

ISSN 1813-8586

НАНО-И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 21, № 4, 2019

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

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

Vol. 21, No. 4, 2019

The articles are published
in Russian and English



10-я Международная Научно-практическая конференция
по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ электроники

«МОКЕРОВСКИЕ ЧТЕНИЯ»

Конференция состоится 15–16 мая 2019 года в г. Москве,
в Национальном Исследовательском Ядерном Университете МИФИ

ТЕМАТИКА КОНФЕРЕНЦИИ

1. Фундаментальные аспекты наногетероструктурной СВЧ электроники.
2. Полупроводниковые приборы и устройства: производство, технологии и свойства.
3. Перспективные материалы. Гетероструктуры и сверхрешетки, двумерные, одномерные и нульмерные структуры.
4. Структурные свойства и нанометрология наносистем и гетероструктур.
5. Терагерцовая электроника и фотоника.
6. Функциональная электроника и оптоэлектроника.

С формой заполнения анкеты участника вы можете ознакомиться на сайте www.mokerov.ru в разделе КОНФЕРЕНЦИИ – 2019, а также на сайте конференции на домене МИФИ: mokerov.mephi.ru

НАЧАЛО РЕГИСТРАЦИИ 15 МАЯ В 9:00 ЧАСОВ

Проезд – метро Каширская, далее 1 остановка до МИФИ (автобус №280, 742, 738, 275, 298 или троллейбус №71).

Со схемой проезда Вы можете ознакомиться на сайте www.mokerov.ru в разделе КОНТАКТЫ.

Всем участникам конференции при себе необходимо иметь ПАСПОРТ.

Организационный взнос не взимается.

Оргкомитет 10-й Международной Научно-практической конференции по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ электроники «МОКЕРОВСКИЕ ЧТЕНИЯ».

По всем вопросам проведения Конференции обращаться в Оргкомитет:

Васильевский Иван Сергеевич Тел.: 8-495-788-56-99, доб. 81-70.

E-mail: ivasilevskii@mail.ru

Мартиросова Галина Рафаиловна Тел.: 8-495-788-56-99, доб. 84-53.

E-mail: vgmokerov@yandex.ru

Виниченко Александр Николаевич Тел.: 8-495-788-56-99, доб. 82-37.

E-mail: vanaxel@gmail.com

Хабибуллин Рустам Анварович Тел. 8-499-123-44-64,

E-mail: khabibullin@isvch.ru

НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 21. № 4 ✧ 2019

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.

Журнал включен в Перечень международных реферируемых баз данных по научному направлению 02.00.00 химические науки и в Перечень научных и научно-технических изданий ВАК России по научным направлениям: 01.04.00 физика, 05.27.00 электроника.

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:

Асеев А. Л., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН

Грибов Б. Г., д.х.н., чл.-кор. РАН

Ковальчук М. В., д.ф.-м.н., проф., чл.-кор. РАН

Кульчин Ю. Н., д.ф.-м.н., проф., акад. РАН

Лабуню В. А., д.т.н., проф., акад. НАНБ (Беларусь)

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.

Бакланов М. Р., д.х.н., проф. (Китай)

Басаев А. С., к.ф.-м.н.

Викулин В. В., к.х.н., д.т.н., проф.

Горнев Е. С., д.т.н., проф.

Кальнов В. А., к.т.н.

Карякин А. А., д.х.н., проф.

Кузнецов В. И., д.т.н. (Нидерланды)

Леонович Г. И., д.т.н., проф.

Панин Г. Н., к.ф.-м.н., проф. (Южная Корея)

Панич А. Е., д.т.н., проф.

Пожела К., д.ф.-м.н. (Литва)

Рыжий М. В., д.т.н., проф. (Япония)

Сантос Э. Х. П., PhD, Ful. Prof. (Бразилия)

Сингх К., к.т.н. (Индия)

Телец В. А., д.т.н., проф.

Тимошенко С. П., д.т.н.

Хабибуллин Р. А., к.ф.-м.н.

Шашкин В. И., д.ф.-м.н., проф.

Шубарев В. А., д.т.н., проф.

Редакция:

Антонов Б. И. (директор изд-ва)

Лысенко А. В. (отв. секретарь)

Чугунова А. В.

Фокин В. А., к.х.н. (ред. перевода)

Щетинкин Д. А. (сайт)

СОДЕРЖАНИЕ

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Белов В. С., Орлов А. П., Дудин А. А., Терентьев А. В. Исследование электрофизических параметров контакта УНТ/оксид металла/металл для совершенствования оптических ректенн 195

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

Павловец Г. Я., Мелешко В. Ю., Гладышев А. И., Жуков А. О. Высокопроизводительная технология производства ультрананодисперсных порошков 201

Козлов Г. В., Долбин И. В. Эффективность графена в качестве армирующего элемента структуры полимерных нанокмпозитов 217

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Смолин В. К. Принципы исполнения вакуумных микротриодов с планарно-торцевыми катодами 223

Черепанов А. А., Новиков И. Л., Васильев В. Ю. Считывающая электроника для СКВИД-магнитометров постоянного тока. Часть 2. Системы считывания и их ограничения 231

Карушкин Н. Ф., Обухов И. А., Смирнова Е. А. Полупроводниковые компоненты и устройства электронной техники в коротковолновой части СВЧ диапазона. Часть II 246

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 "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. 21

No. 4

2019

CHIEF EDITOR

Maltsev P. P., Dr. Sci. (Tech.), Prof.

DEPUTY CHIEF EDITOR

Luchinin V. V., Dr. Sci. (Tech.), Prof.

DEPUTY CHIEF EDITOR

Shur M. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. (USA)

Editorial council:

Aseev A. L., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS
 Chaplygin Ju. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS
 Gribov B. G., Dr. Sci. (Chem.), Cor.-Mem. RAS
 Kovalchuk M. V., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS
 Kuljchin Yu. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS
 Labunov V. A. (Belorussia), Sci. (Tech.), Acad. NASB
 Ryzhii V. I., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS
 Saurov A. N., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS
 Shevchenko V. Ya., Dr. Sci. (Chem.), Prof., Acad. RAS
 Sigov A. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS

Editorial board:

Abramov I. I. (Belorussia), Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof.
 Andreev A. (UK), Cand. Sci. (Phys.-Math.), Prof.
 Astahov M. V., Dr. Sci. (Chem.), Prof.
 Baklanov M. R., Dr. Sci. (Chem.), Prof. (China)
 Basaev A. S., Cand. Sci. (Phys.-Math.)
 Gornev E. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof.
 Kalnov V. A., Cand. Sci. (Tech.)
 Karjakin A. A., Dr. Sci. (Chem.), Prof.
 Khabibullin R. A., Cand. Sci. (Phys.-Math.)
 Kuznetsov V. I., Dr. Sci. (Tech.) (Netherlands)
 Leonovich G. I., Dr. Sci. (Tech.), Prof.
 Panich A. E., Dr. Sci. (Tech.), Prof.
 Panin G. N., PhD, Prof. (South Korea)
 Pozhela K. (Lithuania), Dr. Sci. (Phys.-Math.)
 Ryzhii M. V., (Japan), Dr. Eng., Prof.
 Santos E. J. P., PhD, Prof. (Brasil)
 Shubarev V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof.
 Shashkin V. I., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof.
 Singh K., PhD (India)
 Telets V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof.
 Timoshenkov S. P., Dr. Sci. (Tech.)
 Vikulin V. V., Cand. Chem. Sci., Dr. Sci. (Tech.), Prof.

Editorial staff:

Antonov B. I. (Director Publ.)
 Lysenko A. V. (Executive secretary)
 Chugunova A. V.
 Fokin V. A., Cand. Sci. (Chem.)
 Shehetinkin D. A. (site)

The Journal is included in the international databases of the chemical sciences — Chemical Abstracts Service (CAS) and of the engineering sciences — INSPEC, and it is also indexed in the Russian Science Citation Index (RSCI) based on the Web of Science platform. The Journal is included in the Russian System of Science Citation Index and the List of Journals of the Higher Attestation Commission of Russia. Its articles have DOI and are printed in the Journal in Russian and English languages. The Journal is published under the scientific-methodical guidance of the Branch of Nanotechnologies and Information Technologies of the Russian Academy of Sciences.

CONTENTS

NANOTECHNOLOGY AND SCANNING PROBE MICROSCOPY

Belov V. S., Orlov A. P., Dudin A. A., Terentyev A. V. Study of Electro-physical Parameters of Contact CNT/Metal oxide/Metal to Improve Optical Rectenna 198

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

Pavlovets G. Ya., Meleshko V. Yu., Gladyshev A. I., Zhukov A. O. Efficient Technology for Production of Ultra Nanodispersed Powders 210

Kozlov G. V., Dolbin I. V. Efficiency of the Graphene as a Reinforcing Element of the Structure of the Polymer Nanocomposites 220

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Smolin V. K. Principles of Execution of Vacuum Micro-Triodes with Planar-End Cathodes 227

Cherepanov A. A., Novikov I. L., Vasiliev V. Yu. Read-Out Electronics for dc-SQUID Magnetometers. Part 2. Read-Out Systems and their Limitations 240

Karushkin N. F., Obukhov I. A., Smirnova E. A. Semiconductor Components and Electronic Technology Devices in the Short Wave Section of the Microwave Radiation. Part II 252

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

НАНОТЕХНОЛОГИИ И ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ NANOTECHNOLOGY AND SCANNING PROBE MICROSCOPY

УДК 621.382

DOI:10.17587/nmst.21.195-200

В. С. Белов, лаборант-исследователь, аспирант НИУ МИЭТ, belovvs@list.ru;
А. П. Орлов, науч. сотр., andreyorlov@mail.ru; **А. А. Дудин**, ст. науч. сотр., dudin.a@imne-ras.ru;
А. В. Терентьев, науч. сотр., terentievalexey@yandex.ru;
Институт нанотехнологий микроэлектроники Российской академии наук (ИНМЭ РАН), Москва

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ КОНТАКТА УНТ/ОКСИД МЕТАЛЛА/МЕТАЛЛ ДЛЯ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ОПТИЧЕСКИХ РЕКТЕНН

Поступила в редакцию 21.11.2018

Авторами была разработана и реализована методика, позволяющая извлечь из массива УНТ одиночную нанотрубку с помощью вольфрамового зонда. МДМ-структуры на основе углеродных нанотрубок, оксида металла и металла были реализованы в камере электронного микроскопа. Проведены электрические измерения структур УНТ/ Al_2O_3/Al , УНТ/ WO_x/W , УНТ/ TiO_x/Ti и построены их вольт-амперные характеристики. По полученным ВАХ были вычислены высоты потенциальных барьеров контактов УНТ/ Al_2O_3 , УНТ/ WO_x , УНТ/ TiO_x , Al_2O_3/Al , WO_x/W , TiO_x/Ti .

Ключевые слова: МДМ-структура, углеродные нанотрубки, ВАХ, преобразователь солнечной энергии, ректенна

Введение

Солнечная энергия как источник электроэнергии всегда привлекала внимание ученых. В последние 10–15 лет солнечная энергетика быстро развивалась и получила распространение в секторе электрогенерации. Однако используемые сейчас в солнечных панелях полупроводниковые фотоэлементы имеют небольшой КПД (менее 30 %) и высокую стоимость. Одним из перспективных путей увеличения КПД преобразователей солнечной энергии (ПСЭ) является создание их на основе наноантенн. Наноантенна или, как ее еще называют, ректенна — это устройство преобразования солнечной энергии в электрический ток, построенное по принципу выпрямляющей антенны, но работающее не в радиодиапазоне, а в оптическом диапазоне длин волн (400...800 нм) электромагнитного излучения [1–3].

Теория, лежащая в основе наноантенн, по существу та же, что описывает работу выпрямляющих антенн. Свет, падающий на антенну, вызывает колебания движущихся электронов в антенне с частотой, равной частоте входящего светового по-

тока. Это связано с колебаниями электрического поля входящей электромагнитной волны [4]. Движение электронов создает переменный ток в цепи антенны. Для преобразования переменного тока в постоянный нужно провести его детектирование с помощью выпрямительного диода. Резонансная частота антенны растет линейно с физическими размерами антенны в соответствии с простой теорией антенн СВЧ [5–7]. Так как 85 % солнечного спектра лежит в видимом и инфракрасном диапазоне [2], чтобы ректенна была эффективным накопителем солнечного света, она должна иметь элементы размером порядка сотен нанометров и выпрямлять на частотах терагерцового диапазона [3]. Современные диоды на основе $p-n$ -перехода и диоды Шоттки могут эффективно работать только на частотах менее 1 ТГц. Таким образом, для эффективного преобразования энергии нужно использовать альтернативные диоды.

В современных устройствах наноантенн используются туннельные диоды на основе переходов металл—диэлектрик—металл (МДМ), способные работать на высоких частотах порядка 100 ТГц.

Поэтому в отличие от полупроводниковых фотоэлементов ректенны имеют потенциальный КПД более 85 % и меньшую стоимость. Недостатком таких ректенн является то, что современные ректенны изготавливают дорогим и медленным методом электронно-лучевой литографии. Однако одним из методов создания ректенн без использования электронно-лучевой литографии является использование углеродных нанотрубок, имеющих высокие коэффициенты механической прочности, тепло- и электропроводности [8]. Таким образом, исследование по созданию ПСЭ на основе ректенн на базе УНТ в целях повышения КПД преобразователей солнечной энергии является актуальной темой.

Методика проведения эксперимента

Авторами была разработана методика, позволяющая создать контакт УНТ/оксид/металл в камере сканирующего электронного микроскопа. Образец с углеродными нанотрубками крепили к столику электронного микроскопа и помещали в его камеру. Одиночные УНТ отделяли от массива непосредственно в камере микроскопа. После выбора подходящей нанотрубки для исследования УНТ извлекали из массива и закрепляли на вольфрамовом зонде. Для этого с помощью манипулятора зонд подносили к трубке таким образом, чтобы меньшая ее часть касалась острия зонда сверху. Находясь в таком положении, трубка закреплялась на зонде путем осаждения платины из системы газовой инжекции микроскопа. После этого манипулятор с малой скоростью отодвигался от плоскости массива, вытаскивая трубку за собой. Далее свободный конец УНТ подносили к металлической площадке с оксидом на поверхности и осуществлялся контакт углеродной нанотрубки с металлическим слоем (рис. 1).

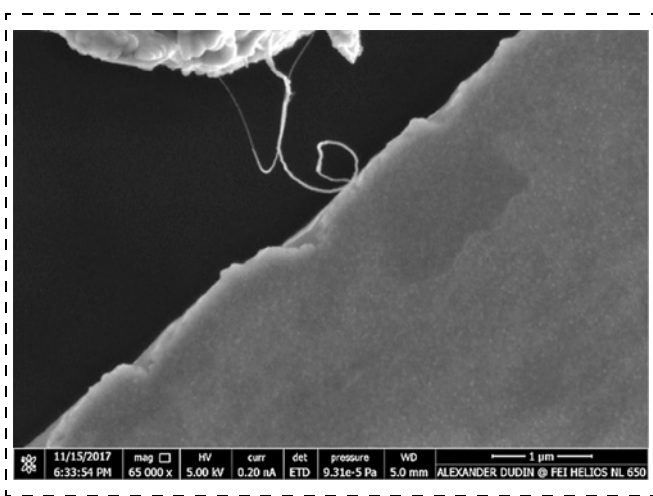


Рис. 1. СЭМ-изображение одного из контактов УНТ с металлическим слоем, имеющим естественный оксид
Fig. 1. SEM image of one of the CNT contacts with a metal layer having a natural oxide

Для изготовления контактных площадок на кремниевую пластину n -типа ($\rho_n \approx 0,001 \dots 0,005 \text{ Ом} \cdot \text{см}$) толщиной 460 мкм с оксидом кремния (SiO_2) толщиной 1,8 мкм осаждают металлы: вольфрам (W), алюминий (Al), титан (Ti). Металлы были выбраны ввиду различной работы выхода и технологических возможностей. Для осаждения металлов выбрана установка электронно-лучевого осаждения Evatec ВАК 501.

В качестве сканирующего микроскопа сверхвысокого разрешения использовали двухлучевую систему FEI HeliosNanoLab 650i. Рабочее давление в камере микроскопа находится в пределах $5 \cdot 10^{-5} \dots 1 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$, что хорошо подходит для измерений. Для закрепления УНТ на зонде использовалась система газовой инжекции для напыления платины с помощью электронного пучка. В камере микроскопа установлена зондовая система Kleindiek Nanotechnik с четырьмя отдельными независимыми манипуляторами. В каждом манипуляторе установлена электрохимически заточенная вольфрамовая иголка с радиусом острия около 500 нм. Для измерений электрических характеристик на постоянных токах был использован программируемый двухканальный источник-измеритель Source Meter 2634В фирмы Keithley (Textronk).

Результаты эксперимента

Были проведены электрические измерения контактов углеродной нанотрубки и алюминия, титана и вольфрама с естественными оксидами на поверхности. На рис. 2 представлена вольт-амперная характеристика контакта УНТ/ WO_x /W.

После чего была проведена обработка нелинейных ВАХ для вычисления высот потенциальных барьеров. Для этого экспериментальные результаты перестраиваются в координатах $\ln(J/AT^2) \cdot kT = f(V^{1/4})$ для определения высоты потенциального барьера [10–12]. Выражение для вольт-амперной характеристики имеет вид:

$$J = AT^2 \exp\left(-\frac{q(\varphi - \Delta\varphi_b)}{kT}\right) \left[\exp\left(\frac{4\sqrt{\frac{qV}{4\pi\epsilon_i\epsilon_0}}}{kT}\right) - 1 \right].$$

При напряжении смещения $U > 3kT$ и $\varphi > \Delta\varphi_b$ эта формула принимает вид:

$$J = AT^2 \exp\left(-\frac{q\varphi}{kT}\right) \left[\exp\left(\frac{4\sqrt{\frac{qV}{4\pi\epsilon_i\epsilon_0}}}{kT}\right) \right],$$

откуда

$$kT \ln\left(\frac{I}{sAT^2}\right) = -q\varphi + 4\sqrt{\frac{qV}{4\pi\epsilon_i\epsilon_0}}.$$

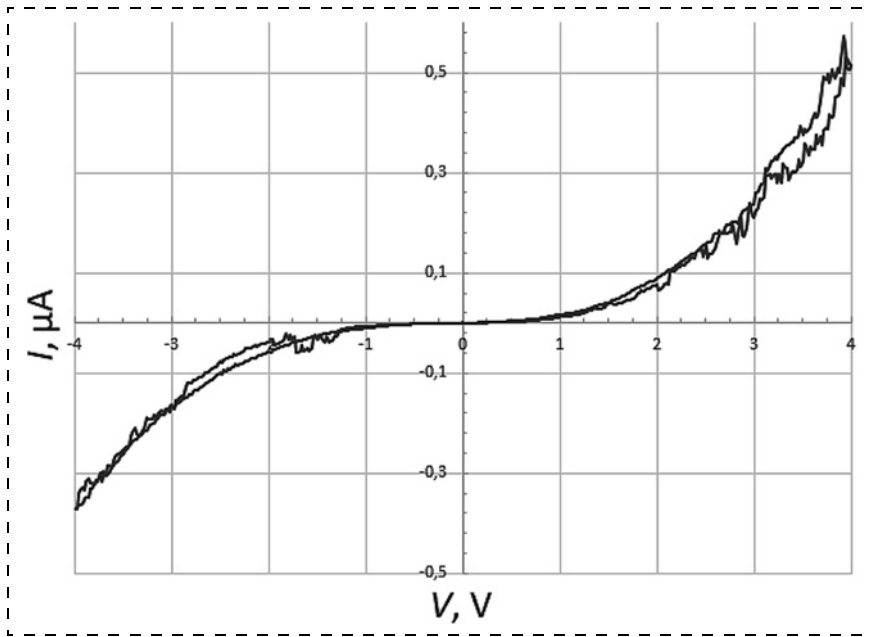


Рис. 2. ВАХ контакта УНТ/ WO_x /W

Fig. 2. CVC of CNT/ WO_x /W contact

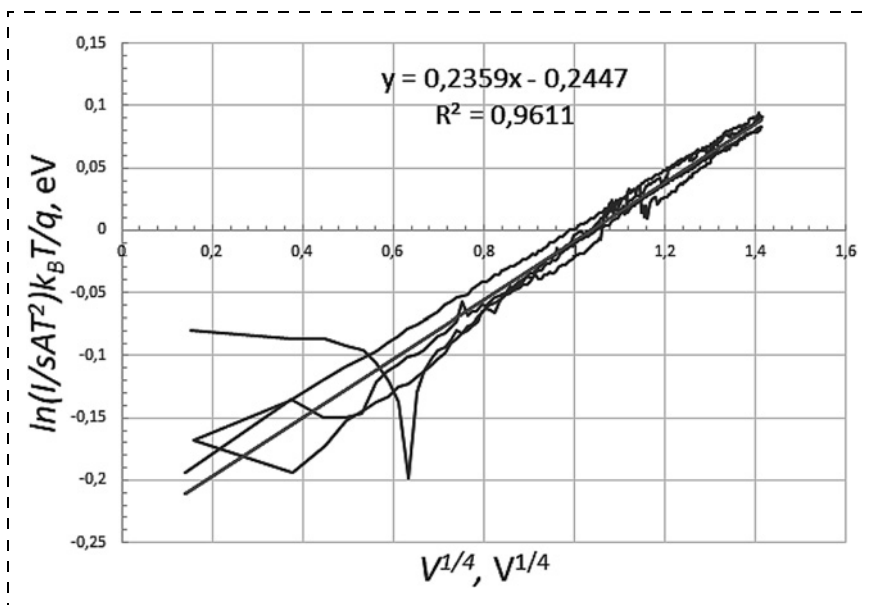


Рис. 3. Вольт-амперная характеристика в координатах $\ln(I/AT^2) \cdot kT$ от $V^{1/4}$ контакта УНТ/ WO_x /W

Fig. 3. CVC in coordinates $\ln(I/AT^2) \cdot kT$ from $V^{1/4}$ of CNT/ WO_x /W contact

Высота потенциальных барьеров контактов металл/диэлектрик и УНТ/диэлектрик
The height of the potential barriers of metal/dielectric and CNT/dielectric contacts

Контакт Contact	Высота потенциальных барьеров контактов, эВ Heights of the potential barriers of contacts, eV
CNT/ Al_2O_3	0,73
CNT/ WO_x	0,25
CNT/ TiO_x	0,29
Al/ Al_2O_3	1,9
W/ WO_x	0,25
Ti/ TiO_x	0,29

При $V = 0$ В высота потенциального барьера равна

$$\phi = -\frac{kT}{q} \ln\left(\frac{I}{sAT^2}\right),$$

где s — площадь поверхности касания нанотрубки; A — эффективная постоянная Ричардсона, равная $120 \frac{m^*}{m_0}$; m_0 — масса электрона; m^* — эффективная масса электрона в диэлектрике; T — температура нанотрубки; q — заряд электрона; ϕ — высота потенциального барьера, эВ; k — постоянная Больцмана; ϵ_i — диэлектрическая проницаемость; ϵ_0 — электрическая постоянная, $\Delta\phi_b$ — величина понижения потенциального барьера за счет сил действия сил зеркального изображения и электрического поля контакта.

Перестроенная вольт-амперная характеристика в координатах $\ln(I/A \cdot T^2) \cdot kT = f(V^{1/4})$ контакта УНТ/ WO_x /W показана на рис. 3.

В таблице указаны высоты потенциальных барьеров контактов металл/диэлектрик и УНТ/диэлектрик, определенные по экспериментальным ВАХ.

Заключение

Замечено, что на падение напряжения влияет разница между работой выхода металла и энергией электронного сродства диэлектрика, с уменьшением этой разницы уменьшается падение напряжения. Разница работ выхода металлов влияет на несимметричность ВАХ: с увеличением этой разности увеличивается несимметричность ВАХ [5]. В данной работе слабая несимметричность ВАХ обусловлена небольшой разницей между работой выхода УНТ и металлов.

Список литературы

1. Sharma A., Singh V., Bougher T. A carbon nanotube optical rectenna // Nature nanotechnology. 2015. N. 10. P. 1027–1032.

2. Коркиш Р., Гречен М., Пащер Т. Сбор солнечной энергии антеннами // Elsevier Science Ltd. 2003. N. 10. P. 1–7.
3. Kempa K., Rybezynski J., Huang Z. P. et al. Carbon nanotubes as optical antennae // Adv. Mater. 2007. Vol. 19, N. 3. P. 421–426.
4. Knight M. W., Sobhani H., Nordlander P., Halas N. J. Photodetection with active optical antennas // Science. 2011. Vol. 332. N. 6. P. 702–704.
5. Xu X., Brandes G. A. Method for fabricating large-area patterned carbon nanotube field emitters // Appl. Phys. 1999. Vol. 74. N. 17. P. 2549–2551.
6. Barkelid M., Zwiller V. Photocurrent generation in semiconducting and metallic carbon nanotubes // Nature Photon. 2014. N. 8. P. 47–51.
7. Novotny L. Antennas for light // Nature Photon. 2011. Vol. 237. N. 5. P. 83–90.
8. Nanot S., Hároz E. H., Kim J.-H., Hauge R. H. Optoelectronic properties of single-wall carbon nanotubes // Adv. Mater. 2011. Vol. 36. N. 24. P. 4977–4994.
9. De Heer W. A., Châtelain A., Ugarte D. A carbon nanotube field-emission electron source // Science. 1995. Vol. 270. P. 1179–1180.
10. Chalabi H., Schoen D., Brongersma M. L. Hot-electron photodetection with a plasmonic nanostripe antenna // Nano Lett. 2014. Vol. 14. N. 3. P. 1374–1380.
11. Brown W. C. Optimization of the efficiency and other properties of the rectenna element // In Proc. Microwave Symposium. 1976. IEEE-MTT-S International. P. 142–144.
12. Joshi S., Moddel G. Efficiency limits of rectenna solar cells: theory of broadband photon-assisted tunneling // Appl. Phys. 2013. Vol. 102. P. 83–91.
13. Periasamy S., Prakash M. Metal–insulator–metal diodes: Role of the insulator layer on the rectification performance // Advanced Materials. 2013. Vol. 25. N. 9. P. 1301–1308.
14. Bailey R. L. A proposed new concept for a solar-energy converter // J. Eng. Power. 1972. Vol. 94. P. 73–77.
15. Donchev E. The rectenna device: from theory to practice // MRS Energy Sustain. 2014. N. 1. P. 1–34.
16. Sanchez A., Davis J. C. F., Liu K. C., Javan A. The MOM tunneling diode: theoretical estimate of its performance at microwave and infrared frequencies // Appl. Phys. 1978. Vol. 49. P. 5270–5277.
17. Wang Y. Receiving and transmitting light-like radio waves: antenna effect in arrays of aligned carbon nanotubes // Appl. Phys. 2004. Vol. 85. P. 2607–2609.
18. Булярский С. В., Кудинцева Г. А. Механизм протекания тока в поверхностно-барьерных диодах Au–CdIn₂S₄ // ФТП. 1977. № 10. С. 2021–2025.
19. Булярский С. В., Желяпов С. В., Наградова И. А. и др. Определение параметров глубоких уровней в эпитаксиальных слоях GaP: ZnO с помощью двойных поверхностно-барьерных структур // ФТП. 1981. Т. 15. № 7. С. 1660–1662.
20. Леонтьев В. Л., Булярский С. В., Павлов А. А. Резонансные детекторы и антенны на основе углеродных нанотрубок, упруго закрепленных на обоих концах // Нано- и микросистемная техника. 2016. Т. 18, № 10. С. 595–603.

