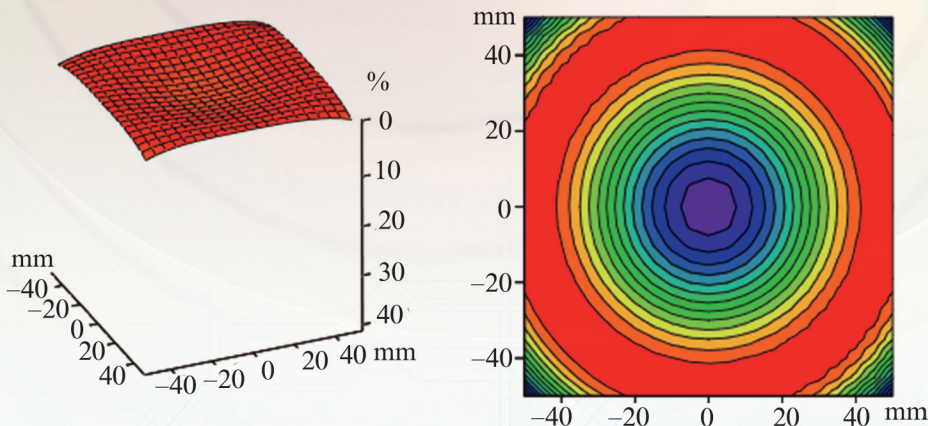


Рис. 13. Рельеф поверхности пленки при вращении подложки вокруг своей оси при заданном угле

Fig. 13. Relief of the thin film surface during rotation of the substrate around its axis at a set angle

Рисунки к статье Ф. Р. Исмагилова, В. Е. Вавилова,
В. И. Бекузина, В. В. Айгузиной

**«ПРОЕКТИРОВАНИЕ СВЕРХВЫСОКОСКО-
РОСТНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МИКРОМА-
ШИН С ЧАСТОТой ВРАЩЕНИЯ 1,2 МЛН
ОБОРОТОВ В МИНУТУ»**

F. R. Ismagilov, V. E. Vavilov, V. I. Bekuzin, V.V. Ayguzina

**«DESIGN OF ULTRA-HIGH-SPEED
ELECTRICAL MICROMACHINES WITH
ROTATIONAL SPEED OF 1.2 MILLION RPM»**

Рис. 3. Зависимость аэродинамических потерь
от частоты и радиуса ротора

Fig. 3. Aerodynamic loss dependences
on rotor's frequency and radius