V. S. Belov, Laboratory Researcher, Postgraduate MIET, e-mail: belovvs@list.ru;
 A. P. Orlov, Researcher, e-mail: andreyorlov@mail.ru; A. A. Dudin, Researcher, e-mail: dudin.a@imne-ras.ru;
 A. V. Terentyev, Researcher, e-mail: terentievalexey@yandex.ru;
 Institute of Nanotechnology Microelectronics of Russian Academy of Sciences, Moscow, 115487,
 Russian Federation

Corresponding author:

Belov Vladislav S., Laboratory Researcher, Postgraduate MIET, e-mail: belovvs@list.ru; Institute of Nanotechnology Microelectronics of Russian Academy of Sciences, Moscow, 115487, Russian Federation

Study of Electro-physical Parameters of Contact CNT/Metal Oxide/Metal to Improve Optical Rectenna

Received on November 21, 2018

Accepted on December 14, 2018

The authors of the article developed and implemented a method for extracting a single nanotube from a CNT array using a tungsten probe. MDM structures based on carbon nanotubes, metal oxide and metal were introduced into the electron microscope chamber. Electrical measurements of the CNT/Al₂O₃/Al, CNT/WO_x/W, CNT/TiO_x/Ti structures were carried out and their current-voltage characteristics were obtained. In accordance with the IVC obtained, the heights of potential barriers of contacts CNT/Al₂O₃, CNT/WO_x, CNT/TiO_x, Al₂O₃/Al, WO_x/W, TiO_x/Ti were calculated.

Keywords: MIM-structure, carbon nanotubes, current–voltage characteristic, rectenna device, solar-energy converter

For citation:

Belov V. S., Orlov A. P., Dudin A. A., Terentyev A. V. Study of Electro-physical Parameters of Contact CNT/Metal oxide/Metal to Improve Optical Rectenna, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, pp. 195–200.

DOI: 10.17587/nmst.21.195-200

Introduction

Solar energy as a source of electricity has always attracted the attention of scientists. In 10–15 years, solar energy developed rapidly and became widespread in the power generation sector. However, currently used semiconductor photovoltaic cells have a small efficiency (less than 30 %) and high cost. One of the promising ways to increase the efficiency of solar energy converters (SEC) is to create them on the basis of nanoantennas. Nanoantenna or rectenna, as it is also called, is a device for converting solar energy into electric current, built on the principle of a rectifying antenna, but operating not in the radio band, but in the optical wavelength range (400...800 nm) of electromagnetic radiation [1–3].

The theory behind nanoantennas is essentially the same, which describes the work of a rectifying antenna. Light incident on the antenna causes oscillations of moving electrons in the antenna with a frequency equal to the frequency of the incoming light flux. This is due to the oscillations of the electric field of the incoming electromagnetic wave [4]. The movement of electrons creates an alternating current in the antenna circuit. To convert AC to DC, it is necessary to detect it using a rectifier diode. The resonant frequency of the antenna grows linearly with the physical dimensions of the antenna in accordance with the simple theory of microwave antennas [5–7]. Since 85 % of the solar spectrum lies in the visible and infrared range [2] in order for rectenna to be an effective accumulator of sunlight, it must have elements of the order of hundreds of nanometers in size and straighten at frequencies of the terahertz range [3].

Modern p – n junction diodes and Schottky diodes can only work effectively at frequencies below 1 THz. Thus, for efficient energy conversion, alternative diodes must be used.

The nanoantennas devices use tunnel diodes based on metal-insulator-metal (MIM) transitions, capable of operating at high frequencies of the order of 100 THz. Therefore, unlike semiconductor photovoltaic cells, rectennas have a potential efficiency of more than 85 % and lower cost. The disadvantage of such rectennas is that modern rectennas are made by expensive and slow method of electron beam lithography. However, one of the methods for creating rectennas without the use of electron-beam lithography is the use of carbon nanotubes having high coefficients of mechanical strength, heat and electrical conductivity [8]. Thus, the study on the creation of SEC on the basis of rectennas on the basis of CNT in order to increase the efficiency of solar energy converters is a hot topic.

The methodology of the experiment

The authors have developed a technique to create a contact of CNT/oxide/metal in the chamber of a scanning electron microscope. A sample with carbon nanotubes was attached to the table of the electron microscope and placed in its chamber. Single CNTs were separated from the array directly in the microscope chamber. After selecting a suitable nanotube for the study, the CNTs were removed from the array and fixed on a tungsten probe. To do this, using the manipulator, the probe was brought to the tube in such a way that a small part of it touched the tip of the probe from above. Being in this position, the tube was fixed on the probe by deposition of platinum from the gas injection system of the microscope. After that, the manipulator moved away from the plane of the array at a low speed, pulling out the tube behind it. Then, the free end of the CNT was brought to the metal platform with oxide on the surface and the carbon nanotube was contacted with the metal layer (fig. 1).

For the manufacture of contact pads, the metals are deposited on the n -type silicon wafer ($\rho_n \approx 0.001...0.005 \Omega \cdot \text{cm}$) of 460 μm thick with silicon oxide (SiO_2) of 1.8 μm thick: tungsten (W), aluminum (Al), titanium (Ti). Metals were chosen due to different work functions and technological capabilities. The installation of electron beam deposition Evatec BAK 501 was chosen for deposition of metals.

A two-beam system FEI HeliosNanoLab 650i was used as a super-resolution scanning microscope. The working pressure in the microscope chamber is within $5 \cdot 10^{-5}...1 \cdot 10^{-4}$ Pa, which is well suited for measurements. To fix the CNT on the probe, a gas injection system was used to spray platinum with an electron beam. Kleindiek Nanotechnik probe system is installed in the microscope chamber with four separate independent manipulators. An electrochemically tuned tungsten needle with a tip radius of about 500 nm is installed in each manipulator. Keithley (Tetronk) programmable two-channel source-meter SourceMeter 2634B was used to measure electrical characteristics at constant currents.

The experimental results

Electrical measurements were made of the contacts of a carbon nanotube and aluminum, titanium and tungsten with natural oxides on the surface. Fig. 2 shows the current-voltage characteristics of the contact CNT/ WO_x /W.

After that, nonlinear CVC characteristics were processed to calculate the heights of potential barriers. For this, the experimental results were rebuilt in the coordinates $\ln(J/AT^2) \cdot kT = f(V^{1/4})$ to determine the

height of the potential barrier [10–12]. The expression for the current-voltage characteristic is:

$$J = AT^2 \exp\left(-\frac{q(\varphi - \Delta\varphi_b)}{kT}\right) \left[\exp\left(\frac{4\sqrt{\frac{qV}{4\pi\epsilon_i\epsilon_0}}}{kT}\right) - 1 \right].$$

At the bias voltage $U > 3kT$ and $\varphi_0 > \Delta\varphi_b$, this formula takes the form:

$$J = AT^2 \exp\left(-\frac{q\varphi}{kT}\right) \left[\exp\left(\frac{4\sqrt{\frac{qV}{4\pi\epsilon_i\epsilon_0}}}{kT}\right) \right].$$

From where

$$kT \ln\left(\frac{I}{sAT^2}\right) = -q\varphi + 4\sqrt{\frac{qV}{4\pi\epsilon_i\epsilon_0}}.$$

When $V = 0$ V, the height of the potential barrier

$$\varphi = -\frac{kT}{q} \ln\left(\frac{I}{sAT^2}\right),$$

where s is the touch surface area of the nanotube; A is the effective Richardson constant, equal to $120m^*/m_0$; m_0 is the electron mass, m^* — is the effective electron mass in the dielectric; T — nanotube temperature; q — electron charge; φ — the height of the potential barrier in eV, k is the Boltzmann constant.

The rebuilt volt-ampere characteristic in the coordinates $\ln(J/AT^2) \cdot kT = f(V^{1/4})$ of the contact of CNT/WO_x/W is shown in fig. 3.

The table shows the heights of the potential barriers of the metal/dielectric and CNT/dielectric contacts, determined from the experimental current-voltage characteristics.

Conclusion

It has been observed that the voltage drop is influenced by the difference between the work function of the metal and the electron affinity energy of the dielectric, with a decrease in this difference the voltage drop decreases. The difference in the work of metal output affects the asymmetry of the CVC characteristic; with an increase in this difference, the asymmetry of the CVC characteristic increases [5]. In this work the weak asymmetry of the CVC is caused by the small difference between the work function of CNTs and metals.

References

1. Sharma A., Singh V., Bougher T. A carbon nanotube optical rectenna, *Nature nanotechnology*, 2015, no. 10, pp. 1027–1032.
2. Korkish R., Green M., Paccor T. Sbor solnechnoj energii antennami, *Elsevier Science Ltd*, 2003, no. 10, pp. 1–7 (in Russian).
3. Kempa K., Rybezynski J., Huang Z. P. et al. Carbon nanotubes as optical antenna, *Adv. Mater*, 2017, vol. 19, no. 3, pp. 421–426.
4. Knight M. W., Sobhani H., Nordlander P., Halas N. J. Photodetection with active optical antennas, *Science*, 2011, vol. 332, no. 6, pp. 702–704.
5. Xu X., Brandes G. A. Method for fabricating large-area patterned carbon nanotube field emitters, *Appl. Phys.*, 1999, vol. 74, no. 17, pp. 2549–2551.
6. Barkelid M., Zwiller V. Photocurrent generation in semi-conducting and metallic carbon nanotubes, *Nature Photon*, 2014, no. 8, pp. 47–51.
7. Novotny L. Antennas for light, *Nature Photon*, 2011, vol. 236, no. 5, pp. 83–90.
8. Nanot S., Hároz E. H., Kim J.-H., Hauge R. H. Opto-electronic properties of single-wall carbon nanotubes, *Adv. Mater.*, 2011, vol. 36, no. 24, pp. 4977–4994.
9. De Heer W. A., Châtelain A., Ugarte D. A carbon nanotube field-emission electron source, *Science*, 1995, vol. 270, pp. 1179–1180.
10. Chalabi H., Schoen D., Brongersma M. L. Hot-electron photodetection with a plasmonic nanostripe antenna, *Nano Lett.*, 2014, vol. 14, no. 3, pp. 1374–1380.
11. Brown W. C. Optimization of the efficiency and other properties of the rectenna element, *In Proc. Microwave Symposium, 1976, IEEE-MTT-S International*, pp. 142–144.
12. Joshi S., Moddel G. Efficiency limits of rectenna solar cells: theory of broadband photon-assisted tunneling, *Appl. Phys.*, 2013, vol. 102, pp. 83–91.
13. Periasamy S., Prakash M. Metal–insulator–metal diodes: Role of the insulator layer on the rectification performance, *Advanced Materials*, 2013, vol. 25, no. 9, pp. 1301–1308.
14. Bailey R. L. A proposed new concept for a solar-energy converter, *J. Eng. Power*, 1972, vol. 94, pp. 73–77.
15. Donchev E. The rectenna device: from theory to practice, *MRS Energy Sustain*, 2014, no. 1, pp. 1–34.
16. Sanchez A., Davis J. C. F., Liu K. C., Javan A. The MOM tunneling diode: theoretical estimate of its performance at microwave and infrared frequencies, *Appl. Phys.*, 1978, vol. 49, pp. 5270–5277.
17. Wang Y. Receiving and transmitting light-like radio waves: antenna effect in arrays of aligned carbon nanotubes, *Appl. Phys.*, 2004, vol. 85, pp. 2607–2609.
18. Bulyarskij S. V., Kudinceva G. A. Mekhanizm protekaniya toka v poverhnostno-bar'ernyh diodah Au-CdIn2S4, *FTP*, 1977, no. 10, pp. 2021–2025 (in Russian).
19. Bulyarskij S. V., Zhelyapov G. I., Nagradova I. A. et al. Opredelenie parametrov glubokih urovnej v epitaksial'nyh sloyah GaP: ZnO s pomoshch'yu dvoynyh poverhnostno-bar'ernyh struktur, *FTP*, 1981, vol. 15, no. 7, pp. 1660–1662 (in Russian).
20. Leont'ev B. L., Bulyarskij S. V., Pavlov A. A. Rezonansnye detektory i anteny na osnove uglerodnyh nanotrubok up-rugo zakreplennyh na oboih koncah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2016, vol. 18, no. 10, pp. 595–603 (in Russian).

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

УДК 67.02:47.09.48

DOI: 10.17587/nmst.21.201-216

Г. Я. Павловец, д-р техн. наук, ст. науч. сотр.,

В. Ю. Мелешко, д-р техн. наук, ст. науч. сотр., e-mail: icp@chph.ras.ru,

Институт химической физики имени Н. Н. Семенова РАН, г. Москва

А. И. Гладышев, д-р техн. наук, начальник отд., e-mail: arvsn@mil.ru,

Военная академия РВСН имени Петра Великого, г. Балашиха, Московская обл.

А. О. Жуков, д-р техн. наук, гл. науч. сотр., e-mail: aozhukov@mail.ru

Институт астрономии РАН, ГАИШ МГУ, МИРЭА, г. Москва

ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА УЛЬТРАНАНОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ

Поступила в редакцию 07.11.2018

Рассмотрена технологическая установка электродуговой плазменной переконденсации металлосодержащих порошков с газовихревой стабилизацией плазмы, которая позволяет существенно повысить производительность за счет организации непрерывного технологического процесса. Это обеспечивается замкнутостью технологического цикла, защитой стенок электродугового испарителя от "зарастания" нанодисперсными частицами путем формирования газовихревых потоков, а также периодической выгрузкой получаемых порошков без остановки устройства в целом. Данная технологическая схема позволяет обеспечить требуемое качество ультра- и нанодисперсных металлических порошков и их модификаций за счет устранения их полифракционности, увеличения содержания основного продукта и модифицирующих добавок.

Ключевые слова: газовихревая стабилизация, нанопорошки, плазменная переконденсация

Введение

Эффективность применения ультра- и нанодисперсных порошков в составе различных материалов во многом определяется технологией их производства, определяющей характеристики готовой продукции. Известные результаты исследований свидетельствуют о том, что наиболее значимыми характеристиками являются содержание основного продукта в порошке, его удельная поверхность, форма и среднемассовый размер частиц, фракционное распределение по дисперсности, а также стоимостные показатели.

В настоящее время в мире имеется множество (десятки и сотни) способов получения ультра- и нанодисперсных порошков [1—8], имеющих свои преимущества и недостатки. В идеальном случае способы и технологии их получения должны обеспечивать:

— возможность получения широкого спектра нанопорошков различной химической природы;

— широкий диапазон размеров частиц в условиях надежного контроля и управления параметрами процесса;

— задаваемое и контролируемое распределение частиц по размерам;

— защиту поверхности частиц покрытиями, предотвращающими самопроизвольное возгорание, спекание и гарантирующими стабильность их физико-химических свойств;

— высокую производительность и экономичность технологии;

— воспроизводимость контролируемого химического и фракционного состава.

Анализ известных технических решений показывает, что наибольший практический интерес представляют способы, основанные на процессах испарения в плазме и на конденсации.

Плазменные способы получения конденсационных ультра- и нанодисперсных частиц составляют особую группу. Они основаны на плазменном нагреве исходного сырья, переводе его в паробраз-

ное состояние, резком охлаждении пара или парогазовой смеси в объеме с образованием аэрозольной системы, состоящей из твердых ультрали нанодисперсных частиц металлов, которые улавливают различными методами.

Для формирования плазмы можно использовать дуговые, высокочастотные (ВЧ) и сверхвысокочастотные (СВЧ) испарители. Наряду с определенными преимуществами способы ВЧ и СВЧ плазменной переcondенсации имеют ряд существенных недостатков. К их числу следует отнести высокую удельную энергоемкость ($0,3...1,0 \text{ мВт} \cdot \text{ч/кг}$), относительно низкую производительность (не более $0,4...0,5 \text{ кг/ч}$ без учета времени на технологические операции выгрузки нанопорошков и приведения оборудования в исходное состояние), разброс по дисперсности ($0,01...30 \text{ мкм}$) получаемых частиц с образованием спеков и агломератов, относительно низкое (до $80...90 \%$) содержание в конечном продукте целевого соединения. Эти недостатки прежде всего связаны с большими теплопотерями, конденсацией частиц на стенках плазмотрона и попаданием неиспарившегося исходного сырья в конечный продукт.

Кардинальное решение данной проблемы стало возможным с разработкой плазменного испарителя с газовихревой стабилизацией плазмы. Плазменный испаритель, в котором перерабатываемое сырье вводится в зону электрической дуги, позволяет снизить осевую скорость плазмообразующего газа до 10 м/с при сохранении температурных параметров плазмы, как и в традиционных плазмотронах, при этом длина реакционной зоны уменьшается на порядок. Использование вихревой стабилизации электродуговой плазмы обеспечивает возможность разработки технологической установки по получению нанопорошков путем переработки крупнодисперсных порошков.

Выбор рабочего варианта испарительной камеры электродугового испарителя сделан на основе анализа и экспериментальной оценки различных схем испарителей. При этом разработаны способы организации ввода сырья в плазму и удержания этого сырья в высокотемпературной зоне до полной конверсии или выведения неиспарившейся части сырья.

Анализ существующих способов получения высокодисперсных порошков металлов показывает, что для организации высокопроизводительной экологически безопасной технологии получения нанопорошков с заданным комплексом характеристик и свойств необходимо иметь замкнутую схему производства данных продуктов. Технологическая схема должна включать в себя узлы и аппараты, позволяющие перерабатывать сырье и улавливать конечный продукт без выброса его в атмосферу.

Электродуговая плазменная установка

Обобщение данных о преимуществах и недостатках известных и используемых на практике технологических схем позволило сделать вывод, что активация металлических порошков наиболее эффективно может быть обеспечена при формировании технологической установки по замкнутому циклу. Такое техническое решение позволяет повысить качество нанопорошка, исключив его контакт с атмосферой, обеспечить экологическую чистоту производства, снижение себестоимости конечного продукта и повышение производительности установки за счет непрерывности процесса [9—12].

Реализация способа получения нанодисперсных порошков электродуговой плазменной переcondенсацией с требуемым комплексом характеристик конечной продукции обеспечивается путем формирования замкнутой технологической схемы установки при газовихревой стабилизации электродуговой плазменной зоны, сочетании газовихревой сепарации частиц с отделением получаемого продукта в циклонах и на фильтрующей ткани, использовании аргона в качестве основного технологического плазмообразующего и закалочного газа.

Практическое осуществление предложенного решения обеспечивается при включении в замкнутую технологическую схему основных элементов, показанных на рис. 1.

Замкнутый технологический цикл данной установки, исключаящий контакт окружающей атмосферы с технологическим газом (аргоном) и другими плазмообразующими газами, с сырьем, металлическим порошком с размером частиц до 100 мкм и получаемым продуктом, обеспечивается тем, что все входящие в установку узлы и элементы герметичны, а технологический газ перемещается по определенной замкнутой схеме с последовательно-параллельным соединением элементов установки.

Формирование вихря в испарителе обеспечивается подачей технологического газа через узел газовихревой стабилизации плазменного потока, в котором через отверстия газ тангенциально относительно цилиндра испарителя подается под крышку, являющуюся одновременно катодом.

Электрическая дуга с регулируемыми вольтамперными характеристиками образуется между вольфрамовыми стержнями, один из которых (катод) крепится на крышке испарителя, изолированного от нее, а другой (анод) — на цилиндрической части испарителя, а также возможна фиксация дуги уступом. Дуга стабилизируется, т. е. устойчиво удерживается в зоне оси цилиндра испарителя образующимся газовихревым потоком. При оптимальной протяженности (отношении длины плаз-

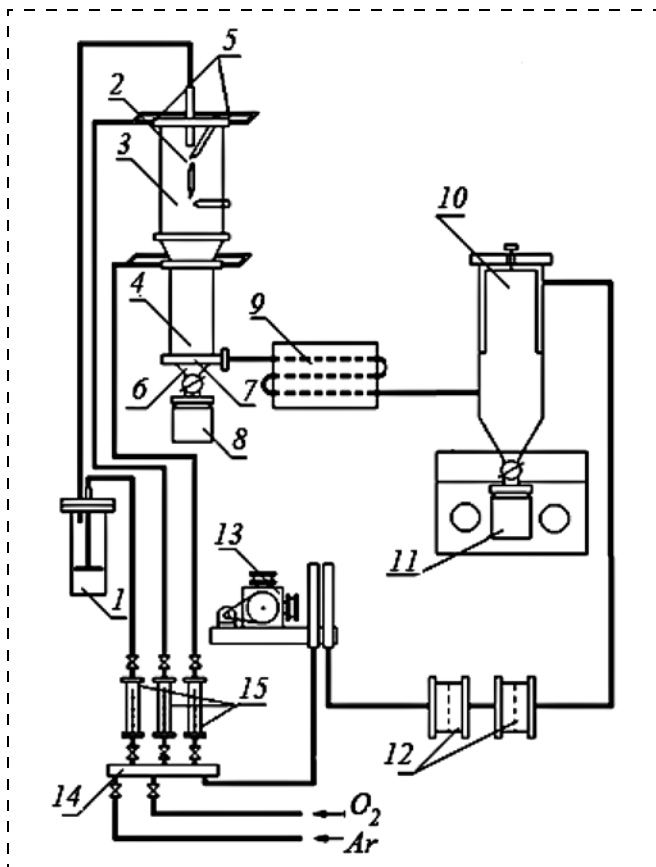


Рис. 1. Технологическая схема электродуговой плазменной установки с замкнутым циклом: 1 — дозатор; 2 — плазменный испаритель — конденсатор; 3 — электродуговой испаритель; 4 — конденсатор; 5 — узел газовихревой стабилизации плазменного потока; 6 — узел улавливания и выведения неиспарившегося сырья; 7 — узел выведения аэрозольного потока из конденсатора; 8 — сборник неиспарившегося сырья; 9 — холодильник; 10 — система циклонов, классификаторов и фильтров; 11 — сборник продукта; 12 — санитарный фильтр; 13 — компрессор; 14 — накопитель газов (ресивер); 15 — ротаметры

Fig. 1. Technological circuit of the electric arc plasma installation with a closed cycle: 1 — dispenser; 2 — plasma evaporator — condenser; 3 — electric arc evaporator; 4 — condenser; 5 — unit of the individual gaseous — vortex stabilization of the plasma flow; 6 — unit for trapping and removal of the non — evaporated raw material; 7 — unit for excretion of the aerosol flow from the condenser; 8 — collector for the non-evaporated raw material; 9 — refrigerator; 10 — system of cyclones, classifiers and filters; 11 — product collector; 12 — sanitary filter; 13 — compressor; 14 — gas storage (receiver); 15 — rotameters

менной струи к ее диаметру) и устойчивом течении плазменной струи обеспечивается такой уровень вкладываемой в газ энергии (не более 35 кВт · ч на 1 кг сырья), который необходим на нагрев, испарение частиц вводимого в плазму порошка металла, других соединений или модифицирующих добавок и нагрев уходящего из камеры газа.

Организация процесса испарения порошка сырья путем стабилизации плазмы, находящейся в испарителе внутри вихря, кроме того, обеспечивает защиту стенок аппарата от зарастания аэрозолем, уменьшает тепловые потери и повышает степень испарения исходного сырья. Это, в свою

очередь, позволяет организовать непрерывный процесс испарения исходного порошка в плазме, повысить производительность установки и увеличить ресурс непрерывной ее работы.

Парогазовый поток из зоны плазмы поступает в конденсатор, где проходя через сопло и расширяясь в объем, дополнительно охлаждается технологическим газом, подаваемым радиально потоку через отверстия из блока распределения и регулирования расхода газов через ротаметр и вентиль. Происходит конденсация паров получаемого конечного продукта со скоростью не менее 10^6 К/с.

Образующийся аэрозольный поток (нанодисперсные частицы и технологический газ) через узел его выведения из конденсатора поступает в холодильник — теплообменник с водоохлаждаемой рубашкой. Охлажденный до температуры 20...30 °С аэрозольный поток из холодильника попадает в объем циклонов и рабочего фильтра, где происходит улавливание нанодисперсного порошка. Технологический газ дополнительно очищается с помощью санитарных фильтров (например, ткани Петрянова), поступает в накопитель газов и далее после компремирования с помощью мембранного компрессора подается в накопитель газов, а из него в блок распределения и регулирования расхода технологических газов. Таким образом, технологический цикл установки замыкается и обеспечивается его экологическая чистота.

Сохранение активной составляющей металлического порошка и предотвращение его самовоспламенения обеспечивается на установке с предлагаемой технологической схемой благодаря тому, что без остановки процесса в целом проводится периодическая выгрузка получаемого продукта из циклонов и с фильтрующей ткани рабочего фильтра без нарушения герметичности технологической установки. Операция выполняется в герметичном боксе, заполненном инертным газом (например, азотом). После герметизации сборник с продуктом выводится из бокса.

Дозирование сырья

Особенностью сыпучих дисперсных материалов является склонность их к зависанию, сводообразованию и слеживанию при дозировании.

Наиболее значительным недостатком существующих дозирующих устройств является малая точность дозирования, обусловленная сильной зависимостью расхода порошка от самопроизвольных колебаний системы дозирования (пульсации пневмотранспортного газа, образование и разрушение коагулятов в порошке). В связи с тем, что качество получаемого продукта с применением плазменной технологии существенно зависит от концентрации

сырья в плазме, дозаторы должны удовлетворять следующим основным требованиям:

- подача дозируемого материала должна быть равномерной и по возможности исключать пульсацию, фиксируемую визуально (проверяется характером выброса сырья из дозатора в атмосферу при его работе);
- подача сырья должна осуществляться с установленным расходом и контролироваться в процессе дозирования.

Ввиду существенного различия физико-химических свойств применяемых порошков, зависящих от гранулометрического состава примесей и рода материала, процесс дозирования превращается в одну из серьезных задач, которую необходимо решать перед изучением конкретного процесса плазменной переработки материала.

Была исследована возможность работы с известными дозирующими устройствами, такими как вибрационный, шнековый, поршневой, и с оживающим элементом — газовыми струями.

Наиболее надежное и равномерное дозирование обеспечивается на поршневом дозаторе и дозаторе с оживающим устройством. Поршневой дозатор хорошо работает с любыми материалами, используемыми для наработки продукции, но плохо масштабируется, т. е. он в основном применим к лабораторным установкам. Дозатор с оживающим устройством хорошо моделируется до опытно-промышленных масштабов, однако неудовлетворительно работает с порошковыми материалами, обладающими плохой сыпучестью, что можно устранить предварительной подготовкой порошков, придав им хорошую сыпучесть.

Основные узлы плазменного испарителя

Проблема конструирования плазменных испарителей заключается в том, чтобы обеспечить наиболее полное внедрение сырья в плазменный поток, уменьшить действия различного рода факторов, приводящих к миграции дисперсной фазы из зоны переработки, устранить зарастание твердой фазой узлов ввода сырья, электродов, стенок реакционной камеры и выходной диафрагмы, обеспечив при этом достаточно длительный ресурс работы испарителя.

Сумма отдельных решений, апробированных на нескольких моделях, однозначно определила конструктивный вариант, который потребовал экспериментальной доводки.

Оптимальным в наиболее перспективном варианте следует рассматривать испаритель, включающий:

— ввод порошкового сырья непосредственно в дуговой канал;

— ввод порошкового сырья по оси вихревой камеры;

— применение стержневых электродов;

— стабилизацию электродуговой плазмы по центру реакционной камеры.

Особое состояние плазмы в вихревой камере — локализация ее на большом расстоянии от стенок — накладывает и особые требования к конструкциям узлов, расположенных в реакционном объеме.

Пневмотранспортный и катодный узлы конструктивно расположены на верхней крышке. При выборе схемы подачи сырья пневмотранспортным способом по оси вихревой камеры как наиболее оптимальной (подача под углом к оси камеры требует рассматривать в каждом конкретном случае взаимодействие потоков плазмы и пневмотранспортного потока), в разработанной конструкции плазменного испарителя катод пришлось сместить от оси на некоторое расстояние.

Второй особенностью катодного узла является выявление наиболее благоприятной точки привязки дуги в реакционном пространстве. Необходимость решения этой задачи вызвана тем, что в вихревой камере существуют обратные течения. Около верхней крышки газовые потоки разворачиваются, а дисперсная фаза по инерции попадает на крышку. При наличии горячей зоны на крышке (катодное пятно) порошок подплавляется или спекается в этом месте и происходит его отложение в горячей зоне. Как показывают эксперименты, катодные узлы зарастают даже при наличии защитной газовой завесы (чистый газ), создаваемой вокруг точки привязки дуги.

Разработан катодный узел, в котором пневмотранспортный узел совмещен с крышкой и изготавливается из меди. За счет хорошей теплопроводности меди узел сделан массивным, вода далеко отнесена от зоны возможной посадки дуги. Изоляция пневмотранспортной трубки от крышки не требуется.

При установке нескольких вольфрамовых стержней на одном диаметре катодного узла ресурс работы катодного узла увеличивается ровно во столько раз, сколько стержней установлено. Стержни желательнее устанавливать друг против друга. Неплохим вариантом является установка четырех стержней. Их удобно крепить, при этом не происходит зарастания пневмотранспортного узла и при необходимости стержни доступны для чистки.

Рабочий конец стержневого анода через корпус испарителя вынесен на границу плазменного потока. Необходимость такого расположения обусловлена рядом причин. Во-первых, устраняется контакт точки привязки дуги с порошком, мигрировавшим из плазмы и отброшенным вихрем на

стенку. Во-вторых, обеспечивается фиксация конца дуги на нем при горении электрической дуги даже без изоляции его корпуса. Последнее особенно важно при используемой системе зажигания дуги: дуга зажигается в зазоре между крышкой и корпусом испарителя и выдувается газовым вихрем на электроды.

В процессе оптимизации испарителя в целях удешевления изготовления анодных узлов, устранения попадания охлаждаемой воды в систему и уменьшения газодинамических возмущений в реакционной камере сделан расчет оптимального диаметра радиатора анодного стержня и определена максимальная длина, на которую возможно удаление охлаждающей воды.

Рабочий вольфрамовый стержень с частью радиатора можно сделать съемным. Замена его на новый не требует изготовления части радиатора, охлаждаемой водой. Ресурс работы достигает при этом 250...300 ч, что установлено экспериментально.

Конструкция испарителя

Для увеличения ресурса непрерывной работы испарителя, улучшения классификации получаемого продукта была разработана схема вывода переработанного сырья непосредственно из испарителя.

По этой схеме часть сырья, выброшенная из плазменной зоны испарителя, попадает в периферийную зону и вместе с вихревым (стабилизирующим) газом попадает в нижнюю часть испарителя, где расположена камера улавливания. Из камеры улавливания сырье через отверстия вместе с частью стабилизирующего газа поступает в циклон, где порошок осаждается, а газ, пройдя тканевый фильтр, возвращается в цикл.

По мере накопления сырья в циклоне проводится периодическая его выгрузка. Экспериментально установлено, что полный вывод переработанного сырья из испарителя обеспечивается при условии, что расход газа составляет 10...12 % от расхода стабилизирующего газа. Вывод такого количества газа через камеру улавливания не оказывает значительного влияния ни на стабилизацию плазмы, ни на защиту конфузора, ни на тепловой режим испарителя.

Материальный баланс переконденсации исходного порошка и микроскопический анализ сырья, выводимого из испарителя, показывает, что количество сырья, выброшенного из плазменной зоны испарителя при работе на аргоне, составляет 5...10 % от общего количества сырья, подаваемого на испаритель, а размер частиц выводимой фракции 25...50 мкм.

Улавливание порошков

Улавливание порошков как при их получении, так и использовании осуществляется на практике различными способами. Наиболее распространено улавливание мелких порошков и пыли путем фильтрации запыленных потоков через ткань, бумагу, стеклянную или хлопчатобумажную вату, слой кускового материала и т. п. Также широкое применение в промышленности нашли методы электростатического улавливания порошков в электрофильтрах. Кроме того, улавливание порошков проводят методами мокрого и инерционного улавливания в скрубберах, циклонах и инерционных улавливателях.

В связи с уникальными свойствами нанодисперсных металлосодержащих порошков (повышенной химической активностью, малыми размерами) эффективное улавливание их без изменения физико-химических свойств легче всего, как показывает анализ, организовать с помощью плотных тканевых фильтров или циклонов с большими тангенциальными ускорениями.

В целях подбора фильтрующих тканей, обладающих удовлетворительной степенью улавливания дисперсных порошков и легко освобождаемых от дисперсных материалов при встряхивании, были проведены испытания нескольких видов ткани, в том числе стеклоткани, байки чистошерстяной, хлопчатобумажной — типа "бельтинг" и ткани лавсановой.

Наиболее полно удовлетворяет требованиям к процессу улавливания дисперсных порошков и очистки фильтрующей поверхности лавсановая ткань, артикула 56049 или 56050.

Экспериментально установлено, что узел улавливания, сформированный на основе лавсановой ткани в качестве фильтрующего материала, характеризуется следующими оптимальными значениями:

- газовая нагрузка на фильтр — 100...125 нм³/ч;
- перепад давления для чистой ткани — 20...40 мм рт. ст.;
- максимально допустимый перепад давления — 200...280 мм рт. ст.;
- процент улавливания порошка после "созревания" фильтрующей ткани не менее 99 %.

В настоящее время улавливание нанодисперсных порошков в технологических схемах выполняется рукавными тканевыми фильтрами. Узлы улавливания даже при относительно небольших поверхностях улавливания ($F = 1,2 \text{ м}^2$) отличаются большими габаритными размерами и сложностью в связи с наличием узлов встряхивания, побудителей и специальной запорной арматуры.

После улавливания 1,5...2,0 кг нанопорошка перепад на фильтре становится большим и для

продолжения дальнейшей наработки необходима его очистка. Выгрузка с фильтра требует отключения его (по газу) от системы, т. е. необходимо или прервать процесс, или переходить на резервный фильтр. При производительности установки 2 кг/ч и выше стадия выгрузки становится трудоемкой. В связи с этим были начаты работы с циклонными уловителями, основное назначение которых — снизить нагрузку на рукавные фильтры и уменьшить частоту выгрузки из них продукта.

Экспериментальные исследования циклонных уловителей нанопорошка были проведены на установке, состоящей из вихревой камеры, газовой рампы, дозатора поршневого типа и фильтра улавливания рукавного типа.

Анализ полученных результатов показывает, что существует реальная возможность улавливания на циклонах до 80 % нанопорошка. Таким образом, использование циклонов для улавливания нанопорошка в несколько раз увеличивает время непрерывной работы фильтров и существенно облегчает решение проблемы выгрузки полученных порошков из технологической установки через сборники продукта из бокса, продуваемого инертным газом (например, азотом).

В существующих конструкциях электродуговых плазмотронов и плазменных реакторов катодные узлы выполнены в одной плоскости ("заподлицо") с несущей конструкцией и главной идеей конструкции является максимальная теплоотдача с катода, чтобы электрическая дуга работала с "точки" хорошо охлаждаемого катода для уменьшения эрозии рабочего элемента.

В предлагаемой конструкции катод находится на крышке испарителя и вынесен на границу плазмы, сырье подается также с крышки, но по оси испарителя. Нахождение катода на границе плазмы обусловлено тем, что на крышке существуют очень сильные пристенные течения, направленные к центру камеры, и работа электрической дуги в непосредственной близости к каналу подачи сырья неминуемо "заплавит" этот канал. Новыми техническими решениями в предлагаемой конструкции являются следующие.

1. Вынос катода на границу плазменной зоны, исключая забивку пневмотранспорта.

2. Катод и пневмотранспорт находятся в охлаждаемой зоне, что позволяет избежать местного нагрева в зоне подачи сырья и крепления катода.

3. Вольфрамовый стержень катода помещен в графитовую "рубашку", что увеличивает срок службы электрода в 3...5 раз по отношению к работе непосредственно одного вольфрамового стержня без "рубашки". Вольфрамовые стержни, применяемые при работе катода, имеют диаметр 4...8 мм.

Использование данных катодов обеспечивает газовихревую стабилизацию плазменной струи, поз-

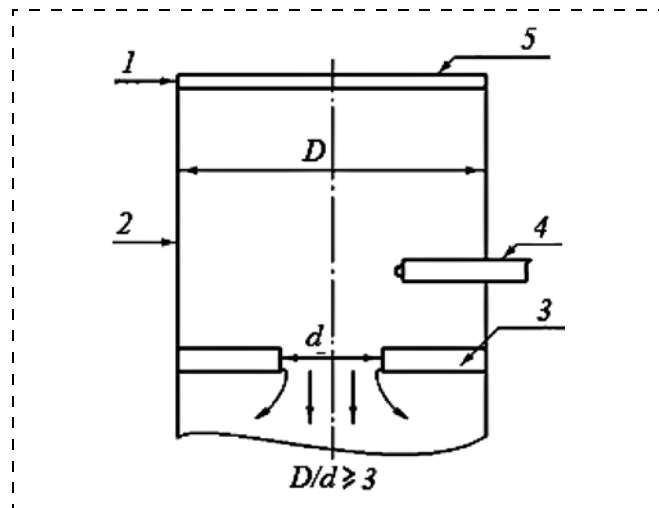


Рис. 2. Соотношение геометрических размеров плазменного испарителя: 1 — подача газа; 2 — стенка камеры; 3 — конфузор; 4 — анод; 5 — крышка

Fig. 2. Correlation of the geometric dimensions of the plasma evaporator — condenser: 1 — gas supply; 2 — chamber wall; 3 — confusor; 4 — anode; 5 — cover

воляет улучшить качество ультра- и нанопорошков, приводит к повышению экономичности за счет увеличения ресурса работы электрода.

При разработке способа получения ультра- и нанодисперсных металлсодержащих порошков по технологии электродуговой плазменной переконденсации были установлены следующие закономерности.

1. Течения в протяженных вихревых камерах, типа циклонных, существенно меняются в зависимости от соотношения внутреннего диаметра вихревой камеры D и внутреннего диаметра выходного отверстия d (рис. 2). При соотношении $D/d < 3$ течения либо неустойчивы, либо подчиняются закону квазитвердого вращения, т. е. отношение угловой скорости к радиусу камеры является величиной постоянной ($\omega/R = \text{const}$).

Таким образом, при изменении радиуса камеры угловая скорость технологического газа также изменяется, но их соотношение ω/R является величиной постоянной и зависит только от значения скорости подачи технологического газа. Картина резко меняется при $D/d \geq 3$. В этом случае течение подчиняется закону сохранения импульса, т. е. $\omega R = \text{const}$; т. е. при уменьшении радиуса скорость растет. Таким образом, все предлагаемые к использованию испарители-конденсаторы выполнены по соотношению $D/d \geq 3$.

2. С изменением длины и объема камеры вследствие трения на стенках угловая скорость по ее длине падает, что также необходимо учитывать. Кроме того, параметры по длине и объему для каждого испарителя индивидуальны и их рассчитывают с учетом не только геометрических размеров

аппарата, но и характеристик технологического газа и скорости его подачи.

3. Для создания четкой (без массообмена плазмы и холодного газа) плазменной зоны необходимы условия на вводе, т. е. должно быть выдержано соотношение между расходом газа и угловой скоростью этого газа. Такие соотношения нужны для создания завихрителей.

Соотношение геометрических размеров плазмотрона, а именно $D/d \geq 3$, где D — диаметр камеры испарителя, d — диаметр выходной части испарителя, увеличивают степень конверсии, улучшают качество продукции и повышают экономичность самой установки.

При работе испарителя (плазмотрона-конденсатора) необходимо исключить возможность попадания в циклоны и на фильтры неиспарившейся части сырья и образующихся спеков. Для их выведения из технологического цикла в нижней части испарителя предусмотрена емкость, улавливающая неиспарившееся сырье и спеки. Емкость представляет собой цилиндр с крышкой, расположенный горизонтально. Из этой емкости периодически необходимо осуществлять выгрузку отходов.

Применение данной конструкции позволяет улучшать качество получаемой продукции, обеспечивая узкофракционное распределение частиц по дисперсности.

Предложено при работе на испарителе-конденсаторе (плазмотроне) охлаждение парогазовой смеси проводить последовательно с использованием (рис. 3) специального узла охлаждения и увеличен-

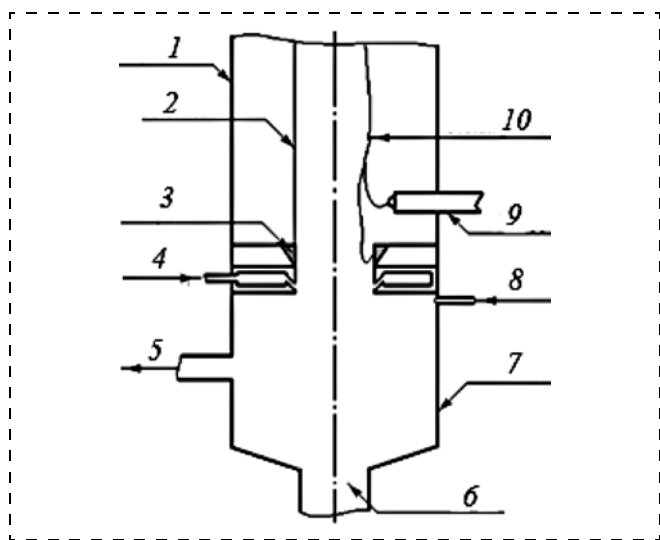


Рис. 3. Схема узла охлаждения парогазового потока: 1 — испаритель; 2 — плазма; 3 — анод — конфузур; 4 — закалочный газ; 5 — выход аэрозоля; 6 — выход в камеру спеков; 7 — охлаждающая камера; 8 — охлаждающий газ; 9 — анод; 10 — электрическая дуга

Fig. 3. Circuit of the steam-gas flow cooling unit: 1 — evaporator; 2 — plasma; 3 — anode — confuser; 4 — quenching gas; 5 — aerosol outlet; 6 — outlet to the spec chamber; 7 — cooling chamber; 8 — cooling gas; 9 — anode; 10 — electric arc

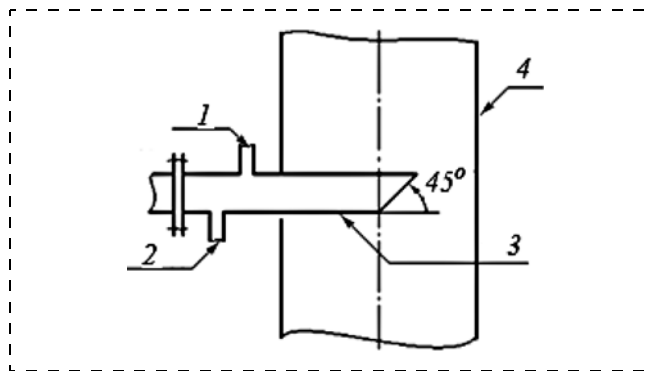


Рис. 4. Схема узла выведения нанопорошков из испарителя — конденсатора: 1 — вход охлаждающей жидкости; 2 — выход охлаждающей жидкости; 3 — узел выведения аэрозоля; 4 — испаритель

Fig. 4. Circuit of the unit for removal of the nanopowder from the evaporator — condenser: 1 — input of the cooling liquid; 2 — coolant outlet; 3 — spray removal unit; 4 — evaporator

ного объема камеры, где парогазовый поток после прохода через узел охлаждения разбавляется дополнительно подаваемым газом.

Узел охлаждения представляет собой газовую камеру, из которой газ подается радиально, пересекая плазменный поток. Происходит резкое охлаждение парогазового потока, что дает возможность зафиксировать в оболочку каждую частичку расплавленного сырья (прошедшего зону электрической дуги и плазмы).

Предлагаемый способ охлаждения позволяет получить на данном устройстве узкофракционный продукт.

Конструкция узла охлаждения парогазового потока состоит из двух частей.

1. Специальный узел охлаждения, представляющий собой устройство, из которого газ с большой скоростью подается радиально плазменному потоку. Этот газ резко захлаживает поток с расплавленным материалом. Происходит конденсация паров со скоростью не менее 10^6 К/с. В результате этого аэрозольный поток (технологический газ и наночастицы) имеют температуру $100...150$ °С.

2. Конденсатор, представляющий собой камеру, имеющую узел вывода полученного продукта, узел вывода неиспарившейся части сырья и спеков и узел подачи дополнительного газа, что позволяет уменьшить температуру испарительного газа с ультрамелкими частицами до $50...70$ °С.

Конструкция узла выведения нанопорошков из испарителя-конденсатора представляет собой охлаждаемый (труба в трубе) элемент, имеющий срез, выставленный более длинной частью приблизительно по оси камеры навстречу плазменному потоку, а короткой частью — в сборник отходов (рис. 4). Внутренний диаметр данной конструкции совпадает с внутренним диаметром холодильника, а внешний диаметр — с "рубашкой" холодильника.

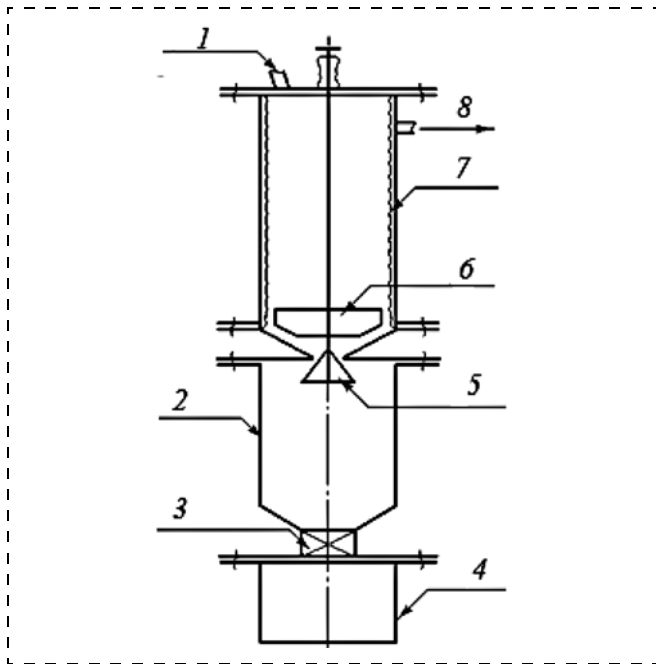


Рис. 5. Схема улавливания и выведения конечного продукта из технологического цикла: 1 — поступление аэрозоля; 2 — промежуточный бункер; 3 — запорная арматура; 4 — приемный контейнер; 5 — запорное устройство; 6 — ворошитель; 7 — тканевый фильтр; 8 — выход чистого газа

Fig. 5. Circuit of capture and removal of the final product from the technological cycle: 1 — aerosol input; 2 — intermediate bunker; 3 — shut — off valves; 4 — receiving container; 5 — shut — off device; 6 — agitator; 7 — fabric filter; 8 — clean gas outlet

Для дополнительного охлаждения парогазового потока можно предусмотреть камеру подачи газа непосредственно в данном элементе и дополнительную подачу газа непосредственно перед этой конструкцией навстречу плазменному потоку.

Конструкция узла выведения ультра- и нанодисперсных порошков из испарителя должна иметь срез под углом α не более 45° относительно оси расположения данного узла. При срезе под углом 90° будет происходить проскок неиспарившегося сырья, что снизит качество конечной продукции. Аналогичный эффект будет наблюдаться при приближении узла выведения продукта к любой из стенок испарителя-конденсатора.

Узел выведения должен располагаться относительно сборника неиспарившегося сырья на расстоянии, исключающем перемещение крупных частиц газовым потоком с нижней части испарителя-конденсатора.

Для улавливания и выведения конечного продукта из технологического цикла используются следующие устройства.

1. Устройство для улавливания продукта, имеющее на входе газовый поток с порошком (продуктом), а на выходе — уже относительно чистый газ, подаваемый на санитарный фильтр.

2. Промежуточный бункер и связанный с ним выгрузочный контейнер, разделенные запорными

арматурами от устройства, улавливающего продукт, и приемного контейнера.

3. Стационарный или передвижной бокс.

Подача газового потока с продуктом осуществляется через верхнюю крышку фильтра-улавливателя, где тканью является лавсан (рис. 5).

Поток подается в нижнюю часть аппарата, где должно происходить, как и на самой ткани, оседание продукта. Очищенный таким образом газ, пройдя через верхнюю часть тканевого рукава, уходит на санитарный фильтр через отверстие и трубопровод в аппарате. Ткань рукава закреплена кольцами на штанге, имеющей в нижней части ворошитель и запорную аппаратуру на выходе из аппарата и соединенным с ним промежуточным бункером. В верхней части штанги имеет замок, позволяющий держать ее, натягивать ткань, а также при открытии этого замка встряхивать ткань.

Промежуточный бункер представляет собой цилиндр, соединенный с одной стороны с фильтром-улавливателем, а с другой стороны имеющий запорную арматуру и участок цилиндра с фланцем для подсоединения приемного контейнера и установки на нем сопла для подачи жидкости (например, бензина) в приемную емкость, штуцер для вакуумирования этой емкости, штуцер для мановакуумметра.

Дозатор поршневого типа имеет вращающийся нож, узлы подачи газа и выхода газа с подхваченным сырьем после среза определенного слоя сырья, находящегося в бункере.

Камера распределения газовых потоков имеет жиклеры, создающие высокоскоростной выход газа. Эти жиклеры устанавливаются таким образом, чтобы можно было газовым потоком снимать и ожигать верхний слой сырья. Затем газовый поток это сырье уносит в зону электрической дуги и плазмы.

Регулирование скорости подачи ожигающего устройства происходит за счет изменения движения штока, соединенного с камерой распределения газов, узлом подачи с рампы ротаметров газа и выходным узлом для прохождения газа с порошком. Шток изменяет скорость движения с помощью электропривода, другой электропривод позволяет перемещать камеру с жиклерами в горизонтальной плоскости для равномерного ожигания верхнего слоя сырья.

Оценка удельной поверхности опытных партий порошков алюминия Al-ЭД методом БЭТ показала, что при фиксированных технологических параметрах (скорость подачи сырья, вольт-амперные характеристики дуги, расход технологических газов в закалочном узле) обеспечивается получение порошков с разбросом по $S_{уд}$ в пределах $0,1...0,3 \text{ м}^2/\text{г}$, что входит в погрешность метода БЭТ.

Сравнительные характеристики порошков УДА
Comparative characteristics of UDA powders

Условное обозначение порошка <i>Powder symbol</i>	Характеристики <i>Characteristics</i>			Способ получения <i>Way of receiving</i>
	Удельная поверхность $S_{уд}$, м ² /г <i>Specific surface</i> $S_{уд}$, m ² /g	Содержание активного Al(A), % масс. <i>Content of active Al(A), % mass</i>	Среднемассовый размер частиц, d_{43} <i>Weight average size of the particles, d_{43}</i>	
Al-ED	3...100	94...96	0.02...0.6	Электродуговая плазменная переконденсация в среде H ₂ и Ar <i>Arc plasma recondensation in the H₂ and Ar environment</i>
Al-VCh	2...10	80...90	0.2...1.0	Высокочастотная плазменная переконденсация в среде Ar <i>High-frequency plasma recondensation in the Ar environment</i>
Al-VT	5...15	85...92	0.2...0.5	Электровзрыв в среде H ₂ <i>Electroexplosion in the H₂ environment</i>

Установлено, что содержание активного металла в Al-ЭД на 5...10 % выше, чем в порошках Al-VЧ и Al-VT той же природы и с примерно одинаковой удельной поверхностью, полученных высокочастотной плазменной переконденсацией и электровзрывом в инертной среде, соответственно, что связано с особенностями технологии получения и выведения получаемых порошков из технологического цикла (см. таблицу).

Заключение

Таким образом, предлагаемая к реализации технологическая установка электродуговой плазменной переконденсации металлосодержащих порошков с газовихревой стабилизацией плазмы по сравнению с ранее применявшимися устройствами позволяет существенно повысить производительность за счет организации непрерывного технологического процесса. Это обеспечивается замкнутостью технологического цикла, защитой стенок электродугового испарителя от "зарастания" нанодисперсными частицами путем формирования газ-вихревых потоков, а также периодической выгрузкой получаемых порошков без остановки устройства в целом. Кроме того, данная технологическая схема позволяет обеспечить требуемое качество ультра- и нанодисперсных металлических порошков и их модификаций за счет устранения их полифракционности, увеличения содержания основного продукта и модифицирующих добавок.

Технологически и конструктивно это обеспечивается отделением неиспарившегося сырья от парогазового потока после плазменной зоны, исключения контакта сырья и продукта с внешней атмосферой на всех этапах получения и выгрузки путем герметизации замкнутого технологического цикла.

Список литературы

1. **Puszynski J. A.** Formation, Characterization, and Reactivity of Nanoenergetic Powders // Proc. of 29-th International Pyrotechnics Seminar, 2002. P. 191—202.

2. **Gedanken A.** Using sonochemistry for the fabrication of nanomaterials // Ultrasonic Sonochemistry. 2004. Vol. 11, N. 1, pp. 47—55.

3. **Котов Ю. А., Бекетов И. В., Саматов О. М.** Установка для получения высокодисперсных порошков металлов, сплавов и их химических соединений методом электрического взрыва проволоки: Патент RU 2149735. 2000.

4. **Алексеев Г. М., Алексеев Б. Г., Грибов А. И.** и др. Способ получения высокочистых нанопорошков и устройство для его осуществления // WO 2009126061A1. 2009.

5. **Баркалов Е. Е., Койдан В. С., Казеев М. Н.** Способ получения нанопорошков из различных электропроводящих материалов / Патент RU 2475298. 2013.

6. **Ильин А. П., Роот Л. О.** Способ получения нанопорошков металлов с повышенной запасенной энергией / Патент RU 2535109. 2014.

7. **Дунаев С. Ф., Кустов Л. М., Калмыков К. Б.** и др. Электрохимический способ получения наноразмерных структур оксида никеля / Патент RU 2592892. 2015.

8. **Хрущева А. А., Трусова Е. А., Трутнев Н. С.** Способ получения нанопорошков кристаллических оксидов металлов с использованием криообработки водно-органических гелей / Патент RU 2603658. 2016.

9. **Pavlovetz G., Frolov Y., Pivkina A.** Plasma-Synthesized Nanoaluminum: Structure and Combustion Behaviour // Proc. of 36th International Annual Conference of ICT and 32th International Pyrotechnics Seminar, June 28 — July 1, Karlsruhe, 2005.

10. **Павловец Г. Я., Мелешко В. Ю.** Состояния и перспективы развития высокопроизводительных технологий получения нанодисперсных материалов // Материалы конференции VII Международного форума "Высокие технологии XXI века — 2006". Москва, 2006. С. 166—169.

11. **Павловец Г. Я., Мелешко В. Ю., Микаскин Д. А., Генералов М. Б., Трутнев Н. С.** Перспективные технологии получения высокодисперсных компонентов энергоемких композиций и способы сохранения их качества // В сб. материалов Международной научно-технической и методической конференции "Современные проблемы специальной технической химии". Казань, КГТУ, 2009. С. 122—127.

12. **Павловец Г. Я., Мелешко В. Ю., Рошин А. В., Романова И. П.** Особенности получения нанопорошков электродуговой плазменной переконденсацией и их диагностики // В сб. материалов международной научн. конф. "Плазменные технологии исследования, модификации и получения материалов различной физической природы". Казань, КНИТУ. 2012. С. 306—307.

G. Ya. Pavlovets, Senior Researcher, Ph. D., icp@chph.ras.ru, **V. Yu. Meleshko**, Senior Researcher, Ph. D. icp@chph.ras.ru

Institute of Chemical Physics, RAS, Moscow, Russian Federation

A. I., Gladyshev, Ph. D.,

Head of Department, Peter the Great Military Academy, Balashikha, Moscow Region, tolya_gladyshev@mail.ru

A. O. Zhukov, Ph. D.,

Institute of Astronomy, RAS, MIREA, Moscow, Russian Federation

Corresponding author:

Meleshko Vladimir Yu., Senior Researcher, Ph. D., FGBUN Institute of chemical physics RAS, icp@chph.ras.ru

Efficient Technology for Production of Ultra Nanodispersed Powders

Received on November 07, 2018

Accepted on December 03, 2018

The article presents a technological installation for electric arc plasma precondensation of the metallic powders with an individual gaseous-vortex stabilization of the plasma, which allows us to increase significantly the productivity due to a continuous technological process. This is ensured by the closed technological cycle, protection of the walls of the electric arc evaporator against "the overgrowth" with the nanodispersed particles due to formation of the gaseous-vortex flows, and also periodic unloading of the obtained powders without stopping the device as a whole. This technological circuit allows us to ensure the required quality of the ultra- and nanodispersed metal powders and their modifications due to elimination of their polyfractionality, increase of the content of the main product and the modifying additives.

Keywords: individual gaseous-vortex stabilization, nanopowders, plasma precondensation

For citation:

Pavlovets G. Ya., Meleshko V. Yu., Gladyshev A. I., Zhukov A. O. Efficient Technology for Production of Ultra Nanodispersed Powders, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 201–216.

DOI: 10.17587/nmst.21.201-216

Introduction

Efficiency of application of the ultra- and nanodispersed powders in the compositions of various materials is determined by the technology for their production defining the characteristics of the finished goods. The known results of the research works demonstrate that the significant characteristics are the content of the main product in a powder, its specific surface, the form, the average mass and the size of the particles, the fractional distribution by dispersion, and the cost indexes.

In the world there many ways to receive the ultra- and the nanodispersed powders [1–8], with their advantages and disadvantages. In an ideal case the methods and the technologies for their obtaining should ensure:

— a possibility for obtaining of a wide range of the nanopowders of various chemical nature;

— a wide range of the sizes of the particles in the conditions of a reliable control of the processes' parameters;

— a set and controlled distribution of the particles by the sizes;

— protection for the surface of the particles by the coverings preventing a spontaneous combustion, agglomeration, and guaranteeing stability of their physical and chemical properties;

— high efficiency and profitability of the technology;

— reproducibility of the controlled chemical and fractional composition.

An analysis of the known technical solutions shows that of the greatest interest are the ways based on the processes of evaporation in plasma and condensation.

The plasma methods for receiving of the condensation ultra- and nanodispersed particles form a special group. They are based on plasma heating of the initial raw materials, their transfer into a vaporous state, sharp cooling of the vapor or vapor-gas mix in a volume with formation of an aerosol system consisting of solid ultra- or nanodispersed particles of metals, which are trapped by various methods.

For formation of plasma it is possible to use the arc, high-frequency (HF) and microwave evaporators. Alongside with certain advantages, the methods of HF and microwave plasma recondensation have a number of essential drawbacks. Among them are high specific power consumption (0.3...1.0 mW · h/kg), rather low productivity (not more than 0.4...0.5 kg/h) without account of time for the technological operations of unloading of the nanopowders and preparation of the equipment for operation), dispersion spread (0.01...30 μ) of the received particles with formation of specs and ag-

glomerates, and rather low (80...90 %) content of the target compound in the final product. These drawbacks are first of all connected with the big heat losses, condensation of the particles on the walls of the plasmatron and presence of the not evaporated initial raw materials in the final product.

A cardinal solution to this problem became possible due to development of the plasma evaporator with the gaseous-vortex stabilization of plasma. The plasma evaporator, in which the processed raw materials are introduced into the zone of the electric arch, allows us to reduce the axial speed of the plasma-forming gas down to 10 m/s with preservation of the temperature parameters of the plasma, just like in the traditional plasmatrons, at that, the length of the reactionary zone decreases by an order. The use of the vortex stabilization of the arc plasma provides a possibility for development of a technological installation for receiving of nanopowders by processing of the coarse powders.

A choice for the vaporizing camera of the arc evaporator was made on the basis of the analysis and experimental assessment of various circuits of the evaporators. At the same time the methods were developed for organization of introduction of raw materials into plasma and preservation of these raw materials in the high-temperature zone till a complete conversion or removal of the not evaporated part of the raw materials.

An analysis of the existing ways for receiving of the high-dispersed powders of metals shows that for organization of a high-performance ecologically clean technology for obtaining of the nanopowders with the set complex of characteristics and properties, it is necessary to have a closed circuit of production of these products. The technological circuit should include the units and devices allowing us to process the raw materials and to catch the final product without emission of it into the atmosphere.

Arc plasma installation

Generalization of the data concerning the advantages and drawbacks of the known and applied in practice technological circuits allowed us to draw a conclusion that activation of the metal powders can be ensured most effectively during formation of a technological installation of the closed cycle. Such a technological solution allows us to increase the quality of the nanopowder by eliminating of its contact with the atmosphere, to ensure the ecological cleanliness of production, to decrease the costs of the final product and increase the productivity of the installation due to continuity of the process [9—12].

Realization of the method for receiving of the nanodispersed powders by the arc plasma recondensation with the required set of characteristics of the end products is ensured by formation of a closed technological

circuit of the installation with a gaseous-vortex stabilization of the arc plasma zone, a combination of the gaseous-vortex separation of the particles with a reduction of the received product in the cyclones and on the filtering fabric, and the of argon as the main technological plasma-forming and hardening gas.

Practical implementation of the proposed solution is ensured, when the closed technological circuit includes the basic elements shown in fig. 1.

The closed production cycle of this installation eliminating a contact of the surrounding atmosphere with the technological gas (argon) and other plasma-forming gases, with raw materials, metal powder with the size of the particles up to 100 μ and the received product, is ensured by the fact that all the units and elements of the installation are tight and the technological gas moves according to a certain closed circuit with a serial-parallel connection of the elements of the installation.

Formation of a whirlwind in the evaporator is ensured by the supply of the technological gas through the unit of the gaseous-vortex stabilization of the plasma flow, in which the gas through the opening situated tangentially in relation to the evaporator cylinder, is moved under the cover, which at the same time is the cathode.

The electric arch with the adjustable volt-ampere characteristics is formed between the tungsten rods, one of which (cathode) is fixed on the cover of the evaporator insulated from it, and the other (anode) — is on the cylindrical part of the evaporator, and fixing of the arch by a ledge is also possible. The arch is stabilized, i.e. it is kept steadily in the zone of the evaporator cylinder axis by the formed gaseous-vortex flow. At the optimal extent (relation of the length of the plasma flow to its diameter) and a steady current of the plasma jet, such a level of the energy put into the gas (not more than 35 kW · h per 1 kg of the raw materials) is ensured, which is necessary for heating, evaporation of the particles of the introduced into plasma powder of metal, and the other compounds or modifying additives and heating of the gas leaving the camera.

Besides, organization of the process of evaporation of the powder — the raw materials by stabilization of the plasma, which is in the evaporator, inside the whirlwind, ensures protection of the walls of the device against overgrowth by an aerosol, reduces the thermal losses and raises the extent of evaporation of the initial raw materials. This, in turn, allows us to organize a continuous process of evaporation of the initial powder in plasma, to increase the productivity of the installation and to prolong the resource of its continuous operation.

The steam-gas flow from the plasma zone comes to the condenser, where, passing through the nozzle and extending in volume, it is cooled additionally by the technological gas supplied radially to the flow through

the openings from the unit of distribution and control of the consumption of gases via the rotameter and the valve. The condensation of the vapors of the received final product occurs with the speed not less than 10^6 K/s.

The formed aerosol flow (the nanodispersed particles and the technological gas) through the unit of its removal from the condenser comes to the refrigerator — heat exchanger with a water-cooled shirt. The aerosol flow cooled down to 20...30 °C from the refrigerator gets to the volume of the cyclones and the working filter, where catching of the nanodispersed powder is carried out. The technological gas is cleaned additionally by means of the sanitary filters (for example, Petryanov fabrics), then it comes to the store of gases and after compression by means of the membrane compressor moves into the store of gases, and from it — to the unit of distribution and control of the consumption of the technological gases. Thus, the production cycle of the installation becomes closed and its ecological cleanliness is ensured.

Preservation of the active component of the metal powder and prevention of its spontaneous ignition is ensured by the installation with the offered technological circuit due to the fact that without stopping of the process in general a periodic unloading is carried out of the received product from the cyclones and from the filtering fabric of the working filter without violation of the tightness of the technological installation. The operation is carried out in a tight box filled with an inert gas (nitrogen, for example). After sealing the collector with a product is taken out of the box.

Dosing of the raw materials

A specific feature of the loose dispersed materials is their inclination to lagging, arch-formation and caking during their dosing.

The most considerable drawback of the existing dosing devices is a low accuracy of dosing determined by a strong dependence of the powder consumption on spontaneous fluctuations of the dispensing system (pulsations of the pneumotransport gas, formation and destruction of the coagulates in the powder). Since the quality of the product received with the use of the plasma technology depends significantly on the concentration of the raw materials in the plasma, the batchers should meet the following basic requirements:

- Supply of the dosed material should be uniform and whenever possible exclude the visually recorded pulsation (it is checked by the nature of emission of the raw materials from the batcher into the atmosphere during its operation);
- Supply of the raw materials should be carried out in accordance with the established norms and be controlled in the course of dispensing.

In view of an essential differences in the physical and chemical properties of the applied powders, which depend on the granulometric composition of the impurities and kind of materials, the process of dispensing turns into a serious problem, which has to be solved before studying of the concrete process of the plasma processing of a material.

The authors studied a possibility of work with the known dosing devices, such as vibration, screw, and piston ones, and with the fluidising element — gas jets.

The most reliable and uniform dosing is ensured on the piston batcher and on the batcher with a liquation device. The piston batcher works well with any materials used for production, but it is scaled poorly, i. e. it is generally applied in the laboratory installations. The batcher with a fluidizing device is modelled well up to the experimental-production scale, however, it works unsatisfactorily with the powder materials of a poor flowability, which can be eliminated by a preliminary preparation of the powders, improving their flowability.

Main units of the plasma evaporator

The problem with designing of the plasma evaporators is the necessity to ensure the fullest introduction of the raw materials into the plasma flow, reduce actions of different factors leading to migration of the disperse phase from the processing zone, eliminate the overgrowth by the solid phase of the units of input of raw materials, electrodes, walls of the reactionary camera and the output diaphragm, at the same time ensuring a rather long service life of the evaporator.

The sum total of separate solutions approved on several models unambiguously defined the constructive option, which demanded experimental operational development.

The optimal evaporator in the most promising option should include:

- Introduction of the powder raw materials directly into the arc canal;
- Introduction of the powder raw materials by the axis of the vortex camera;
- Application of the rod electrodes;
- Stabilization of the arc plasma by the center of the reactionary camera.

The special state of plasma in the vortex camera — its localization at a great distance from the walls — also imposes special requirements to the designs of the units located in the reactionary volume.

The pneumotransport and the cathodic units are structurally located on the top cover. During selection of the circuit for supply of the raw materials by the pneumotransport via the axis of the vortex camera as the most optimal one (supply at an angle to the axis of the camera in each case demands to consider interaction of the plasma flows with the pneumotransport

flow) in the developed design of the plasma evaporator the cathode had to be displaced from the axis to a certain distance.

The second feature of the cathodic unit is identification of the optimal arch binding point in the reactionary space. The necessity for solving of this task is due to the fact that there are contraflows in the vortex camera. Near the top cover the gas flows turn around, and the disperse phase due to inertia gets on the cover. In the presence of a hot zone on the cover (the cathodic spot) the powder is melted or bakes in this place and is deposited in the hot zone. As experiments show, the cathodic units overgrow even in the presence of the protective gas veil (pure gas) created around the arch binding points.

A cathodic unit was developed, in which the pneumotransport unit is combined with the cover and is made of copper. Due to a good heat conductivity of the copper the unit is made massive, the water is located far from the zone of a possible arch landing. An insulation of the pneumotransport tube from the cover is not required.

In case of installation of several tungsten rods on one diameter of the cathodic unit, the service life of the cathodic unit increases exactly in so many times how many rods are installed. Preferably, the rods should be installed against each other. Quite a good option is installation of four rods. It is convenient to fix them, at the same time there is no overgrowth of the pneumotransport unit and the rods are easy to clean.

The working end of the rod anode is taken to the border of the plasma flow through the case of the evaporator. The necessity of such an arrangement is caused by a variety of reasons. First, the contact of the binding point of the arch with the powder migrating from the plasma and ejected by a whirlwind to the wall is eliminated. Secondly, the end of the arch is fixed on it during burning of the electric arch even without an insulation of its case. The latter circumstance is especially important, when the system of ignition of the arch is used: the arch is lit in the gap between the cover and the case of the evaporator and is blown out by a gas whirlwind to the electrodes.

In the course of optimization of the evaporator for reduction of the production costs of the anode units, elimination of the presence of the cooled water in the system and reduction of the gas-dynamic disturbances in the reactionary camera, a calculation was done of the optimal diameter of the radiator of the anode rod and the maximal length was determined, at which the cooling water can be removed.

The working tungsten rod with a part of the radiator can be made removable. Its replacement by a new one does not demand manufacturing of the part of the radiator cooled by water. At that, its service life reaches 250...300 h, which was proved experimentally.

Evaporator design

In order to prolong the resource of continuous operation of the evaporator, improvement of classification of the received product, a scheme was developed for taking the unprocessed raw materials directly out of the evaporator.

According to this scheme, a part of the raw materials thrown out from the plasma zone of the evaporator gets to the peripheral zone and together with the vortex (stabilizing) gas gets to the lower part of the evaporator, where the catching camera is located. From the catching camera the raw materials through the openings together with a part of the stabilizing gas come to the cyclone, where the powder is deposited, and the gas, having passed through the fabric filter, returns to the cycle.

In the process of accumulation of the raw materials in the cyclone its periodic unloading is carried out. It was experimentally established that a full extraction of the unprocessed raw materials from the evaporator was ensured under condition that the gas consumption makes 10...12 % of the consumption of the stabilizing gas. Extraction of such amount of gas via the catching camera does not exert a considerable impact neither on the plasma stabilization, nor on protection of the confusor, or on the thermal mode of the evaporator.

The material balance of the recondensation of the initial powder and the microscopic analysis of the raw materials removed from the evaporator demonstrated that the amount of the raw materials thrown out from the plasma zone of the evaporator during the work on argon equaled to 5...10 % of the total amount of the raw materials supplied to the evaporator, and the size of the particles of the removed fraction was 25...50 μm .

Catching of powders

In practice catching of the powders, when they are received and used, is carried out in various ways. The most widespread method is catching of small powders and dust by filtration of the dusty flows through fabric, paper, glass cotton or cotton wool, a layer of lumpy material, etc. Also a broad application in industry was found by the methods of the electrostatic catching of the powders in the electric precipitators. Besides, catching of the powders is carried out by the methods of wet and inertial catching in the scrubbers, cyclones and inertial catchers.

Due to the unique properties of the nanodispersed metallic powders (increased chemical activity, small sizes), as an analysis shows, the easiest way to organize their effective catching without changing of the physical and chemical properties, is by means of the dense fabric filters or cyclones with big tangential accelerations.

For selection of the filtering fabrics which have a satisfactory ability of catching the dispersed powders and which can be released easily of the disperse mate-

rials by stirring, the tests were carried out of several types of fabrics, including fiber glass fabric, pure wool baize, cotton of the belting type and lavsan fabric.

Lavsan fabric, article 56049 or 56050, meets most fully the requirements to the process of catching of the dispersed powders and cleaning of the filtering surface.

It was experimentally established that the catching unit formed on the basis of the lavsan fabric as the filtering material was characterized by the following optimal values:

- gas load on the filter — 100...125 nm³/h;
- pressure difference for a clean fabric — 20...40 mm of mercury;
- the most admissible pressure difference — 200...280 mm of mercury;
- percent of catching of the powder after "maturing" of the filtering fabric — not less than 99 %.

Now, catching of the nanodispersed powders in the technological circuits is carried out by hose fabric filters. The catching units even at rather small surfaces of catching ($F = 1.2 \text{ m}^2$) are distinguished by big overall dimensions and complexity due to the existence of the stirring units, activators and special shut-off valves.

After catching of 1.5...2.0 kg of the nanopowder the difference on the filter becomes big and its cleaning is necessary for continuation of the further operation. Unloading from the filter demands its shutdown (by gas) from the system, i.e. it is necessary either to interrupt the process, or to install a reserve filter. With the productivity of the installation of 2 kg/h and over the stage of unloading becomes labor-consuming. In this regard the works were begun with the cyclonic catchers, the aim of which was to lower the load on the hose filters and to reduce the frequency of unloading of a product from them.

Experimental studies of the cyclonic catchers of the nanopowders were conducted on the installation consisting of a vortex camera, a gas ramp, a batcher of a piston type and a catching filter of the hose type.

An analysis of the received results shows that there is a real possibility of catching on cyclones up to 80 % of the nanopowder. Thus, the use of the cyclones for nanopowder catching increases several times the period of continuous operation of the filters and significantly facilitates solving of the problem of unloading of the received powders from the technological installation through the product collectors from the box blown by an inert gas (nitrogen, for example).

In the existing designs of the arc plasmotrons and plasma reactors the cathodic units are made in one plane ("flush") with the bearing design, and the main idea of the design is the maximal heat irradiation from the cathode, so that the electric arch works from "the point" of a well cooled cathode for reduction of the erosion of the working element.

In the proposed design the cathode is on the cover of the evaporator and is taken out to the plasma border, the raw materials are also supplied from the cover, but by the axis of the evaporator. Placement of the cathode on the border of the plasma is explained by the fact that on the cover there are very strong wall currents directed to the center of the camera, and operation of the electric arch in a close proximity to the channel of supply of the raw materials will inevitably "melt" this channel. New technological solutions in the proposed design are the following.

1. Placement of the cathode on the border of the plasma zone excluding blockage of the pneumotransport.

2. The cathode and the pneumotransport are in the cooled zone, which allows us to avoid local heating in the zone of supply of the raw materials and fastening of the cathode.

3. The tungsten rod of the cathode is placed in a graphite "shirt", which increases the electrode's service life 3...5 times in relation to the work of one tungsten rod without "a shirt". The tungsten rods applied for operation of the cathode have the diameter of 4...8 mm.

Use of those cathodes ensures a gaseous-vortex stabilization of the plasma flow, allows us to improve the quality of the ultra- and nanopowders, and leads to an increase of profitability due to a longer service life of the electrode.

During development of the method for receiving of the ultra- and nanodispersed metal-containing powders by the technology of the arc plasma recondensation the following regularities were discovered:

1. Currents in the extended vortex cameras, like cyclonic ones, significantly vary depending on the correlation of the internal diameter of the vortex camera D and the internal diameter of the output opening d (fig. 2). At the ratio $D/d < 3$ the currents are either unstable, or submit to the law of the quasisolid rotation, i.e. the relation of the angular speed to the radius of the camera is a constant ($\omega/R = \text{const}$).

Thus, in case of a change of the radius of the camera the angular speed of the technological gas also changes, but their correlation ω/R is a constant and depends only on the value of the speed of supply of the technological gas. The picture changes radically at $D/d \geq 3$. In this case the current submits to the law of conservation of the momentum, i.e. $\omega R = \text{const}$; i.e. with a reduction of the radius the speed grows. Thus, all the evaporators-condensers offered for use are made by the ratio of $D/d \geq 3$.

2. With a change of the length and the volume of the camera owing to friction on the walls, the angular speed on its length falls and this should also be taken into account. Besides, the parameters concerning the length and the volume for each evaporator are individual and they are calculated taking into account not only the ge-

ometrical sizes of the device, but also the characteristics of the technological gas and the speed of its supply.

3. For creation of a clear (without the mass exchange of plasma and cold gas) plasma zone the conditions at the input are necessary, i.e. the correlation between the consumption of the gas and the angular speed of this gas has to be sustained. Such correlations are necessary for creation of whirls.

The correlation of the geometrical sizes of the plasmatron, namely $D/d \geq 3$ where D — diameter of the camera of the evaporator, d — diameter of the outlet part of the evaporator, increase the degree of conversion, improve the quality of production and increase profitability of the installation.

During operation of the evaporator (plasmatron-condenser) it is necessary to exclude a possibility of presence of the not evaporated part of the raw materials and sinters in the cyclones and on the filters. For their removal from the production cycle, in the lower part of the evaporator there is a capacity catching the not evaporated raw materials and sinters. The capacity is a cylinder with a cover located horizontally. It is necessary to periodically unload the waste from this capacity.

Application of this design allows us to improve the quality of the received products due to a narrow-fractional distribution of the particles by the degree of their dispersion.

During operation of the evaporator-condenser (plasmatron) it is proposed to cool the steam-gas mix consistently with the use (fig. 3) of a special cooling unit and increased volume of the camera, where, after passing through the cooling unit, the steam-gas flow is diluted with an additional supply of gas.

The cooling unit is a gas chamber, from which the gas is supplied radially, crossing the plasma flow. Thus we have a sharp cooling of the steam-gas flow, which makes it possible to fix within a cover each particle of the melted raw materials (which passed through the zone of the electric arch and plasma).

The proposed method of cooling allows us to receive on this device a narrow-fraction product.

The design of the cooling unit of the steam-gas flow consists of two parts.

1. A special cooling unit, the device, from which the gas is supplied radially, with a high speed, to the plasma flow. This gas cools sharply the flow with the melted material. This causes a condensation of the vapors with the speed not less than 10^6 K/s. As a result, the aerosol flow (the technological gas and the nanoparticles) has the temperature of 100...150 °C.

2. A condenser, which is a camera with a unit for removal of the received product, a unit for removal of not evaporated part of the raw materials and sinter, and a unit for supply of the additional gas, which makes possible to reduce the temperature of the vaporizing gas with the ultrananoarticles down to 50...70 °C.

The design of the unit for removal of the nanopowders from the evaporator-condenser is a cooled element (pipe in pipe) and a cut with the longer part pronounced roughly along the camera axis towards the plasma flow, and its short part — to the waste collector (fig. 4). The internal diameter of this design coincides with the internal diameter of the refrigerator, and its external diameter — with "the shirt" of the refrigerator.

For additional cooling of the steam-gas flow it is possible to place a gas supply camera directly in this element and arrange an additional gas supply right in front of this design, towards the plasma flow.

The design of the unit for removal of the ultra- and nanodispersed powders from the evaporator should have a cut at the angle of α not more than 45° in relation to the axis of this unit. At the cut of 90° angle the not evaporated raw materials will skip, which will reduce the quality of the end products. A similar effect will be observed, when the unit for removal of the product approaches any of the walls of the evaporator-condenser.

The unit of removal should be situated in relation to the collector of the not evaporated raw materials at the distance excluding movement of large particles by the gas flow from the lower part of the evaporator-condenser.

For catching and removal of the final product from the production cycle the following devices are used.

1. A device for catching of the product, which has at the input a gas flow with the powder (product), and at the outlet — a relatively clean gas supplied to the sanitary filter.

2. An intermediate bunker and connected with it unloading container, divided by the shut-off valves from the device catching the product and the reception container.

3. A stationary or mobile box.

Supply of the gas flow with the product is carried out through the top cover of the filter-catcher, where the fabric is lavsan (fig. 5).

The flow moves to the lower part of the device, where the deposition of the product takes place, just like on the fabric itself. Thus the purified gas passes through the top part of the fabric sleeve and goes to the sanitary filter through an opening and the pipe in the device. The fabric of the sleeve is fixed by rings on the bar, which has an agitator in its lower part and the shut-off valve at the outlet from the device, and an intermediate bunker connected to it. In the top part the bar has a lock allowing it to hold it, to pull fabric and after opening of this lock also to stir up the fabric.

The intermediate bunker is the cylinder connected on one side to the filter-catcher, and on the other side it has the shut-off valves and the site of the cylinder with a flange for connection of the reception container and installation of a nozzle on it for a liquid supply

(gasoline, for example) to the reception capacity, a connecting pipe for pumping out from this capacity, and a connecting pipe for a pressure gauge.

The batcher of the piston type has a rotating knife, units of gas supply and gas discharge with the picked-up raw materials, after a cut of a certain layer of the raw materials, which are in the bunker.

The camera for distribution of the gas flows has the jets creating a high-speed gas discharge. These jets are fixed so that it is possible to remove and fluidize the top layer of the raw materials by the gas flow. Then the gas flow carries these raw materials to the zone of the electric arch and plasma.

Control of the speed of supply of the fluidizing device is carried out by variation of the movement of the rod connected to the camera for distribution of gases, the unit of supply from the ramp of the gas rotameters and the output unit for passing of the gas with the powder. The rod changes the speed of the movement by means of an electric drive, while another electric drive allows to move the camera with jets in the horizontal plane for a uniform liquefaction of the top layer of the raw materials.

Assessment of the specific surface of the pilot batches of Al-ED aluminum powders by BET method showed that at the fixed technological parameters (raw materials supply speed, volt-ampere characteristics of the arch, consumption of the technological gases in the hardening unit) the powders were ensured with a spread by $S_{уд}$ within 0.1...0.3 m²/g, which was within the error limit by BET method.

It was established that the content of the active metal in Al-ED was by 5...10 % higher than in the Al-VCh and Al-VT powders of the same nature and with approximately identical specific surface, received by high-frequency plasma recondensation and electroexplosion in an inert environment, respectively, which is connected with the specific features of the technology (see table).

Conclusion

Thus, the proposed for realization technological installation of the arc plasma recondensation of the metal-containing powders with a gaseous-vortex stabilization of plasma in comparison with the previously used devices allows us to increase significantly the productivity due to organization of a continuous technological process. This is ensured by a closed production cycle, protection of the walls of the arc evaporator against "overgrowth" of the nanodispersed particles by formation of the gaseous-vortex flows and also periodic unloading of the received powders without stopping of the device as a whole. Besides, the given technological circuit allows us to ensure the required quality of the ultra- and nanodispersed metal powders and their modifica-

tions due to elimination of their polyfractionality, increase of the content of the main product and the modifying additives.

Technologically and structurally this is ensured by separation of the not evaporated raw materials from the steam-gas flow after the plasma zone, exclusion of contacts of the raw materials and the product with the external atmosphere at all the stages of receiving and unloading by sealing of the closed production cycle.

References

1. **Puszynski J. A.** Formation. Characterization. and Reactivity of Nanoenergetic Powders, *Proc. of 29-th International Pyrotechnics Seminar*, 2002, pp. 191—202.
2. **Gedanken A.** Using sonochemistry for the fabrication of nanomaterials, *Ultrasonic Sonochemistry*, 2004, vol. 11, no. 1, pp. 47—55.
3. **Kotov Yu. A., Beketov I. V., Samatov O. M.** Ustanovka dlya polucheniya vysokodispersnykh poroshkov metallov. splavov. i ikh khimicheskikh soyedineniy metodom elektricheskogo vzryva provoloki, Patent RU 2149735. 2000.
4. **Alekseyev G. M., Alekseyev B. G., Gribov A. I.** et al. Sposob polucheniya vysokochistykh nanoporoshkov i ustroystvo dlya ego osushchestvleniya, Patent WO 2009126061A1. 2009.
5. **Barkalov E. E., Koydan V. S., Kazeyev M. N.** Sposob polucheniya nanoporoshkov iz razlichnykh elektroprovodyashchikh materialov, Patent RU 2475298. 2013.
6. **Ilin A. P., Root L. O.** Sposob polucheniya nanoporoshkov metallov s povyshennoy zapasennoy energiyey, Patent RU 2535109. 2014.
7. **Dunayev S. F., Kustov L. M., Kalmykov K. B.** et al. Elektrokhimicheskii sposob polucheniya nanorazmernykh struktur oksida nikelya, Patent RU 2592892. 2015.
8. **Khrushcheva A. A., Trusova E. A., Trutnev N. S.** Sposob polucheniya nanoporoshkov kristallicheskikh oksidov metallov s ispolzovaniyem kriobrabotki vodno-organicheskikh geley, Patent RU 2603658, 2016.
9. **Pavlovets G., Frolov Y., Pivkina A.** Plasma-Synthesized Nanoaluminum: Structure and Combustion Behaviour, *Proc. of 36-th International Annual Conference of ICT and 32th International Pyrotechnics Seminar*, June 28 — July 1. Karlsruhe. 2005.
10. **Pavlovets G. Ya., Meleshko V. Yu.** Sostoyaniya i perspektivy razvitiya vysokoproizvoditelnykh tekhnologiy polucheniya nanodispersnykh materialov, *Materialy konferentsii VII Mezhdunarodnogo foruma "Vysokiye tekhnologii KhKhI veka — 2006"*, Moscow, 2006, pp. 166—169 (in Russian).
11. **Pavlovets G. Ya., Meleshko V. Yu., Mikaskin D. A., Generalov M. B., Trutnev N. S.** Perspektivnyye tekhnologii polucheniya vysokodispersnykh komponentov energoyemkikh kompozitsiy i sposoby sokhraneniya ikh kachestva, *Sb. materialov Mezhdunarodnoy nauchno-tekhnicheskoy i metodicheskoy konferentsii "Sovremennyye problemy spetsialnoy tekhnicheskoy khimii"*. Kazan, KGTU, 2009, pp. 122—127 (in Russian).
12. **Pavlovets G. Ya., Meleshko V. Yu., Roshchin A. V., Romanova I. P.** Osobennosti polucheniya nanoporoshkov elektrodugovoy plazmennoy perekondensatsiyey i ikh diagnostiki, *Sb. materialov mezhdunarodnoy nauchn. konf. "Plazmennyye tekhnologii issledovaniya, modifikatsii i polucheniya materialov razlichnoy fizicheskoy prirody"*, Kazan, KNITU, 2012, pp. 306—307 (in Russian).

Г. В. Козлов, ст. науч. сотр., И. В. Долбин, канд. хим. наук, доц., e-mail: i_dolbin@mail.ru
ФГБОУ ВО "Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х. М. Бербекова",
г. Нальчик, Россия

ЭФФЕКТИВНОСТЬ ГРАФЕНА В КАЧЕСТВЕ АРМИРУЮЩЕГО ЭЛЕМЕНТА СТРУКТУРЫ ПОЛИМЕРНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

Поступила в редакцию 24.11.2018

Показано, что эффективный (реальный) модуль упругости нанонаполнителя в полимерной матрице нанокompозитов полимер/графен определяется степенью агрегации графена и жесткостью окружающей его среды (полимерной матрицы). Определение эффективности графена в качестве нанонаполнителя позволяет дать корректное описание модуля упругости рассматриваемых нанокompозитов с помощью простого правила смесей.

Ключевые слова: нанокompозит, графен, агрегация, тактоид, модуль упругости, окружающая среда, правило смесей

Введение

В настоящее время для описания свойств полимерных нанокompозитов, в основном используют правило смесей или его модифицированные формы, учитывающие специфические особенности нанонаполнителя (его уровень анизотропии, ориентацию и т. п. [1]). При этом подобные оценки имеют статистический характер, т. е. в качестве показателей нанонаполнителя принимают его исходные характеристики, например, модуль упругости, длину, толщину или диаметр наночастицы и т. д. [2]. Однако в случае оценок такого рода необходимо учитывать, как минимум, два фундаментальных эффекта. Во-первых, нанокompозиты, как правило, усиливаются не отдельными наночастицами, а их агрегатами, чьи характеристики, указанные выше, существенно отличаются от показателей исходных наночастиц [3]. Так, авторы работы [4] предложили методику оценки модуля упругости углеродных нанотрубок в полимерной матрице нанокompозита и для нанокompозитов поливинилового спирта/углеродные нанотрубки получили значение этого параметра, равное 71 ± 55 ГПа, что примерно в 20 раз меньше его номинального значения. Это означает, что характеристики нанонаполнителя являются функцией его степени агрегации, причем форма такого агрегата может быть разной для различных типов нанонаполнителя: углеродные нанотрубки в полимерной матрице нанокompозита образуют кольцеобразные формирования, чья структура является аналогом структуры макромолекулярного клубка разветвленных полимеров [1], а 2D-нанонаполнители (например графен) формируют пачки (тактоиды), число пластин в которых может изменяться практически на три порядка [5]. Вторым важным фактором определения эффективного (реального) модуля упругости нанонаполнителя в полимерной матрице является ее жесткость — очевидно, что при приложении к агрегату частиц нанонаполнителя одного и того же меха-

нического напряжения его деформируемость будет гораздо выше в эластомерной матрице, а модуль упругости соответственно гораздо ниже, чем в стеклообразной матрице. Так, авторы работы [6], используя упомянутую выше методику [4], продемонстрировали, что для нанокompозитов эпокси-полимер/органоглина [7] модуль упругости нанонаполнителя, измененный при температуре ниже температуры стеклования, гораздо выше этого параметра для каучукоподобной полимерной матрицы. И, наконец, в работе [8] было показано, что эффективный модуль упругости нанонаполнителя для любого его типа является функцией этого показателя для полимерной матрицы. Поэтому целью настоящей работы является выяснение факторов, влияющих на значение эффективного модуля упругости 2D-нанонаполнителя в полимерной матрице и, следовательно, на его эффективность в качестве усиливающего (армирующего) элемента структуры нанокompозита на примере 11 нанокompозитов полимер/графен [9].

Результаты и обсуждение

Для экспериментального обоснования и подтверждения предлагаемой трактовки использованы необходимые данные для 11 нанокompозитов полимер/графен со стеклообразной и аморфнокристаллической матрицей [9]. Значения модуля упругости матричного полимера E_M и объемного содержания графена φ_H варьировали в пределах 0,26...2,35 ГПа и 0,0046...0,031, соответственно, т. е. примерно на порядок.

Правило смесей для параллельного построения элементов смеси и однородной деформации в фазах можно записать следующим образом применительно к нанокompозитам [4]:

$$E_H = (\eta_{эф} E_{Гр} - E_M) \varphi_H + E_M, \quad (1)$$

где E_H и $E_{Гр}$ — модуль упругости нанокompозита и нанонаполнителя (графена), соответственно; $\eta_{эф}$ —

коэффициент эффективности реализации свойств исходного нанонаполнителя, показывающих их изменения в силу агрегации графена или других каких-либо факторов. Нетрудно видеть, что параметр $\eta_{эф} E_{гр}$ представляет собой эффективный (реальный) модуль упругости графена в полимерной матрице нанокompозита.

На рис. 1 приведена зависимость коэффициента эффективности $\eta_{эф}$, рассчитанного согласно уравнению (1), от модуля упругости матричного полимера E_M (предполагается, что значения модулей упругости матричного полимера и полимерной матрицы нанокompозита равны) для 11 рассматриваемых нанокompозитов полимер/графен. Из этой зависимости следует рост $\eta_{эф}$ по мере увеличения E_M , но большой разброс данных предполагает не корреляцию этих параметров, а скорее тенденцию их изменения. Это означает, что коэффициент интенсивности $\eta_{эф}$ зависит не только от E_M , но и от другого (других) фактора. Такая зависимость ожидалась, поскольку полимерные нанокompозиты являются термодинамически неравновесными твердыми телами [9], для описания структуры и свойств которых согласно принципу Пригожина — Дефая требуется не менее двух параметров [10]. Таким фактором может быть объемное содержание нанонаполнителя φ_n , которое также входит в уравнение (1) и наряду с E_M является переменной величиной, тогда как значение модуля упругости графена принято постоянным и равным 1000 ГПа [9].

На рис. 2 приведена зависимость коэффициента эффективности $\eta_{эф}$ от φ_n , где виден сильный спад $\eta_{эф}$ в довольно узком интервале φ_n . Однако большой разброс данных зависимости $\eta_{эф}(\varphi_n)$ вновь не позволяет считать ее корреляцией.

Сказанное выше предполагает, что $\eta_{эф}$ увеличивается по мере роста E_M и снижается по мере по-

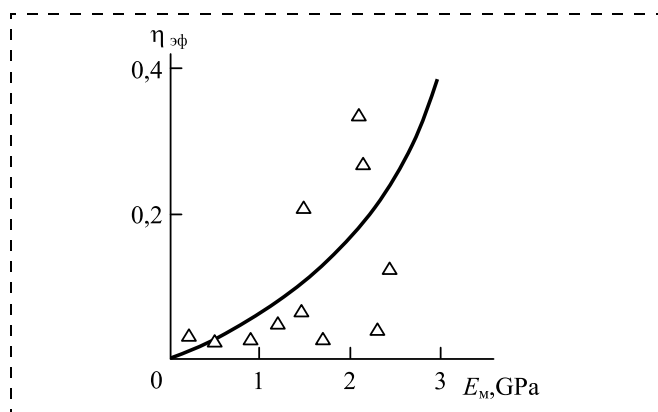


Рис. 1. Зависимость коэффициента эффективности $\eta_{эф}$ от модуля упругости матричного полимера E_M для нанокompозитов полимер/графен

Fig. 1. Dependence of the coefficient of efficiency $\eta_{эф}$ on the module of elasticity of the matrix polymer E_m for the polymer/graphene nanocomposites

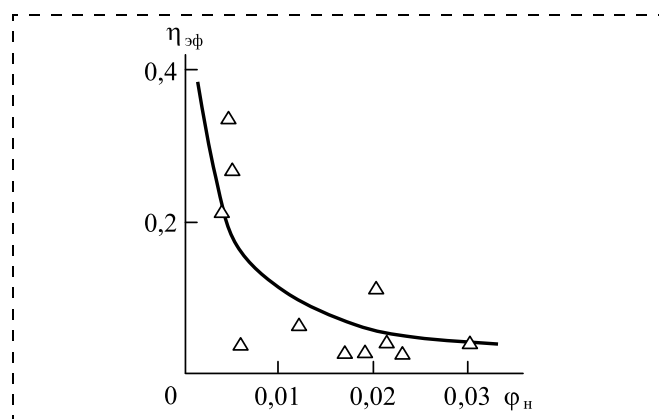


Рис. 2. Зависимость коэффициента эффективности $\eta_{эф}$ от объемного содержания нанонаполнителя φ_n для нанокompозитов полимер/графен

Fig. 2. Dependence of the coefficient of efficiency $\eta_{эф}$ on the volume content of nanofiller φ_n for the polymer/graphene nanocomposites

вышения φ_n . Это дает основания для построения предполагаемой корреляции в виде $\eta_{эф}(E_M/\varphi_n)$, которая приведена на рис. 3. Такое построение оправдало себя. Как следует из графика рис. 3, получена достаточно хорошая линейная корреляция между $\eta_{эф}$ и комплексной характеристикой E_M/φ_n , которую аналитически можно описать следующим образом:

$$\eta_{эф} = 7 \cdot 10^{-3} (E_M/\varphi_n), \quad (2)$$

где значение E_M дается в гигапаскалях.

Можно предположить, что снижение эффективности реализации упругих свойств графена обусловлено не собственно повышением φ_n , а усилением агрегации этого нанонаполнителя по мере роста его содержания [11]. Оценить степень агрегации 2D-нанонаполнителя, который в этом процессе образует пачки (тактоиды), состоящие из $N_{пл}$ коллинеарно уложенных отдельных пластин графена, можно следующим образом. В работе [1] для нанокompозитов полимер/2D-нанонаполнитель было предложено следующее уравнение:

$$E_H/E_M = 1 + \alpha \varphi_n, \quad (3)$$

где α — аспектное отношение, характеризующее уровень анизотропии агрегатов (тактоидов) 2D-нанонаполнителя, а отношение E_H/E_M принято называть степенью усиления нанокompозита.

Величина α для графена определяется следующим образом [1]:

$$\alpha = L_{пл}/t_{такт}, \quad (4)$$

где $L_{пл}$ — длина пластины графена, равная ~ 1000 нм [9]; $t_{такт}$ — толщина агрегата (тактоида) графена.

Толщина одной пластины графена $t_{пл}$, состоящей из трех слоев, равна ~ 1 нм [5, 9], и тогда число пластин графена в одном тактоиде можно оценить так:

$$N_{пл} = t_{такт}/t_{пл}. \quad (5)$$

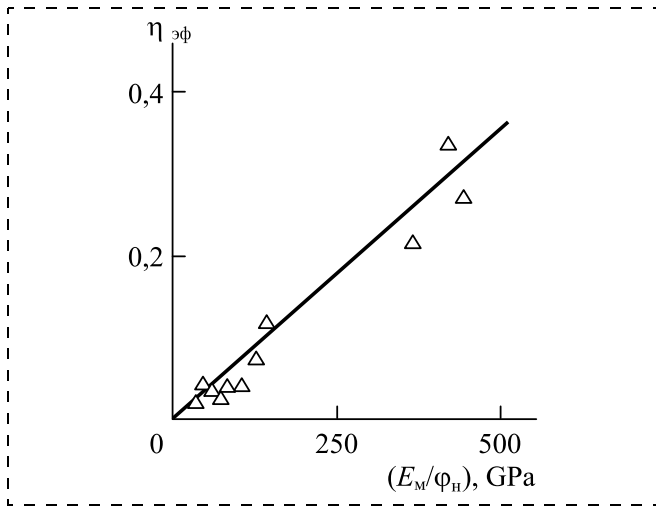


Рис. 3. Зависимость коэффициента эффективности $\eta_{эф}$ от комплексного показателя E_m/ϕ_n для нанокомпозитов полимер/графен
Fig. 3. Dependence of the coefficient of efficiency η_{ef} on the complex parameter E_m/ϕ_n for the polymer/graphene nanocomposites

Для рассматриваемых нанокомпозитов полимер/графен значение $N_{пл}$ согласно выполненным оценкам варьируется в пределах 2,2...75,2, что хорошо согласуется с интервалом возможного изменения этого параметра для графена, который равен 1...100 [5].

На рис. 4 приведена зависимость параметра $\eta_{эф}$, рассчитанного согласно уравнению (1), от комплексного показателя $E_m/N_{пл}$. Как можно видеть, получено превосходное соответствие этих параметров — их среднее расхождение по абсолютной величине составляет всего 2 %. Таким образом, эффективный модуль тактоидов графена $E_{гр}^{эф}$ в полимерной матрице нанокомпозита определяется двумя факторами: модулем упругости матричного полимера и уровнем агрегации графена, характеризуемым величиной $N_{пл}$, и может быть выражен следующим образом:

$$E_{гр}^{эф} = \frac{E_{гр} E_m}{N_{пл}}, \quad (6)$$

где $E_{гр}$ и E_m даны в гигапаскалях.

Для рассматриваемых нанокомпозитов полимер/графен значение $E_{гр}^{эф}$ при $E_{гр} = 1000$ ГПа варьируется в пределах 17...338 ГПа, что существенно ниже номинального значения модуля упругости графена $E_{гр}$.

С учетом уравнения (6) модифицированное правило смесей для нанокомпозитов полимер/графен можно записать следующим образом:

$$E_H = E_m \left(\frac{E_{гр} \phi_n}{N_{пл}} \right) + (1 - \phi_n), \text{ ГПа}, \quad (7)$$

из которого следует, что модуль упругости указанных нанокомпозитов E_H определяется двумя факторами: его значение растет по мере повышения

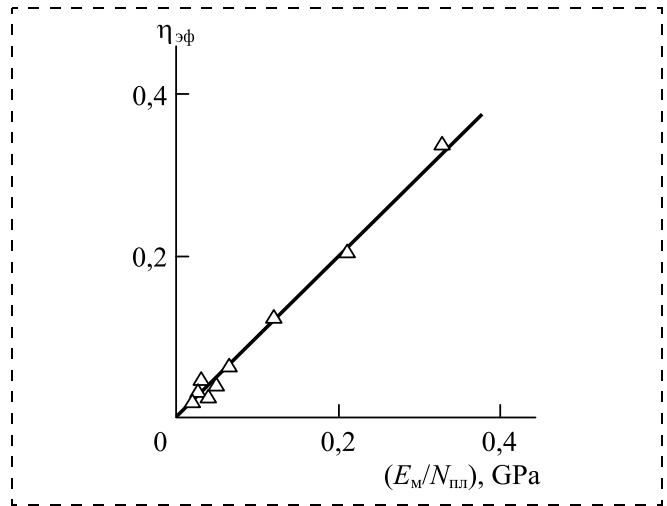


Рис. 4. Зависимость коэффициента эффективности $\eta_{эф}$ от комплексного показателя $E_m/N_{пл}$ для нанокомпозитов полимер/графен
Fig. 4. Dependence of the coefficient of efficiency η_{ef} on the complex parameter E_m/N_{pl} for the polymer/graphene nanocomposites

модуля упругости матричного полимера и снижается по мере усиления агрегации нанонаполнителя. Из уравнения (7) также следует существенная роль значения номинального модуля упругости нанонаполнителя $E_{гр}$, которое может изменяться в 5 раз — от 200 ГПа для органоглины до 1000 ГПа для графена [9]. И в заключение отметим, что предложенная трактовка допускает для эсфолированного графена ($N_{пл} = 1$) значение $\eta_{эф} > 1$, согласно данным рис. 4 для достаточно высокомолекулярных матричных полимеров с $E_m > 1$ ГПа.

Заключение

Таким образом, результаты настоящей работы показали, что эффективность графена в качестве армирующего (усиливающего) элемента структуры полимерных нанокомпозитов определяют два фактора: модуль упругости (жесткость) матричного полимера и степень агрегации нанонаполнителя. Увеличение жесткости матричного полимера повышает эффективность графена, а рост степени агрегации нанонаполнителя снижает ее. Важную роль в усилении нанокомпозитов играет также модуль упругости собственно нанонаполнителя. При определенных обстоятельствах коэффициент эффективности 2D-нанонаполнителя может превысить единицу.

Список литературы

1. Schaefer D. W., Justice R. S. How nano are nanocomposites? // *Macromolecules*. 2007. Vol. 40, N. 24. P. 8501—8517.
2. Jan R., May P., Bell A. P., Habib A., Khan U., Coleman J. N. Enhancing the mechanical properties of BN-nanosheet — polymer composites by uniaxial drawing // *Nanoscale*. 2014. Vol. 6, N. 9. P. 4889—4895.
3. Witten T. A., Rubinstein M., Colby R. H. Reinforcement of rubbers by fractal aggregates // *J. Phys. II France*. 1993. Vol. 3, N. 3. P. 367—383.

4. Coleman J. N., Cadek M., Ryan K. P., Fonseca A., Nady J. B., Blau W. J., Ferreira M. S. Reinforcement of polymer with carbon nanotubes. The role of an ordered polymer interfacial region. Experiment and modeling // Polymer. 2006. Vol. 47, N. 23. P. 8556—8561.

5. Jang B. Z., Zhamu A. Processing of nanographene platelets (NGPs) and NGP nanocomposites: a review // J. Mater. Sci. 2008. Vol. 43, N. 23. P. 5092—5101.

6. Kozlov G. V., Karnet Yu. N., Dolbin I. V., Vlasov A. N. Effect of the phase state of a polymer matrix on the degree of reinforcement of polymer organoclay nanocomposites // Nanoscience and Technology: An International Journal. 2018. Vol. 9, N. 2. P. 155—163.

7. Chen J.-S., Poliks M. D., Ober C. K., Zhang Y., Wisner U., Giannelis E. Study of the interlayer expansion mechanism and thermal-mechanical properties of surface-initiated

epoxy nanocomposites // Polymer. 2002. Vol. 43, N. 13. P. 4895—4904.

8. Козлов Г. В., Долбин И. В. Влияние взаимодействий нанонаполнителя на степень усиления нанокompозитов полимер/углеродные нанотрубки // Нано- и микросистемная техника. 2018. Том. 20, № 5. С. 259—266.

9. Kim H., Abdala A. A., Macosko C. W. Graphene/polymer nanocomposites // Macromolecules. 2010. Vol. 43, N. 16. P. 6515—6530.

10. Kozlov G. V., Yanovskii Yu. G. Fractal mechanics of polymers. Chemistry and physics of complex polymeric materials. Toronto, New Jersey: Apple Academic Press, 2015. 370 p.

11. Kozlov G. V., Yanovskii Yu. G., Zaikov G. E. Structure and properties of particulate-filled polymer composites: the fractal analysis. New York: Nova Science Publishers, Inc., 2010. 282 p.

G. V. Kozlov, Senior Researcher, **I. V. Dolbin**, Ph. D., Senior Researcher, Associate Professor, e-mail: i_dolbin@mail.ru, Kh. M. Berbekov Kabardino-Balkarian State University, Nalchik, 360000, Russian Federation

Corresponding author:

Dolbin I. V., Ph. D., Senior Researcher, Associate Professor, Laboratory of Advanced Polymers, Kh. M. Berbekov Kabardino-Balkarian State University, Nalchik, 360000, Russian Federation, e-mail: i_dolbin@mail.ru

Efficiency of the Graphene as a Reinforcing Element of the Structure of the Polymer Nanocomposites

Received on November 24, 2018

Accepted on December 18, 2018

At present at estimation of graphene efficiency as nanofiller for polymer nanocomposites, as a rule, its initial nominal characteristics take into consideration, namely, high modulus of elasticity and large anisotropy degree. In this case description of nanocomposite modulus of elasticity is performed within the framework of micromechanical models, that gives overstated results. For real nanocomposites two factors, influencing on value of modulus of elasticity of nanofiller in polymer matrix, follows to take into consideration, namely, aggregation of initial platelets of graphene (formation of tactoids) and stiffness of environment of tactoids (polymer matrix). The nanofiller efficiency can be estimated with the aid the simple mixtures rule at introduction in it coefficient of nanofiller efficiency. On the example of eleven nanocomposites polymer/graphene, where modulus of elasticity of matrix polymer was changed about one order of value, the increasing of coefficient of efficiency for graphene at growth of modulus of elasticity of matrix polymer (enhancement of the stiffness of environment) and its reduction at increasing of nanofiller contents (enhancement of aggregation degree of initial platelets of graphene) were shown. However, the indicated correlations have enough large scatter. Therefore the generalized dependence of efficiency coefficient of graphene on integrated characteristic — modulus of elasticity of matrix polymer, divided on volume contents of nanofiller was constructed. Such shape of dependence is linear one and its data scatter is small. The estimation of aggregation degree of graphene in the considered nanocomposites was fulfilled with the aid of number of graphene platelets per one tactoid, which varies in enough large interval — 2.2...75.2. The appreciation of aggregation degree of graphene shows that effective (real) modulus of elasticity of nanofiller grows at increasing of its nominal value and the same parameter for matrix polymer and reduces at growth of platelets number of graphene per one tactoid. This observation allows to obtain the modified mixtures rule, which takes into account all indicated above factors and demonstrates, that coefficient of efficiency of 2D-nanofiller at the definite conditions can be exceed one.

Keywords: nanocomposite, graphene, aggregation, tactoid, modulus of elasticity, environment, mixtures rule

For citation:

Kozlov G. V., Dolbin I. V. Efficiency of the Graphene as a Reinforcing Element of the Structure of the Polymer Nanocomposites, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 217—222.

DOI: 10.17587/nmst.21.217-222

Introduction

Usually, for description of the properties of the polymeric nanocomposites the rule of mixtures or its modified forms are used taking into account the specific features of a nanofiller (its level of anisotropy, orientation, etc. [1]). At the same time such estimates have a static

character, i.e. as indicators of the nanofiller its initial characteristics, for example, the elasticity module, length, thickness or diameter of a nanoparticle are accepted [2]. However, in case of such estimates it is necessary to take into account, at least, two fundamental effects. The first is that the nanocomposites, as a rule,

are reinforced not by separate nanoparticles, but by their aggregates, whose characteristics, stated above, differ significantly from the parameters of the initial nanoparticles [3]. So, the authors [4] proposed a technique for assessment of the module of elasticity of the carbon nanotubes in a polymeric matrix of a nanocomposite, and the value of this parameter for the nanocomposites of the polyvinyl alcohol/carbon nanotubes was accepted as equal to 71 ± 55 GPa, which was about 20 times less than its nominal value. This means that the characteristics of a nanofiller are a function of the degree of its aggregation, and the form of such an aggregate can be different for various types of the nanofillers: the carbon nanotubes in a polymeric matrix of a nanocomposite form the ring-shaped formations, whose structure is an analog of the structure of a macromolecular coil of branched polymers [1], while the 2D-nanofillers (graphene, for example) form packs (tactoids), the number of the plates in which can differ practically by three orders [5]. The second important factor for definition of the effective (real) module of elasticity of a nanofiller in a polymeric matrix is its rigidity — it is obvious that when the same mechanical stress is applied to an aggregate of particles of a nanofiller, its deformability will be much higher in an elastomeric matrix, and the module of elasticity will, respectively, be much lower, than in a glassy matrix. So, [6], using the technique [4] mentioned above, the authors demonstrated that for the nanocomposites of the epoxy polymer/organoclay [7] the module of elasticity of the nanofiller, changed at a temperature below than that of the glass transition temperature, was much higher than this parameter for a rubber-like polymeric matrix. And, finally, in the work [8] it was demonstrated that the effective module of elasticity of a nanofiller for any of its type is a function of this parameter for a polymeric matrix. Therefore, the aim of the given work is clarification of the factors influencing the value of the effective module of elasticity of a 2D-nanofiller in a polymeric matrix and, therefore, its efficiency as the strengthening (reinforcing) element of the structure of a nanocomposite on the example of 11 polymer/graphene nanocomposites [9].

Results and discussion

For the experimental substantiation and prove of the proposed method the data necessary for 11 polymer/graphene nanocomposites with a glassy and an semicrystalline matrix were used [9]. The values of the module of elasticity of the matrix polymer E_m and the volume content of graphene φ_n varied within the limits of 0.26...2.35 GPa and 0.0046...0.031, respectively, i.e. they differed approximately by an order.

In relation to the nanocomposites [4] the rule of mixtures for a parallel construction of the elements of

mixture and uniform deformation in the phases can be presented in the following way:

$$E_n = (\eta_{ef} E_{gr} - E_m) \varphi_n + E_m, \quad (1)$$

where E_n and E_{gr} — the modules of elasticity of the nanocomposite and the nanofiller (graphene), respectively, η_{ef} — coefficient of efficiency for realization of the properties of the initial nanofiller showing their variations due to aggregation of the graphene or other any factors. It is easy to see that parameter of $\eta_{ef} E_{gr}$ is an effective (real) module of elasticity of the graphene in a polymeric matrix of a nanocomposite.

Fig. 1 presents the dependence of the coefficient of efficiency η_{ef} , calculated according to the equation (1), on the module of elasticity of matrix polymer E_m (it is expected that the values of the modules of elasticity of the matrix polymer and the polymeric matrix of the nanocomposite are equal) for 11 considered polymer/graphene nanocomposites. From this dependence the growth of η_{ef} follows in the process of increase of E_m , but a wide spread of the data will result not in a correlation of these parameters, but rather in a trend for their variation. This means that the intensity coefficient of η_{ef} depends not only on E_m , but also on the other factor (factors). Such a dependence was expected, because the polymeric nanocomposites are thermodynamically non-equilibrium solid bodies [9], and, according to the principle of Prigozhine-Defay, a description of their structure and properties requires not less than two parameters [10]. Such a factor can be the volume content of the nanofiller φ_n which is also a part of the equation (1) and alongside with E_m is a variable value, whereas of the value of the module of elasticity of the graphene is assumed as constant and equal to 1000 GPa [9].

Fig. 2 presents the dependence of the coefficient of efficiency η_{ef} on φ_n where a strong decline of η_{ef} in a rather narrow interval of φ_n is visible. However, a wide spread of the data of dependence $\eta_{ef}(\varphi_n)$, again, does not allow us to consider it a correlation.

The above presented facts assume what η_{ef} increases in the process of growth of E_m and decreases in the process of growth of φ_n . This gives us grounds for construction of the proposed correlation in the form of $\eta_{ef}(E_m/\varphi_n)$, which is presented in fig. 3. Such a construction has justified itself — as it appears from the diagram in fig. 3, a rather good linear correlation was received between η_{ef} and the complex characteristic of E_m/φ_n which can be described analytically in the following way:

$$\eta_{ef} = 7 \cdot 10^{-3} (E_m/\varphi_n), \quad (2)$$

where the value of E_m is given in gigapascals.

It is possible to assume that the decrease of the efficiency of realization of the elastic properties of the graphene is caused not by the actual increase of φ_n , but by intensification of the aggregation of this nanofiller in the process of its contents' growth [11]. It is possible to estimate the extent of aggregation of the 2D-nanofiller,

which in this process forms packs (tactoids) consisting of N_{pl} collinearly laid separate plates of the graphene, in the following way. In the work [1] the following equation was offered for the polymer/2D-nanofiller nanocomposites:

$$E_n/E_m = 1 + \alpha\phi_n, \quad (3)$$

where α — the aspect relation characterizing the level of anisotropy of the aggregates (tactoids) of the 2D-nanofiller, while E_n/E_m relation is usually called the extent of reinforcement of a nanocomposite.

Value α for the graphene is defined as follows [1]:

$$\alpha = L_{pl}/t_{tact}, \quad (4)$$

where L_{pl} — length of the graphene plate equal to ~ 1000 nm [9], t_{tact} — thickness of the aggregate (tactoid) of the graphene.

Thickness of one graphene plate of t_{pl} consisting of three layers is equal to ~ 1 nm [5, 9] and then the number of the graphene plates in one tactoid can be estimated as:

$$N_{pl} = t_{tact}/t_{pl}. \quad (5)$$

According to estimates, for the considered polymer/graphene nanocomposites the value of N_{pl} , varies within 2.2...75.2, which agrees well with the interval of a possible variation of this parameter for the graphene equal to 1...100 [5]. Fig. 4 presents the dependence of parameter $\eta_{\text{эф}}$, calculated according to equation (1), on the complex indicator of E_m/N_{pl} . As it is possible to see, an excellent correspondence of these parameters was obtained — their average divergence by the absolute value equals to only 2 %. Thus, the effective module of the graphene tactoids of E_{gr}^{ef} in the polymeric matrix of a nanocomposite is defined by two factors: by the module of elasticity of the matrix polymer and by the level of aggregation of the graphene characterized by the value of N_{pl} and it can be expressed as follows:

$$E_{gr}^{ef} = \frac{E_{gr}E_m}{N_{pl}}, \quad (6)$$

where E_{gr} and E_m are given in gigapascals.

For the considered polymer/graphene nanocomposites the value of E_{gr}^{ef} at $E_{gr} = 1000$ GPa varies within 17...338 GPa, which is significantly lower than E_{gr} , the nominal value of the module of elasticity of the graphene.

Taking into account equation (6), the modified rule of mixtures for the polymer/graphene nanocomposites can be presented in the following way:

$$E_n = E_m \left(\frac{E_{gr}\phi_n}{N_{pl}} \right) + (1 - \phi_n), \text{ GPa}, \quad (7)$$

from which it follows that the module of elasticity of the specified nanocomposites E_n is defined by two factors: its value grows in the process of increase of the module of elasticity of the matrix polymer and decreases in the process of intensification of aggregation of a nanofiller. From the equation (7) we also get an essen-

tial role of the value of the nominal module of elasticity of nanofiller E_{gr} , which can vary in 5 times — from 200 GPa for the organoclay up to 1000 GPa for the graphene [9]. And in conclusion we should point out that, according to fig. 4, the proposed method admits for the exfoliated graphene ($N_{pl} = 1$) the value of $\eta_{ef} > 1$ for the rather high-modular matrix polymers with $E_m > 1$ GPa.

Conclusion

Thus, the results demonstrated that the efficiency of the graphene as the reinforcing (strengthening) element of the structure of the polymeric nanocomposites is defined by two factors: by the elasticity module (stiffness) of the matrix polymer and by the extent of aggregation of a nanofiller. An increase of the stiffness of the matrix polymer increases the efficiency of the graphene, while the growth of the extent of aggregation of the nanofiller reduces it. An important role in reinforcement of the nanocomposites is also played by the elasticity module of the nanofiller itself. Under certain circumstances, the coefficient of efficiency of a 2D nanofiller can exceed a unit.

References

1. Schaefer D. W., Justice R. S. How nano are nanocomposites? *Macromolecules*, 2007, vol. 40, no. 24, pp. 8501–8517.
2. Jan R., May P., Bell A. P., Habib A., Khan U., Coleman J. N. Enhancing the mechanical properties of BN-nanosheet-polymer composites by uniaxial drawing, *Nanoscale*, 2014, vol. 6, no. 9, pp. 4889–4895.
3. Witten T. A., Rubinstein M., Colby R. H. Reinforcement of rubbers by fractal aggregates, *J. Phys. II France*, 1993, vol. 3, no. 3, pp. 367–383.
4. Coleman J. N., Cadek M., Ryan K. P., Fonseca A., Nady J. B., Blau W. J., Ferreira M. S. Reinforcement of polymer with carbon nanotubes. The role of an ordered polymer interfacial region. Experiment and modeling, *Polymer*, 2006, vol. 47, no. 23, pp. 8556–8561.
5. Jang B. Z., Zhamu A. Processing of nanographene platelets (NGPs) and NGP nanocomposites: a review, *J. Mater. Sci.*, 2008, vol. 43, no. 23, pp. 5092–5101.
6. Kozlov G. V., Karnet Yu. N., Dolbin I. V., Vlasov A. N. Effect of the phase state of a polymer matrix on the degree of reinforcement of polymer organoclay nanocomposites, *Nanoscience and Technology: An International Journal*, 2018, vol. 9, no. 2, pp. 155–163.
7. Chen J.-S., Poliks M. D., Ober C. K., Zhang Y., Wiesner U., Giannelis E. Study of the interlayer expansion mechanism and thermal-mechanical properties of surface-initiated epoxy nanocomposites, *Polymer*, 2002, vol. 43, no. 13, pp. 4895–4904.
8. Kozlov G. V., Dolbin I. V. Vliyanie vzaimodejstvij nanopolnitelya na stepen' usileniya nanokompozitov polimer/uglerodnye nanotrubki, *Nano- and Mikrosystemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 5, pp. 259–266 (in Russian).
9. Kim H., Abdala A. A., Macosko C. W. Graphene/polymer nanocomposites, *Macromolecules*, 2010, vol. 43, no. 16, pp. 6515–6530.
10. Kozlov G. V., Yanovskii Yu. G. Fractal mechanics of polymers. Chemistry and physics of complex polymeric materials. Toronto, New Jersey, Apple Academic Press, 2015. 370 p.
11. Kozlov G. V., Yanovskii Yu. G., Zaikov G. E. Structure and properties of particulate-filled polymer composites: the fractal analysis. New York, Nova Science Publishers, Inc., 2010. 282 p.

В. К. Смолин, канд. техн. наук, ст. науч. сотр.,
Филиал ФГУП РФЯЦ — ВНИИЭФ "НИИ измерительных систем им. Ю. Е. Седакова",
г. Нижний Новгород, niis@niis.nnov.ru

ПРИНЦИПЫ ИСПОЛНЕНИЯ ВАКУУМНЫХ МИКРОТРИОДОВ С ПЛАНАРНО-ТОРЦЕВЫМИ КАТОДАМИ

Поступила в редакцию 21.11.2018

Выполнен анализ принципов создания вакуумных микротриодов, которые могут составить основу вакуумных интегральных схем. Для получения оптимальных конструкторско-технологических решений необходимо выявление противоречий, которые являются причиной создания новых технологических методов и направлений. Подробно рассмотрены особенности вакуумных микротриодов с планарно-торцевыми катодами. Основная трудность в создании стабильных автоэмиссионных катодов состоит в технологических особенностях применяемых материалов. Применение для изготовления автоэмиссионных катодов наноматериалов дает возможность решить указанную проблему.

Ключевые слова: вакуумный микротриод, автоэммиттер, планарно-торцевой катод, алмазоподобная нанокompозитная пленка

Введение

В настоящее время интенсивно развивается новое направление электронной техники, возникшее на стыке микроэлектроники и вакуумной техники — вакуумная микроэлектроника. Исследования по созданию вакуумных активных элементов и микровакуумных приборов СВЧ на их основе, несмотря на большие достижения полупроводниковой СВЧ электроники, показали большую перспективность развития этого направления [1—4].

Основные типы вакуумных микротриодов

В качестве активных элементов вакуумной интегральной схемы (ВИС) используются микровакуумные приборы на основе автоэммиттеров, являющиеся аналогами вакуумных триодов. Схематические изображения основных конструкций вакуумных триодов приведены на рис. 1—4 (см. третью и четвертую стороны обложки).

Новый тип наноразмерных транзисторов с вакуумным каналом (NVC, *nanoscale vacuum channel*) был разработан учеными из Исследовательского центра НАСА (рис. 1, см. третью сторону обложки). Затвор в NVC-транзисторе играет такую же роль, как и в обычном полевом транзисторе. Приложенное к нему напряжение (около 5 В) управля-

ет потоком электронов, текущим через канал транзистора от одного электрода к другому. В NVC-транзисторе фактически нет вакуумного промежутка, его роль выполняет пространство, заполненное инертным газом, в данном случае гелием, находящимся при атмосферном давлении. Поскольку расстояние между электродами очень мало, не более 50 нм в опытных образцах, вероятность столкновения электронов с атомами газа очень мала, и они способны перемещаться в этой среде с такой же скоростью, как и в фактическом вакууме. Испытания опытных образцов NVC-транзисторов показали, что они сохраняют работоспособность при температуре до 200 °С, при которой обычные транзисторы работать уже не могут. Кроме того, NVC-транзисторы выдерживают воздействие достаточно мощного потока протонного и гамма-излучений. Эти транзисторы могут найти свое место в будущих микропроцессорах, так как технология их производства полностью совместима с технологией обычных КМОП схем. Тем не менее для промышленного применения этих полупроводниковых приборов физикам еще предстоит решить проблему низкой проводимости — в экспериментальных транзисторах лишь 0,5 % электронов достигало анода [5—8].

Автоэлектронный эмиттер Спиндта был создан в 70-х гг. XX в. в Стенфордском университете [9]. Это был один из первых автоэмиссионных приборов, изготавливаемых по групповой технологии. Разработанная технология давала возможность создания решетки автокатодов с молибденовыми острями, содержавших до 5000 острий с радиусом скругления ~ 50 нм и плотностью упаковки $\sim 6,4 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$. К настоящему времени созданы решетчатые катоды с расстоянием между эмиттерами 0,32 мкм, радиусом острия около 2,5 нм и диаметром отверстия в управляющем электроде 0,16 мкм. На рис. 2 (см. третью сторону обложки) представлена структура вакуумного транзистора с катодом Спиндта.

Описание основных технологических процессов, используемых при изготовлении микровакуумных устройств, можно найти в работах [2, 3, 10–15].

Обычная конструкция приборов с полевыми эмиссионными катодами имеет следующий порядок расположения электродов по вертикали на подложке: подложка/катод/затвор/анод. Однако при использовании указанной конструкции в полевых эмиссионных дисплеях или в вакуумных интегральных микросхемах возникают известные дополнительные технологические трудности, связанные с формированием спейсеров, поддерживающих анод на определенном расстоянии от подложки, и герметизацией всей структуры прибора. Этот недостаток может быть устранен в приборе с полевыми эмиссионными катодами вертикального типа, которая имеет обратный порядок расположения электродов на подложке.

Поперечное сечение конструкции вакуумного интегрального микроэлектронного прибора с полевыми эмиссионными катодами вертикального типа представлена на рис. 3 [16] (см. четвертую сторону обложки).

На базе разработанных и апробированных технологий формирования острийных микроприборов на полупроводниковой подложке (Si) возможно создание электронных пушек, диодов, триодов и тетродов в спектре рабочих напряжений $25 \dots 10^3$ В с плотностью тока порядка единиц миллиампер на квадратный миллиметр. Использование полупроводниковой подложки позволяет применять и низковольтное управление барьером Шоттки.

Конструктивно-технологические особенности вакуумных микротриодов с планарно-торцевыми катодами

Автоэмиссионные триоды (транзисторы) с горизонтальной геометрией рассматриваются как основные кандидаты для работы на сверхвысоких

частотах благодаря присущей их конструкции низкой емкости между эмиттером и управляющим электродом. Лезвийные планарно-торцевые структуры с металлическим катодом, изготовленные на диэлектрической подложке, не чувствительны к оптическому и даже к жесткому ионизирующему излучению, что значительно расширяет область применения данных приборов. Эмиссионные центры в лезвийных планарно-торцевых приборах имеют одномерное расположение, и следовательно, приборы, выполненные по данной технологии, уступают двумерному массиву острий по плотности тока. Однако при изготовлении планарных приборов не требуется создание трехмерных субмикронных микроструктур, что значительно упрощает технологию их изготовления. Рабочие напряжения прибора легко задаются толщиной диэлектрических слоев и могут варьироваться от 50 до 10^3 В. Теплонагрузка ионным током планарно-торцевых структур по сравнению с традиционными структурами на основе катодов Спиндта выше в 10^5 раз, что обеспечивает их высокую долговечность, подтвержденную экспериментально [17].

Конструкция вакуумного микротриода состоит из несущего основания (подложки), на котором разделенными диэлектрическими прослойками выполнены анод (электрод, инициирующий эмиссию и одновременно являющийся коллектором эмитированных электронов), управляющий электрод и катод (собственно автоэлектронный эмиттер). Структура вакуумного планарно-торцевого микротриода представлена на рис. 4 (см. четвертую сторону обложки). Для увеличения напряженности поля вблизи катода, эмитирующий электрод выполнен в виде гребенки с зубцами прямоугольной или треугольной формы [18–20].

В качестве подложки используются стекло, керамика, сапфир, кремний и кремниевые приборные структуры [21–24]. Возможно применение алмазных пластин, имеющих высокую теплопроводность и электрическую прочность. Кроме того, радиационная стойкость алмаза намного выше, чем радиационная стойкость кремния и диоксида кремния [25–27]. Изолирующие слои создаются преимущественно на основе пленок SiO_2 и Si_3N_4 , наносимых посредством химического осаждения из газовой фазы (CVD), полиимида [23, 28, 29]. Управляющий электрод может быть выполнен на основе металлов с высокой работой выхода, чтобы исключить эмиссию электронов (Al, Ni и др.).

Исходными материалами для создания автокатодов в первую очередь служат тугоплавкие металлы: вольфрам, молибден, рений, платина, а также металлы переходных групп: хром, ниобий, гафний. Бесчисленное множество вариантов для создания автокатодов дают полупроводниковые ма-

териалы. Однако автокатоды из таких материалов не могут работать длительное время в условиях серийных приборов, так как происходит разрушение микровыступов, определяющих автоэмиссию с рабочей поверхности катода. В 1970-х гг. появились первые сообщения об эмиссионных свойствах углеродных материалов (в основном углеродные волокна). Дальнейшие исследования показали принципиальную перспективность таких материалов [30].

Катодный узел с применением углеродсодержащих материалов представляет собой многослойную конструкцию, размещенную на диэлектрической опоре. Базис катодного узла (собственно автоэлектронный эмиттер) имеет два варианта исполнения. В первом варианте базис выполняется из углеродсодержащего материала. В работе [28] рассматривается конструкция, в которой углеродная пленка от диэлектрической опоры из оксида кремния отделена пленкой хрома, выполняющей роль адгезионного подслоя; такая же защитная пленка нанесена поверх базиса. В работе [31] сообщается о создании оригинальной структуры катода с автоэмиссией с торцов тонкой (20...30 нм) пленки алмазоподобного углерода; плотность эмиссионного тока таких пленок достигает 2 А/см^2 при напряженности электрического поля 5...30 В/мкм.

В качестве базиса может быть использована проводящая легированная алмазоподобная наноконструктивная пленка, имеющая в своем составе в качестве основных элементов углерод, кремний, металл, кислород и водород. На поверхности пленки размещен слой диоксида кремния, между слоем диоксида кремния и слоем проводящего легированного алмазоподобного материала размещен переходный металлный нанослой для исключения диффузии кислорода, содержащий атомы Me и Si, причем слой проводящего легированного алмазоподобного материала имеет атомарную концентрацию углерода в пределах 25...39 % [32]. При использовании карбидообразующего металла в наноконструктиве образуются кристаллические наночастицы его карбида. Металлы выбирают из ряда имеющих стабильные карбиды, таких как гафний, ниобий, тантал, титан, цирконий. Главным фактором, определяющим выбор легирующего металла, являющегося основой нанофазы наноконструктивной алмазоподобной пленки, эмитирующей электроны, является значение работы выхода электрона с поверхности материала нанофазы. Варьируя вид легирующего металла, можно в широких пределах менять порог эмиссии, что расширяет возможности применения катодного узла для различных автоэмиссионных приборов [33].

Во втором варианте в качестве базиса используется слой проводящего материала с нанесенной на

торцевую поверхность, обращенную к аноду, алмазоподобной наноконструктивной пленкой. В работе [34] проводящий слой толщиной 0,5 мкм получают пиролитическим осаждением поликремния и легированием его фосфором; наноалмазные покрытия толщиной 0,1...0,2 мкм формировались при микроволновом с электронно-циклотронным резонансом плазмохимическом осаждении и рабочем давлении паров этанола 0,1 Па и температуре 300...350 °С.

Электрофизические свойства углеродных нанотрубок дают основание рассматривать их как превосходный материал для получения низковольтных полевых эмиттеров с плотностью эмиссионного тока $\sim 100 \text{ А/см}^2$. К нанотрубкам предъявляют жесткие требования — они должны быть прямыми, расположенными перпендикулярно площадке, на которой они формируются, и иметь одинаковую длину и диаметр. В данном случае базис представляет собой трехслойную проводящую структуру, которая обязательно включает слой каталитического материала (Fe, Co, Ni, нихром и др.), определяющего активность образования нанотрубок. В планарных приборах каталитический слой отделен от приборной структуры адгезионным слоем наноразмерной толщины (ванадием, хромом либо нитридом титана толщиной около 20 нм), а сверху пассивирован металлическим слоем (например, ванадием). Диаметр углеродных нанотрубок строго задается толщиной каталитического слоя (выбирается в диапазоне 1...20 нм). В плоском варианте формируются трубки почти одинакового диаметра, а следовательно, одинакова и скорость их роста, и окончательная длина. Плотный рост нанотрубок мало ограничивает эмиссионные свойства эмиттера, так как нанотрубки образуют тонкое "лезвие" [22, 23, 35, 36].

Обзоры по способам формирования и свойствам углеродных и наноуглеродных материалов и покрытий приведены в работах [30, 37—39]. Формирование других элементов триодов основывается на методах твердотельной микроэлектроники; при преимущественном использовании для контурной обработки плазмохимического травления жидкостное травление (подтравливание диэлектрика с торца базиса перед формированием нанотрубок) применяется для создания "лезвия", длина которого может колебаться от 0,025 до 0,5 мкм [35].

Заключение

Проведен анализ конструктивно-технологических вариантов изготовления вакуумных микротриодов. Микротриоды с планарно-торцевыми катодами пригодны для работы на сверхвысоких

частотах и устойчивы к действию внешних дестабилизирующих факторов. При изготовлении таких планарных приборов не требуется создание трехмерных субмикронных микроструктур, характерных для автоэлектронных эмиттеров Спиндта, что значительно упрощает технологию.

Список литературы

1. **Zhu W.** Vacuum Microelectronics. Wiley-Interscience, 2001. 396 p.
2. **Трубецков Д. И.** Вакуумная микроэлектроника // Соросовский образовательный журнал. 1997. № 4. С. 58—64.
3. **Смолин В. К., Шоболов Е. Л.** Вакуумная микроэлектроника — перспективный путь создания ЭКБ для эксплуатации в экстремальных условиях // Нано- и микросистемная техника. 2016. Т. 18, № 4. С. 227—238.
4. **Викулов И.** Вакуумная СВЧ электроника в 2010 году: к миллиметровому и терагерцевому диапазонам // Электроника: НТБ. 2011. № 2. С. 108—119.
5. **Изобретен** вакуумный транзистор. URL: <https://technomaniya.ru/izobreten-vakuuniy-tranzistor>.
6. **Siwapon Srisonphan, Yun Suk, Hong Koo Kim.** Metal-oxide-semiconductor field effect transistor with a vacuum channel // Nature Nanotechnology. 2012. Vol. 8, N. 7. P. 504—508.
7. **Ученые** создали высокоскоростной гибридный вакуумной лампы и транзистора // NanoNewsNet.ru >news/2012...vysokoskorostnoi-gibrid.
8. **Вакуумный** транзистор сможет преодолеть рубеж. URL: [1TGz/geektimes.ru >post/254150/](http://1TGz.geektimes.ru/post/254150/).
9. **Spindt C. A., Brodie I., Humphrey L., Westerberg E.** Physical properties of thin-film field emission cathodes with molybdenum cones // Journal of Applied Physics. 1976. Vol. 47, N. 12. P. 5248—5263.
10. **Дюжев Н. А., Махиборода М. А., Скворцов В. Э.** Электронно-лучевой микродисплей высокого разрешения на базе кремниевого автоэмиссионного нанокатода // Первый Международный форум по нанотехнологиям, 3—5 декабря 2008 г., Москва. Сб. тезисов докладов научно-технологических секций. Т. 2. С. 80—82.
11. **Кузнецов Г. Д., Курочка С. П., Курочка А. С.** Вакуумная и плазменная электроника: курс лекций. М.: Изд. дом МИСиС, 2009. 161 с.
12. **Балан Н. Н., Ивашов Е. Н., Лучников П. А., Невский А. Б.** Острые эмиттеры электронов микроприборов и конструктивно-технологические особенности их изготовления // Вестник науки Сибири. 2012. № 3 (4). Серия Инженерные науки. С. 89—98.
13. **Asano T.** Simulation of geometrical change effects on electrical characteristics of micrometer-size vacuum triode with field emitters // IEEE Trans. on ED. 1991. Vol. ED-38, N. 10 (October). P. 2392—2394.
14. **Княшко С. В.** Исследование нелинейных волновых взаимодействий в распределенных системах радиодиапазона: Автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук. Горький, 1980. 16 с.
15. **Климин А. И., Мостовский А. А., Пустыльник И. А.** Исследование автофотоэмиссии одноострижных и многоострижных кремниевых катодов // Известия Академии наук СССР: серия физическая. 1976. Т. 40, № 8. С. 1575—1580.
16. **Огурцов О. Ф., Казуров Б. И., Красников Г. Я.** Вакуумный интегральный микроэлектронный прибор и способ его изготовления. Патент РФ № 2332745, опублик. 27.08.2008.
17. **Абаньшин Н. П., Горфинкель Б. И., Якунин А. Н.** Исследование механизма ионного нагружения острижных эмиттеров автоэмиссионных структур // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32, вып. 20. С. 52—59.
18. **Карпов Л. Д.** Вакуумный микротриод. Патент РФ 2097869, опублик. 27.11.1997.
19. **Kanemaru S., Itoh J.** Fabrication and characterization of lateral field-emitter triodes // IEEE Trans. on ED. 1991 (October). Vol. ED-38, N. 10. P. 2334—2336.
20. **Komatsu H.** Fabrication and characteristics of vacuum microelectronic devices with a lateral field electron emission cathode // Fourth Int. Vacuum Microelectronics Conf. Nagahama, Japan, 1991. Technical Digest. P. 48—49.
21. **Трубецков Д. И., Рожнев А. Г., Соколов Д. В.** Лекции по сверхвысокочастотной вакуумной микроэлектронике. Саратов: Изд-во ГосУНЦ "Колледж", 1996. 238 с.
22. **Вартапетов С., Ильичев Э., Набиев Р., Одинокоев В., Павлов Г., Петрухин Г., Полторацкий Э., Рычков Г., Сологуб В., Шелепин Н.** Эмиссионная электроника на основе нано- (микро-) структурированных углеродных материалов // Наноиндустрия. 2009. № 4. С. 4—10.
23. **Красников Г. Я., Зайцев Н. А., Орлов С. Н., Хомяков И. А., Яфаров Р. К.** Структура и способ изготовления интегральных автоэмиссионных элементов с эмиттерами на основе нанодиамазных покрытий. Патент РФ № 2455724, опублик. 10.07.2012.
24. **Красников Г. Я., Огурцов О. Ф., Казуров Б. И., Щербakov Н. А.** Матрица полевых эмиссионных катодов с затворами (варианты) и способ ее изготовления. Патент РФ № 2299488, опублик. 20.05.2007.
25. **Груздов В. В., Колковский Ю. В., Концевой Ю. А., Аболдуев И. М., Миннебаев В. М.** Вакуумная микросхема с алмазными тепловодами. Патент РФ на полезную модель № 168873, опублик. 22.02.2017.
26. **Груздов В. В., Колковский Ю. В., Концевой Ю. А.** Контроль новых технологий в твердотельной СВЧ электронике. М.: Техносфера, 2016. 53 с.
27. **Барбашов В. М., Громов Д. В.** Радиационные эффекты в наногетероструктурных СВЧ-приборах и интегральных схемах: учеб. пособие. М.: НИЯУ МИФИ, 2013. 9 с.
28. **Драч В. А., Засемков В. С., Карпов Л. Д., Петров Е. Н.** Вакуумный микротриод. Патент РФ 2075130, опублик. 10.03.1997.
29. **Петров Е. Н.** Пленочный планарно-торцевой матричный автоэлектронный катод. Патент РФ № 2089960, опублик. 10.09.1997.
30. **Шешин Е. П.** Структура поверхности и автоэмиссионные свойства углеродных материалов. М.: Физматкнига, 2001. 287 с.
31. **Абаньшин Н., Жуков Н., Кузничихин А.** Дисплей с наноразмерными структурами. Начало положено // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2007. № 5. С. 32—38.
32. **Сидорова Л. П., Дмитриев В. К., Инкин В. Н.** Способ изготовления проводящей легированной алмазоподобной нанокompозитной пленки и проводящая легированная алмазоподобная нанокompозитная пленка. Патент РФ № 2186152, опублик. 27.07.2002.
33. **Шупегин М. Л.** Осаждение пленок металлосодержащих нанокompозитов с кремний-углеродной матрицей // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2013. № 2. Т. 79. С. 28—32.
34. **Шупегин М. Л., Пархоменко Ю. В., Малинкович М. Д., Скрылева Е. А.** Технология, получение, структура и свойства металлосодержащих нанокompозитов с кремний-углеродной матрицей // Изв. вузов. Материалы электронной техники. 2005. № 3. С. 12—16.
35. **Гаврилов С. А., Ильичев Э. А., Полторацкий Э. А., Рычков Г. С., Дворкин В. В., Дзбановский Н. Н., Суегин Н. В.**

Эмиттеры из углеродных нанотрубок для планарной вакуумной микро- и наноэлектроники // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30, вып. 14. С. 75–81.

36. **Хамдохов З. М., Хамдохов Э. З.** Способ изготовления катода на основе массива автоэмиссионных эмиттеров. Патент РФ № 2640355, опубл. 28.12.2017.

37. **Крель С. И.** Автоэлектронная эмиссия из безострийных наноструктур: Автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук. Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, 2015. 19 с.

38. **Алафердов А. В.** Исследование процессов формирования и свойств структур на основе многослойного графена и многостенных углеродных нанотрубок: Дис. ... канд. физ.-мат. наук. ННГУ им. Н. И. Лобачевского, Нижний Новгород, 2016. 163 с.

39. **Смольникова Е. А.** Исследование структурных и автоэмиссионных характеристик нанографитовых холодных катодов. Дис. ... канд. физ.-мат. наук МГУ имени М. В. Ломоносова. Физический факультет. Москва. 2015. 146 с.

V. K. Smolin, Ph. D., Senior Researcher,
Branch of RFNC-VNIIEF "Yu. E. Sedakov Research Institute of Measuring Systems", Nizhny Novgorod,
Russian Federation, niiis@niiis.nnov.ru

Corresponding author:

Smolin Valentin K., Ph. D., Senior Researcher, Branch of RFNC-VNIIEF "Yu. E. Sedakov Research Institute of Measuring Systems", Nizhny Novgorod, Russian Federation, niiis@niiis.nnov.ru

Principles of Execution of Vacuum Micro-Triodes with Planar-End Cathodes

Received on November 21, 2018

Accepted on December 19, 2018

The authors present an analysis of the principles for development of the vacuum microtriodes, which can form the basis for the vacuum integrated circuits. In order to present the optimal design and engineering solutions it is necessary to identify the contradictions, which result from new technological methods and directions. The authors also present in details the specific features of the vacuum microtriodes with the planar-end cathodes. The key problems in development of stable field-emission cathodes are connected with the technological features of the applied materials. Application of the nanocarbon materials for manufacturing of the field-emission cathodes provides opportunities for solving of the above problem.

Keywords: vacuum microtriode, autoemitter, planar-end cathodes, diamond-likenanocomposite film

For citation:

Smolin V. K. Principles of Execution of Vacuum Micro-Triodes with Planar-End Cathodes, *Nano- i Mikrosystemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 223–230.

DOI: 10.17587/nmst.21.223-230

Introduction

Vacuum microelectronics is a new intensively developing direction in the electronic technologies, which appeared on the boundary of microelectronics and vacuum technologies. Despite big achievements in the semiconductor microwave electronics, the research and development of the vacuum active elements and microvacuum devices on their basis demonstrated big prospects in this direction [1–4].

Main types of the vacuum microtriodes

The microvacuum devices on the basis of autoemitters, which are analogs of the vacuum triodes, are used as the active elements in the vacuum integrated circuit (VIC). Schematic images of the main designs of the vacuum triodes are presented in fig. 1–4 (see the 3-rd and 4-th side of cover).

Scientists from NASA Research Center developed a new type of nanodimensional transistors with a vacuum

channel — nanoscale vacuum channel, NVC, (fig. 1, see the 3-rd side of cover). The gate in the NVC transistor plays the same role, as in a regular field transistor. The voltage (about 5 V) applied to it controls a flow of the electrons moving via the transistor channel from one electrode to another. In NVC transistor actually there is no vacuum interval, its role is played by the space filled with an inert gas, in this case — helium at the atmospheric pressure. Since the distance between the electrodes is very small, not more than 50 nm in the prototypes, the probability of a collision of the electrons with the gas atoms is very low, and they can move in this environment with the same speed, as in the actual vacuum. Tests of the prototypes of the NVC transistors show that they preserve their workability at temperatures up to 200 °C, when ordinary transistors cannot operate any more. Besides, the NVC transistors withstand the influence of a powerful flow of the proton and gamma radiations. These transistors can find their application in future microprocessors, because the tech-

nology for their production is completely compatible with the technology of regular CMOS circuits. Nevertheless, for the industrial applications of these semiconductor devices the physicists still have to solve the problem of their low conductivity — in the experimental transistors only 0.5 % of the electrons reached the anode [5–8].

Spindt autoelectronic emitter was developed in 1970s [9]. It was one of the first field-emission devices manufactured by a group technology. The developed technology made it possible to create a lattice of the autocathodes with the molybdenic edges containing up to 5000 points with a rounded radius of ~ 50 nm and the packing density of $\sim 6.4 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$. So far, trellised cathodes with the distance between the emitters of $0.32 \text{ }\mu\text{m}$, the edge radius of about 2.5 nm and the diameter of the opening in the control electrode of $0.16 \text{ }\mu\text{m}$ have been created. Fig. 2 (see the 3-rd side of cover) presents the structure of a vacuum transistor with the Spindt cathode.

A description of the main technological processes used for production of the microvacuum devices can be found in [2, 3, 10–15].

A regular design of the devices with the field emission cathodes has the following order of the vertical arrangement of the electrodes on a substrate: substrate/cathode/gate/anode. However, the use of the specified design in the field emission displays or in the vacuum integrated chips involves additional technological problems connected with formation of spacers, which keep the anode at a certain distance from the substrate and seal all the structure of the device. This drawback can be eliminated in a device with the field emission cathodes of a vertical type, which has a reverse order of the arrangement of the electrodes on the substrate.

Cross section of the design of the vacuum integrated microelectronic device with the field emission cathodes of a vertical type is presented in fig. 3 (see the 4-th side of cover) [16].

On the basis of the developed and approved technologies for formation of the pointed microdevices on a semiconductor substrate (Si) it is possible to create electronic guns, diodes, triodes and tetrodes in the range of voltages of $25 \dots 10^3 \text{ V}$ with the density of current of about units of milliamperes per a square millimeter. Use of a semiconductor substrate allows us to apply also a low-voltage control of Schottky barrier.

Design-technological features of the vacuum microtriodes with the planar-end cathodes

The field-emission triodes (transistors) with the horizontal geometry are considered as major candidates for operation at ultrahigh frequencies due to their inherent

design of a low capacity between the emitter and the control electrode. The blade planar-end structures with a metal cathode manufactured on a dielectric substrate are not sensitive to the optical and even rigid ionizing radiation, which expands considerably the sphere of application of these devices. The emission centers in the blade planar-end devices have a one-dimensional arrangement and therefore, the devices made by this technology are inferior to the two-dimensional massif of points as far as the current density is concerned. However, production of the planar devices does not require creation of the three-dimensional submicronic microstructures, which simplifies considerably the technology for their production. The working voltages of the device are set easily by the thickness of the dielectric layers and can vary from 50 up to 10^3 V . Thermal loading by the ionic current of the planar-end structures in comparison with the traditional structures on the basis of Spindt cathodes is 10^5 times higher, which ensures their high durability, proved experimentally [17].

The design of the vacuum microtriode consists of the bearing basis (substrate), on which there are divided by the dielectric layers the anode (the electrode initiating emission, and at the same time a collector of the emitted electrons), the control electrode and the cathode (the autoelectronic emitter itself). The structure of the vacuum planar-end microtriode is presented in fig. 4 (see the 4-th side of cover). In order to increase the voltage of the field near the cathode, the emitting electrode is made in the form of a comb with the teeth of a rectangular or triangular shape [18–20].

Glass, ceramics, sapphire, silicon and silicon instrument structures are used as the substrate [21–24]. Application of the diamond plates having high heat conductivity and electric durability is possible; besides, the radiation resistance of a diamond is much higher, than that of the silicon and silicon dioxide [25–27]. The insulating layers are created mainly on the basis of the SiO_2 and Si_3N_4 films deposited by means of the chemical deposition from the gas phase (CVD) of polyimide [23, 28, 29]. The control electrode can be made on the basis of the metals with a high work function in order to exclude emission of the electrons (Al, Ni, etc.).

As the initial materials for creation of the autocathodes, first of all, the refractory metals are used: tungsten, molybdenum, rhenium, platinum and also metals of the transitional groups: chrome, niobium, and hafnium. An infinite number of versions for creation of the autocathodes is provided by the semiconductor materials. However, the autocathodes from such materials cannot operate in the conditions of the serial devices for a long time, because destruction of the microedges occurs, which define the field-emission from the working surface of the cathode. In 1970s the first messages concerning the emission properties of the carbon materials (mainly carbon fibers) appeared.

The further research demonstrated good prospects for such materials [30].

A cathodic node with the use of carboniferous materials is a multilayered design placed on a dielectric support. The basis of the cathodic node (the autoelectronic emitter itself) is produced in two versions. In the first version the basis is made of a carboniferous material. In the work [28] the design is considered, in which the carbon film is separated from the dielectric support of silicon oxide by a chrome film, which plays the role of an adhesive underlayer; the same kind of a protective film is deposited over the basis. In [31] there is information about development of an original structure of the cathode with the field-emission from the end faces of the thin (20...30 nm) films of the diamond-like carbon; the density of the emission current of such films reaches 2 A/cm^2 at the electric field strength of 5...30 V/ μm .

The conducting alloyed diamond-like nanocomposite film, incorporating carbon, silicon, metal, oxygen and hydrogen as its main elements, can be used as the basis. On the surface of the film there is a silicon dioxide layer, between the layer of the silicon dioxide and the layer of the conducting alloyed diamond-like material there is a transitional metallide nanolayer for elimination of the oxygen diffusion, containing Me and Si atoms, at that, the layer of the conducting alloyed diamond-like material has the atomic concentration of carbon within the range of 25...39 % [32]. Use of a carbide-forming metal in a nanocomposite results in formation of the crystal nanoparticles of its carbide. The metals are selected from a row with stable carbides, such as hafnium, niobium, tantalum, titanium, and zirconium. The main factor defining the choice of the alloying metal, which makes the basis for the nanophase of the nanocomposite diamond-like film emitting the electrons, is the value of the work function of an electron from the surface of the material of the nanophase. By varying the type of the alloying metal, it is possible to change the emission threshold in a wide range, which expands the opportunities for application of the cathodic node in various field-emission devices [33].

In the second version the basis is a layer of the conducting material with a diamond-like nanocomposite film deposited on the end surface turned to the anode. In the work [34] a $0.5 \mu\text{m}$ — thick conducting layer is received by a pyrolytic deposition of polysilicon and alloying it with phosphorus; the $0.1...0.2 \mu\text{m}$ — thick nanodiamond coverings were formed during the microwave plasmochemical deposition with the electron and cyclotron resonance, and at the working pressure of the ethanol vapors of 0.1 Pa and 300...350 °C.

The electrophysical properties of the carbon nanotubes give us grounds to consider them as an excellent material for receiving of the low-voltage field emitters with the density of the emission current of $\sim 100 \text{ A/cm}^2$.

The requirements to the nanotubes are strict — they have to be straight and located perpendicularly to the platform, on which they are formed, and should be of the identical lengths and diameters. In this case the basis is a three-layer conducting structure, which must include a layer of the catalytic material (Fe, Co, Ni, nichrome, etc.) defining the activity of formation of the nanotubes. In the planar devices the catalytic layer is separated from the instrument structure by an adhesive layer of a nanodimensional thickness (vanadium, chrome or titanium nitride with thickness of about 20 nm) and from above it is passivated by a metal layer (for example, vanadium). The diameter of the carbon nanotubes is strictly set by the thickness of the catalytic layer (selected in the range of 1...20 nm). In the flat version the tubes of almost identical diameter are formed, and, consequently, both the speed of their growth, and the final lengths are identical. The dense growth of the nanotubes does not limit considerably the emission properties of the emitter, because the nanotubes form a thin "edge" [22, 23, 35, 36].

Reviews of the ways for formation and properties of the carbon and nanocarbon materials and coverings are presented in [30, 37—39]. Formation of the other elements of the triodes is based on the methods of the solid-state microelectronics; in case of the primary use of the plasmochemical etching for the contour processing, the liquid etching (etching of the dielectric from the basis' end face before formation of nanotubes) is applied for creation of "an edge", the length of which can vary from $0.025 \mu\text{m}$ up to $0.5 \mu\text{m}$ [35].

Conclusion

An analysis was done of the design and technological versions for production of the vacuum microtriodes. The microtriodes with the planar-end cathodes are suitable for operation on ultrahigh frequencies and are resistant to action of the external destabilizing factors. Production of such planar devices does not require creation of the three-dimensional submicronic microstructures, typical for the autoelectronic Spindt emitters, which simplifies the technology considerably.

References

1. **Zhu W.** *Vacuum Microelectronics*, Wiley-Interscience, 2001, 396 p.
2. **Trubeckov D. I.** Vakuumnaya mikroelektronika, *Sorosovskij obrazovatel'nyj zhurnal*, 1997, no. 4, pp. 58—64 (in Russian).
3. **Smolin V. K., Shobolov E. L.** Vakuumnaya mikroelektronika — perspektivnyj put sozdaniya EKB dlya ekspluatatsii v ekstremal'nyh usloviyah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2016, no. 4, pp. 227—238 (in Russian).
4. **Vikulov I.** Vakuumnaya SVCh elektronika v 2010 godu: k millimetrovomu i teragercevomu diapazonam, *Elektronika: NTB*, 2011, no. 2, pp. 108—119 (in Russian).

5. **Izobreten** vakuumnij transistor, available at: <http://texnomaniya.ru/izobreten-vakuuniiy-tranzistor> (in Russian).
6. **Siwapon Srisonphan, Yun Suk, Hong Koo Kim.** Metal-oxide-semiconductor field effect transistor with a vacuum channel, *Nature Nanotechnology*, 2012, vol. 8, no. 7, pp. 504–508.
7. **Uchenye** sozdali vysokoskorostnoj gibrid vakuumnoj lampy i tranzistora, available at: <http://NanoNewsNet.ru >news/2012...vysokoskorostnoi-gibrid> (in Russian).
8. **Vakuumnij** tranzistor smozhet preodolet' rubezh ITGc, available at: <http://geektimes.ru >post/254150/> (in Russian).
9. **Spindt C. A., Brodie I., Humphrey L., Westerberg E.** Physical properties of thin-film field emission cathodes with molybdenum cones, *Journal of Applied Physics*, 1976, vol. 47, no. 12, pp. 5248–5263.
10. **Dyuzhev N. A., Mahiboroda M. A., Skvorcov V. E.** Elektronoluchevoj mikrodisplej vysokogo razresheniya na baze kremnievogo avtoemissionnogo nanokatoda, *Pervyj mezhdunarodnyj Forum po nanotehnologiyam*, 3–5 December 2008, Moscow, Sbornik tezisov dokladov nauchno-tehnologicheskikh sekcij, 2008, vol. 2, pp. 80–82 (in Russian).
11. **Kuznecov G. D., Kurochka S. P., Kurochka A. S.** *Vakuumnaya i plazmennaya elektronika: Kurs lekcij*, Moscow, Izd. dom MISiS, 2009, 161 p. (in Russian).
12. **Balan N. N., Ivashov E. N., Luchnikov P. A., Nevskij A. B.** Ostrijnye emittery elektronov mikroprilozhenij i konstruktivno-tehnologicheskie osobennosti ih izgotovleniya, *Vestnik nauki Sibiri, Seriya Inzhenernye nauki*, 2012, no. 3 (4), pp. 89–98 (in Russian).
13. **Asano T.** Simulation of geometrical change effects on electrical characteristics of micrometer-size vacuum triode with field emitters, *IEEE Trans. on ED*, 1991, vol. ED-38, no. 10 (October), pp. 2392–2394.
14. **Kiyashko S. V.** Issledovanie nelinejnyh volnovykh vzaimodejstvij v raspredelennyh sistemah radiodiapazona: Avtoref. diss. kand. fiz.-mat. nauk., Gor'kij, 1980. 16 p. (in Russian).
15. **Klimin A. I., Mostovskij A. A., Pustyl'nik I. A.** Issledovanie avtofotomissii odnoostrijnyh i mnogoostrijnyh kremnievyh katodov, *Izvestiya Akademii nauk SSSR: seriya fizicheskaya*, 1976, vol. 40, no. 8, pp. 1575–1580 (in Russian).
16. **Ogurcov O. F., Kazurov B. I., Krasnikov G. Ya.** Vakuumnij integral'nyj mikroelektronnyj pribor i sposob ego izgotovleniya. Patent RF № 2332745, opubl. 27.08.2008 (in Russian).
17. **Aban'shin N. P., Gorfinkel' B. I., Yakunin A. N.** Issledovanie mehanizma ionnogo nagruzheniya ostrijnyh emitterov avtoemissionnyh struktur, *Pisma v ZhTF*, 2006, vol. 32, no. 20, pp. 52–59 (in Russian).
18. **Karpov L. D.** Vakuumnij mikrotriody. Patent RF 2097869, opubl. 27.11.1997 (in Russian).
19. **Kanemaru S., Itoh J.** Fabrication and characterization of lateral field-emitter triodes, *IEEE Trans. on ED*, 1991 (October). Vol. ED-38, no. 10, pp. 2334–2336.
20. **Komatsu H.** Fabrication and characteristics of vacuum microelectronic devices with a lateral field electron emission cathode, *Fourth Int. Vacuum Microelectronics Conf.*, Nagahama, Japan, 1991, Technical Digest, 1991, pp. 48–49.
21. **Trubeckov D. I., Rozhnev A. G., Sokolov D. V.** *Lekcii po sverhvysochastotnoj vakuumnoj mikroelektronike*. Saratov, Izdvo GosUNC "Kolledzh", 1996, 238 p. (in Russian).
22. **Vartapetov S., Il'ichev E., Nabiev R., Odinkov V., Pavlov G., Petruhin G., Poltorackij E., Rychkov G., Sologub V., Shelepin N.** Emissionnaya elektronika na osnove nano- (mikro-) strukturirovannyh uglerodnyh materialov, *Nanoindustriya*, 2009, no. 4, pp. 4–10 (in Russian).
23. **Krasnikov G. Ya., Zajcev N. A., Orlov S. N., Homjakov I. A., Yafarov R. K.** Struktura i sposob izgotovleniya integral'nyh avto'emissionnyh `elementov s `emitterami na osnove nanoalmaznyh pokrytij. Patent RF№ 2455724, opubl. 10.07.2012 (in Russian).
24. **Krasnikov G. Ya., Ogurcov O. F., Kazurov B. I., Scherbakov N. A.** Matrica polevyh emissionnyh katodov s zatvorami (varianty) i sposob ee izgotovleniya. Patent RF№ 2299488, opubl. 20.05.2007 (in Russian).
25. **Gruzdov V. V., Kolkovskij Yu. V., Koncevoj Yu. A., Abolduev I. M., Minnebaev V. M.** Vakuumnaya mikroshema s almaznymi teplotvodami. Patent RF na poleznuyu model' 168873, opubl. 22.02.2017 (in Russian).
26. **Gruzdov B. B., Kolkovskij Yu. V., Koncevoj Yu. A.** *Kontrol' novyh tehnologij v tverdotelnoj SVCh elektronike*, Moscow, Tehnosfera, 2016, 53 p. (in Russian).
27. **Barbashov V. M., Gromov D. V.** *Radiacionnye efekty v nanogeterostrukturyh SVCh-priborah i integral'nyh shemah*. Uchebnoe posobie. Moscow, NIYaU MIFI, 2013, 9 p. (in Russian).
28. **Drach V. A., Zasemkov V. S., Karpov L. D., Petrov E. N.** Vakuumnij mikrodiody. Patent RF 2075130, opubl. 10.03.1997 (in Russian).
29. **Petrov E. N.** Plenochnyj planarno-torcevoj matrichnyj avtoelektronnyj katod. Patent RF № 2089960, opubl. 10.09.1997 (in Russian).
30. **Sheshin E. P.** *Struktura poverhnosti i avto'emissionnye svoystva uglerodnyh materialov*, Moscow, Izd-vo MFTI Fizmatkniga, 2001, 287 p. (in Russian).
31. **Aban'shin N., Zhukov N., Kuznechihin A.** Displei s nanorazmernymi strukturami. Nachalo polozheno, *ELEKTRONIKA: Nauka, Tehnologiya, Biznes*. 2007, no. 5, pp. 32–38 (in Russian).
32. **Sidorova L. P., Dmitriev V. K., Inkin V. N.** Sposob izgotovleniya provodyaschey legirovannoj almazopodobnoj nanokompozitnoj plenki i provodyaschaya legirovannaya almazopodobnaya nanokompozitnaya plenka. Patent RF № 2186152, opubl. 27.07.2002 (in Russian).
33. **Shupegin M. L.** Osazhdenie plenok metallsoderzhaschih nanokompozitov s kremnij-uglerodnoj matricej, *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2013, vol. 79, no. 2. pp. 28–32 (in Russian).
34. **Shupegin M. L., Parhomenko Yu. V., Malinkovich M. D., Skryleva E. A.** Tehnologiya poluchenie, struktura i svoystva metallsoderzhaschih nanokompozitov s kremnij-uglerodnoj matricej. *Izv. Vuzov. Materialy elektronnoj tekhniki*, 2005, no. 3, pp. 12–16 (in Russian).
35. **Gavrilov S. A., Il'ichev E. A., Poltorackij E. A., Rychkov G. S., Dvorkin V. V., Dzbanovskij N. N., Suetin N. V.** Emittery iz uglerodnyh nanotrubok dlya planarnoj vakuumnoj mikro- i nanoelektroniki, *Pisma v ZhTF*, 2004, vol. 30, no. 14, pp. 75–81 (in Russian).
36. **Hamdohov Z. M.** Sposob izgotovleniya katoda na osnove massiva avtoemissionnyh emitterov. Patent RF 2640355, opubl. 28.12.2017 (in Russian).
37. **Krel' S. I.** Avtoelektronnaya `emissiya iz bezostrijnyh nanostruktur, Avtoreferat dis. ... kand. fiz.-mat. nauk, Sankt-Peterburgskij politehnicheskij universitet Petra Velikogo, Sankt-Peterburg, 2015, 19 p. (in Russian).
38. **Alaferdov A. V.** Issledovanie processov formirovaniya i svoystv struktur na osnove mnogoslojnogo grafena i mnogostennyh uglerodnyh nanotrubok... Dis. ... kand. fiz.-mat. nauk, NNGU im. N. I. Lobachevskogo, Nizhnij Novgorod, 2016, 163 p. (in Russian).
39. **Smol'nikova E. A.** Issledovanie strukturyh i avtoemissionnyh harakteristik nanografityovyh holodnyh katodov... Dis. na soiskanie uchenoj stepeni kand. fiz.-mat. nauk MGU imeni M. V. Lomonosova", fizicheskij fakul'tet, Moscow, 2015, 146 p. (in Russian).

А. А. Черепанов, инженер-конструктор,

ООО "СибИС", г. Новосибирск, e-mail: cherepanov@sib-is.ru,

аспирант, Новосибирский государственный технический университет

И. Л. Новиков, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., e-mail: ilya_novikov@mail.ru,

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

В. Ю. Васильев, д-р хим. наук, проф., зам. ген. директора, e-mail: vasilev@sib-is.ru,

ООО "СибИС", г. Новосибирск

СЧИТЫВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОНИКА ДЛЯ СКВИД-МАГНИТОМЕТРОВ ПОСТОЯННОГО ТОКА.

ЧАСТЬ 2. СИСТЕМЫ СЧИТЫВАНИЯ И ИХ ОГРАНИЧЕНИЯ

Поступила в редакцию 26.09.2018

В обзоре предпринята попытка анализа текущего состояния и проводимых исследований и разработок в области считывающей электроники для сверхпроводящих квантовых интерферометров (СКВИД-магнитометров) постоянного тока. В части 2 работы рассмотрены базовые электронные схемы считывания слабого полезного сигнала со СКВИДа и рассмотрены основные ограничения, вносимые дополнительной электронной обвязкой.

Ключевые слова: сенсоры магнитных полей, магнитометры на основе сверхпроводящих квантовых интерферометров (СКВИД) постоянного тока, петля фиксации потока, модуляционная схема считывания, схемы с дополнительной положительной обратной связью

Введение и постановка задачи

Сверхпроводящие квантовые интерферометры (СКВИДы) — приборы квантовой сверхпроводящей электроники — на сегодняшний день являются наиболее прецизионными датчиками магнитного потока. В части 1 обзора [1] были рассмотрены основные принципы работы низкотемпературного СКВИДа постоянного тока (пт-СКВИД), так как именно эти приборы позволяют достигнуть максимальной чувствительности. Были проанализированы фундаментальные ограничения пт-СКВИДов, не позволяющие использовать их в качестве законченных устройств. В первую очередь они касаются малого линейного диапазона входной величины, малых размеров СКВИДа, ограничивающих чувствительность к магнитному полю. Также существует ограничение, связанное с высоким шумом последующего за пт-СКВИДом усилителя, которое не позволяет раскрыть весь потенциал систем на основе СКВИДов. Кроме того, рабочая температура пт-СКВИДа около 4,2 К также является ограничивающим фактором их использования, поскольку на сегодняшний день не существует стандартизированной коммерчески доступной электроники, способной работать при столь низких температурах.

В части 2 работы рассмотрены базовые электронные схемы считывания полезного сигнала с пт-СКВИДа и основные ограничения, вносимые дополнительной электронной обвязкой. Проана-

лизированы существующие базовые решения, которые позволяют решить проблемы сопряжения низкотемпературного пт-СКВИДа и выходной, так называемой "комнатной электроники", используемой для считывания сигнала. Эти решения позволяют обойти фундаментальные ограничения СКВИД-магнитометров.

Схемы считывания для пт-СКВИДов, позволяющие преодолевать фундаментальные ограничения

Прямая схема считывания с петлей фиксации потока. Как было показано в части 1 [1], вследствие нелинейной зависимости вольт-поточковой характеристики пт-СКВИДа значительные изменения магнитного потока неотвратимо приводят к нелинейным искажениям выходного сигнала. Следовательно, необходимо обеспечить стабильность рабочей точки на вольт-поточковой характеристике для поддержания постоянного коэффициента передачи потока $V_{\Phi} = \left. \frac{\partial V}{\partial I} \right|_{\Phi = \Phi_a}$. Это позволит умень-

шить нелинейные искажения и шум пт-СКВИДа при значительном отклонении рабочей точки от оптимальной. Таким образом, фиксирование рабочей точки обеспечивает увеличение динамического диапазона системы.

Для стабилизации рабочей точки обычно используется петля отрицательной обратной связи,

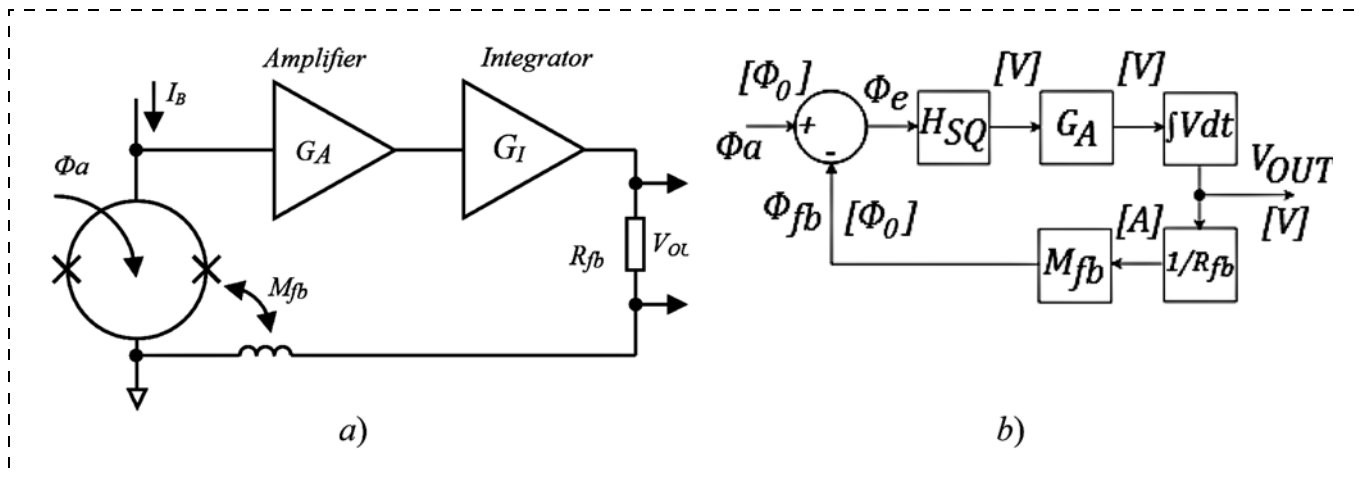


Рис. 1. Схемы петли фиксации потока: *a* — структурная; *b* — функциональная
 Fig. 1. Diagrams of a flux-locked loop: *a* — structural; *b* — functional

которая позволяет зафиксировать магнитный поток через СКВИД. Такая петля (рис. 1, *a, b*) [2] называется петлей фиксации потока (*flux locked loop*) [3], она работает следующим образом. Рабочая точка на вольт-потоковой характеристике изначально задается током смещения пт-СКВИДа. Отклонения напряжения вследствие влияния внешнего магнитного потока усиливаются посредством усилителя и интегрируются. Результирующий сигнал через резистор обратной связи подается на индуктивность, связанную со СКВИДОМ (M_{fb} — коэффициент взаимной индукции). В данной петле СКВИД работает как потоковый сумматор: поток обратной связи Φ_{fb} , пропорциональный выходному напряжению V_{OUT} , вычитается из входного потока Φ_a и формирует поток ошибки Φ_e :

$$\Phi_e = \Phi_a - \Phi_{fb}. \quad (1)$$

Соотношения для прямой и обратной ветвей системы выглядят следующим образом:

$$V_{OUT} = \Phi_e V_\Phi G_d; \quad (2)$$

$$\Phi_{fb} = V_{OUT} G_{fb}, \quad (3)$$

где $G_d = G_A G_I V_\Phi$ — усиление прямой ветви; $G_{fb} = \frac{M_{fb}}{R_{fb}}$ — усиление обратной ветви; G_A , G_I — усиление усилителя и интегратора соответственно. Отсюда

$$V_{OUT} = \frac{G_d}{1 + G_d G_{fb}} \Phi_a = \frac{G}{1 + G} \frac{1}{G_{fb}} \Phi_a, \quad (4)$$

где $G = G_d G_{fb}$ — коэффициент петлевого усиления.

Изменение рабочей точки такой системы при меняющемся входном потоке проявляется следую-

щим образом: рабочая точка на вольт-потоковой характеристике СКВИДа сдвигается в $G + 1$ раз "медленнее", т. е. линейный диапазон возрастает в $G + 1$ раз. Условие $G = \infty$ соответствует полностью статичной рабочей точке.

Помимо явного преимущества использования схемы фиксации потока, которое проявляется в значительном увеличении динамического диапазона измеряемых величин, неидеальность используемой электроники, посредством которой формируется петля обратной связи, вносит ряд ограничений на динамические параметры исследуемого сигнала. Рассмотрим эти ограничения подробнее.

1. *Ограничения, связанные с шумом усилителя.* Возможность пт-СКВИДа детектировать изменения магнитного поля на уровне долей Φ_0 ограничена лишь уровнем шума измерительной системы. В простейшем случае измерительная система состоит из СКВИДа и усилителя (для упрощения будем считать источник тока смещения СКВИДа идеальным). Спектральная плотность шумов магнитного потока подобной системы $S_{\Phi, \text{tot}}$ складывается из шумов СКВИДа $S_{\Phi, SQ}$ и шумов усилителя $S_{\Phi, AMP}$ [4]. Шум усилителя, в свою очередь, состоит из шумов напряжения $S_{V, AMP}$ и тока $S_{I, AMP}$:

$$S_{\Phi, \text{tot}} = S_{\Phi, SQ} + S_{\Phi, AMP} = S_{\Phi, SQ} + \frac{S_{V, AMP} + S_{I, AMP} R_{dyn}^2}{V_\Phi^2} \approx \frac{S_{V, SQ} + S_{V, AMP}}{V_\Phi^2}, \quad (5)$$

где $S_{V, SQ}$ — спектральная плотность шумов напряжения пт-СКВИДа; $R_{dyn} = \left. \frac{\partial V}{\partial I} \right|_{\Phi = \Phi_a}$ — динамичес-

кое сопротивление пт-СКВИДа при заданном потоке.

В силу малости динамического сопротивления R_{dyn} токовой составляющей шумов усилителя можно пренебречь.

Обычно шумы самого СКВИДа в десятки раз меньше шумов усилителя. По порядку величины это соответствует $S_V, SQ = 0,1 \text{ нВ}/\sqrt{\text{Гц}}$ и $S_V, AMP = 1 \text{ нВ}/\sqrt{\text{Гц}}$. Приведенный уровень шума усилителя соответствует достаточно хорошему коммерческому (*cost-of-the-shelf*) комнатному усилителю [5, 6]. Значительное уменьшение шума усилителя, вплоть до порядка шумов самого СКВИДа, можно получить, применяя специализированные криогенные усилители.

Кроме собственного белого шума усилителя, проблему считывания сигнала составляют фликкер-шумы усилителя, частота среза которых в зависимости от конструкции входного каскада усилителя больше на порядки ($f_{C, AMP} \approx 100 \text{ Гц} \dots 10 \text{ кГц}$) частоты среза фликкер-шума самого пт-СКВИДа [7]. Одним из способов преодоления ограничения по низкочастотному шуму является применение модуляционной схемы считывания, анализ которой представлен ниже.

2. *Частотные ограничения, связанные со стабильностью электроники петли фиксации потока.* Частотные свойства самого пт-СКВИДа (способность детектировать быстрые изменения потока) ограничены лишь паразитными составляющими джозефсоновских контактов (емкость, сопротивление) и индуктивностью сверхпроводящей петли. При современном уровне технологии, которая позволяет создавать пт-СКВИД с характеристическими размерами в десятки нанометров [8], его рабочая частота может достигать значений свыше 10 ГГц. Однако использование глубоких обратных связей для построения схем фиксации потока значительно ограничивает частотный диапазон измерительной системы. Это связано с неизбежным набегом фазы преобразуемого с помощью электроники сигнала. При суммарном (т. е. через весь тракт преобразования) набеге фазы, большей 180° , и усилении больше единицы отрицательная обратная связь превращается в положительную обратную связь, и усилительная система превращается в генератор. Частотные свойства электронной системы принято характеризовать произведением усиления на полосу GBW (*gain-bandwidth product*). Для простых систем с одним полюсом на частотной характеристике (например, для операционного усилителя) данный параметр приравнивается к частоте единичного усиления f_1 (частота, при которой усиление равняется единице):

$$GBW = f_C A_{ol} \quad (6)$$

где f_C — частота среза (граница полосы пропускания); A_{ol} — коэффициент усиления в полосе пропускания. Таким образом, приравняв суммарное усиление петли обратной связи к единице, можно определить частотный диапазон, где обратная связь будет стабильной:

$$G = V_\Phi G_A G_I G_{fb} = 1; \quad (7)$$

$$G_A G_I = \frac{1}{V_\Phi G_{fb}}; \quad (8)$$

$$GBW = G_A G_I G_C. \quad (9)$$

Данный частотный диапазон и будет определять частотные свойства всей измерительной системы. Необходимо отметить, что наибольший вклад в усиление будет вносить усилитель, а определять частоту среза будет интегратор.

3. *Ограничения, связанные со скоростью нарастания входного сигнала.* Другим важным параметром системы фиксации потока является скорость нарастания сигнала (*slew rate*) SR :

$$SR = d\Phi/dt. \quad (10)$$

В случае схемы фиксации потока, если на вход измерительной системы поступает сигнал больше линейного диапазона, то обратная связь препятствует изменению рабочей точки и система не претерпевает нелинейных искажений. Однако, если сигнал обратной связи нарастает очень медленно, то обратная связь не успевает реагировать на изменение сигнала на входе, что также приводит к нелинейным искажениям. В силу временной зависимости причины появления подобные искажения называются динамическими. Очевидно, что данный параметр определяет максимально возможные амплитудно-временные характеристики исследуемых сигналов. Для пт-СКВИДа, охваченного петлей фиксации потока, справедливо следующее ограничение для измеряемых сигналов [9]:

$$SR \geq \left. \frac{d\Phi}{dt} \right|_{\max}; \quad (11)$$

$$\left. \frac{d\Phi}{dt} \right|_{\max} \leq \omega_C G \frac{\Phi_0}{4}; \quad (12)$$

где $\omega_C = 2\pi f_C$; Φ_0 — флюксон.

Таким образом, повышение усиления всей системы и расширение полосы позволяют решить проблемы, связанные со скоростью нарастания входного сигнала.

4. *Ограничения, связанные с временем задержки.* Электрический сигнал, хотя и имеет высокую скорость распространения, но эта скорость конечна. И, в частности, скорость распространения сигнала

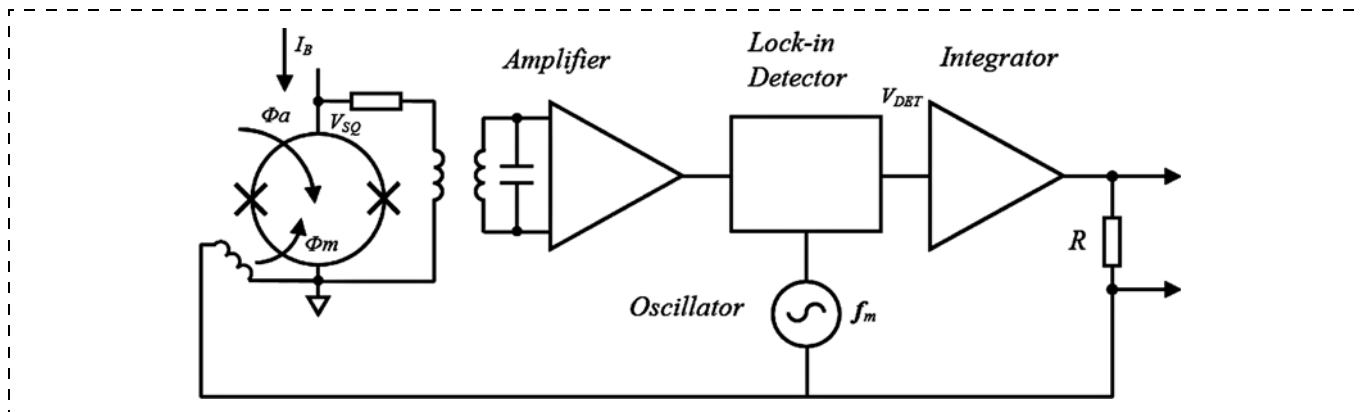


Рис. 2. Модуляционная схема с петлей фиксации потока

Fig. 2. Circuit of a flux-locked loop with modulation

зависит от конструктивных элементов электронной системы. Вполне очевидно, что на длинных линиях передачи задержка сигнала будет значительней, чем на коротком проводе. Также поскольку все электронные компоненты работают по принципу накопления заряда, очевидно, что двухкаскадный усилитель будет иметь большую задержку, чем аналогичный ему однокаскадный вследствие паразитных емкостей как пассивных, так и активных элементов схемы. В СКВИД-магнитометрах часто используют длинные линии передачи для коммутации самого СКВИДа, который находится в криостате при криогенной температуре, и остальной электроники, которая работает при комнатной температуре. Очевидно, что задержка в системе, охваченной обратной связью, будет негативно сказываться на стабильности системы и ее частотных свойствах: на частотах, коррелирующих со временем задержки, могут возникать всплески на амплитудно-частотной характеристике системы.

Взаимосвязь произведения усиление — полоса GBW и суммарного времени задержки Δt системы была предложена в работе [10]:

$$GBW < \frac{1}{8\Delta t}. \quad (13)$$

Близкое эмпирическое выражение было предложено также другим автором в работе [11].

Типичные значения частоты единичного усиления с петлей фиксации потока, ограниченные задержкой на кабелях, составляют единицы — десятки мегагерц. Это показывает, что рабочая полоса измерительной системы определяется прежде всего задержкой на кабелях, соединяющих пт-СКВИД с "комнатной считывающей электроникой" [12].

Таким образом, применение петли фиксации потока позволяет значительно расширить динамический диапазон пт-СКВИДа за счет оптимального выбора коэффициента петлевого усиления. Од-

нако обратная связь вносит некоторые ограничения на полосу измеряемых сигналов.

Модуляционная схема считывания. Одним из существенных ограничений представленных выше схем, как было сказано ранее, является фликкер-шум последующего за СКВИДом усилителя. Для того чтобы преодолеть это ограничение, используется модуляционная схема с петлей фиксации потока (рис. 2) [13]. Основной принцип заключается в переносе спектра полезного сигнала в область высоких частот, где фликкер-шум отсутствует, с последующим переносом исследуемого сигнала в область низких частот [14].

Данная схема представляет собой комбинацию петли фиксации потока и синхронного детектора. Последующий анализ справедлив для гармонического приближения передаточной характеристики, когда вольт-поточковая характеристика близка к косинусу. Передаточную характеристику пт-СКВИДа $H(\Phi)$ можно представить, как показано на (рис. 3, а):

$$H(\Phi) = \frac{V_{pp}}{2} \sin\left(\frac{2\pi}{\Phi_0} \Phi - \frac{\pi}{2}\right) + \frac{V_{pp}}{2}, \quad (14)$$

где V_{pp} — размах напряжения на выходе пт-СКВИДа. Входной сигнал пт-СКВИДа Φ_{in} будет представлять собой сумму измеряемого внешнего потока Φ_a и модуляционного сигнала Φ_m . Модуляционный сигнал Φ_m с частотой $f_m = 100$ кГц...1 МГц и с амплитудой $\Phi_0/4$, поступает на пт-СКВИД с генератора опорного сигнала посредством индуктивности (рис. 3, б):

$$\Phi_{in} = \Phi_a + \Phi_m = \Phi_a + \frac{\Phi_0}{4} \sin(2\pi f_m t). \quad (15)$$

Такая модуляция вызывает симметричные отклонения на вольт-поточковой характеристике отно-

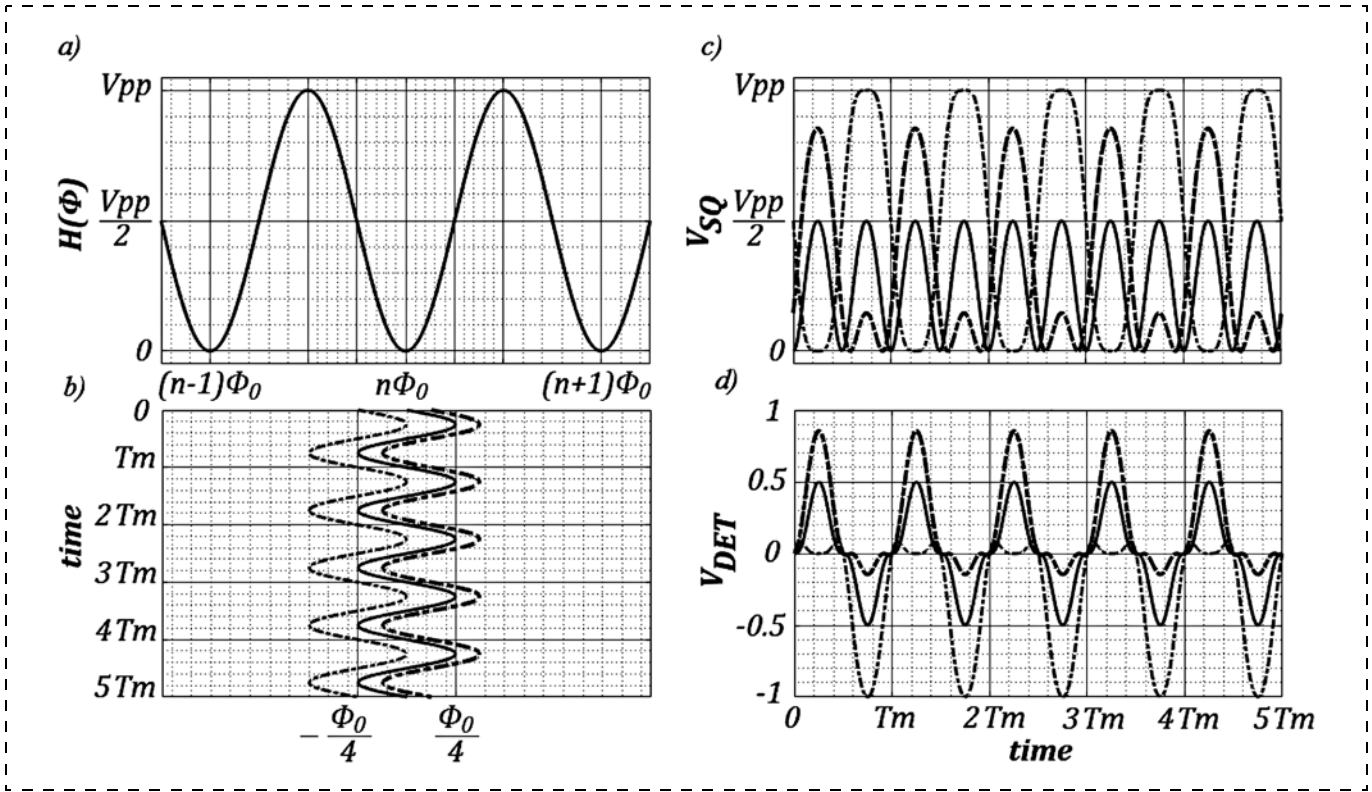


Рис. 3. Принцип действия модуляционной схемы: *a* — передаточная характеристика пт-СКВИД; *b* — входной магнитный поток; *c* — выходной сигнал с пт-СКВИДа; *d* — отклик синхронного детектора. Сплошные кривые соответствуют случаю $\Phi_a = 0$, штрих-пунктирные кривые соответствуют случаю $\Phi_a = -\frac{\Phi_0}{4}$, штриховые кривые соответствуют случаю $\Phi_a = \frac{\Phi_0}{8}$

Fig. 3. Operating principle of the modulation scheme: *a* — transfer characteristic of dc-SQUID, *b* — input magnetic flux, *c* — output signal of dc-SQUID, *d* — response of the lock — in detector. The solid curves are related to the case of $\Phi_a = 0$, the dash curves — to the case of $\Phi_a = -\frac{\Phi_0}{4}$, and dash-dot curves — to the case of $\Phi_a = \frac{\Phi_0}{8}$

сительно рабочей точки. Подставляя (15) в (14), получаем выходной сигнал со СКВИДа V_{SQ} (рис 3, *c*):

$$V_{SQ} = H(\Phi_{in}) = \frac{V_{pp}}{2} \sin\left(\frac{2\pi}{\Phi_0}\left(\Phi_a + \frac{\Phi_0}{4} \sin(2\pi f_m t)\right) - \frac{\pi}{2}\right) + \frac{V_{pp}}{2}. \quad (16)$$

После усиления сигнал поступает на синхронный детектор, который настроен на частоту модуляции f_m . Отклик детектора V_{DET} представляет собой произведение усиленного сигнала со СКВИДа V_{OUT} и сигнала опорного генератора V_{REF} (рис. 3, *d*):

$$V_{DET} = G(V_{SQ} \times V_{REF}) = G(V_{SQ} \times \sin(2\pi f_m t)), \quad (17)$$

где G — усиление тракта.

В случае нулевого внешнего потока $\Phi_a = 0$, на выходе пт-СКВИДа будет сигнал двойной частоты модуляции ($2f_m$) и, как следствие, на выходе синхронного детектора после интегрирования будет ноль. Если же входной поток равен $\pm \frac{\Phi_0}{4}$, то на вы-

ходе пт-СКВИДа будет сигнал максимальной амплитуды с частотой f_m , а на выходе синхронного детектора — максимальный сигнал. Если же входной поток лежит в диапазоне $0 \pm \frac{\Phi_0}{4}$, то выходной сигнал пт-СКВИДа будет содержать компоненту на частоте f_m , а синхронный детектор выдаст постоянное напряжение, пропорциональное амплитуде f_m — компоненты.

В рассмотренном выше примере применяется модуляция гармоническим сигналом. Недостатком данного подхода является повышенный шум, так как рабочая точка плавно меняется, проходя точку наименьшей чувствительности на передаточной характеристике. Чаще в качестве модуляционного сигнала используется сигнал в форме меандра. Это обеспечивает постоянство чувствительности (рабочая точка всегда находится в положении максимальной чувствительности), что приводит к минимальному шуму. Недостатком этого подхода является наличие в спектре выходного сигнала пиков,

соответствующих гармоникам опорного сигнала, что ухудшает динамический диапазон системы, свободной от помех.

Рассмотрим ограничение полосы сигнала, связанное с частотой опорного генератора. Работа синхронного детектора основана на принципе умножения сигналов. Выходной сигнал умножителя V_{MIX} в случае гармонических сигналов можно представить следующим образом:

$$\begin{aligned} V_{MIX} &= A \sin(\omega t + \varphi) \times B \sin(\omega_m t) = \\ &= \frac{AB}{2} (\cos[(\omega - \omega_m)t + \varphi] - \\ &\quad - \cos[(\omega + \omega_m)t + \varphi]), \end{aligned} \quad (18)$$

где ω — круговая частота входного сигнала; ω_m — круговая частота опорного сигнала; φ — фаза входного сигнала; A и B — амплитуды сигналов. В случае, когда $\omega = \omega_m$, выражение (18) можно записать так:

$$V_{MIX} = \frac{AB}{2} (\cos\varphi - \cos[2\omega_m t + \varphi]). \quad (19)$$

Таким образом, измеряемый сигнал после умножения переносится в область нулевых частот и для последующего его выделения необходима низкочастотная фильтрация компоненты двойной частоты. В случае модуляционной схемы считывания для пт-СКВИДа фильтрация осуществляется интегратором.

Очевидно, что рабочая полоса частот системы будет определяться интегратором. Основное требование заключается в эффективном фильтровании компоненты двойной частоты, поэтому частота среза интегратора, а значит и рабочая полоса частот системы BW должна быть много меньше $2\omega_m$:

$$BW \ll 2\omega_m. \quad (20)$$

Таким образом, модуляционная схема считывания сигнала с пт-СКВИДа позволяет в значительной степени уменьшить влияние фликкер-шума усилителя и самого СКВИДа за счет синхронного приема, а трансформаторная развязка позволяет согласовать по шуму пт-СКВИД и комнатный усилитель.

Схема с дополнительной положительной обратной связью. Как было показано ранее, шумы последующего за пт-СКВИДом усилителя в значительной степени ограничивают чувствительность системы. Из анализа выражения (1) очевидно, что для минимизации шумов измерительной системы необходимо или уменьшать шумы усилителя, приведенные ко входу, или повышать коэффициент передачи потока V_Φ . Если первый подход заключается в разработке малощумящего усилителя с плот-

ностью шумов, приведенной ко входу, порядка $0,1 \text{ нВ}/\sqrt{\text{Гц}}$, (что возможно, например, в криогенных условиях), то второй подход заключается в применении схемы с дополнительной обратной связью [15].

Принципиальные и функциональные схемы считывания полезного сигнала с пт-СКВИДа с дополнительной обратной связью представлены на рис. 4. В связи с тем, что обратную связь можно реализовать как по напряжению, так и по току, возможны две базовые конфигурации. Схема с дополнительной обратной связью по напряжению состоит из пт-СКВИДа и параллельной RL -цепи. Динамическое сопротивление пт-СКВИДа R_{dyn} и резистор обратной связи R_{fb} образуют делитель напряжения, с выхода которого снимается напряжение V_{OUT} :

$$V_{OUT} = \Phi_\Sigma V_\Phi \frac{R_{fb}}{R_{dyn} + R_{fb}}. \quad (21)$$

Суммарное сопротивление динамического сопротивления пт-СКВИДа R_{dyn} и резистора обратной связи R_{fb} конвертирует напряжение с пт-СКВИДа в ток обратной связи. Через катушку индуктивности обратной связи L_{fb} , связанной со СКВИДом через коэффициент взаимной индукции M_{fb} , магнитный поток, пропорциональный току обратной связи, подается на пт-СКВИД:

$$\Phi_{fb} = \frac{M_{fb}}{R_{dyn} + R_{fb}} V_{OUT}. \quad (22)$$

Таким образом, увеличение входного магнитного потока Φ_a вызывает еще большее увеличение магнитного потока Φ_Σ , пронизывающего пт-СКВИД:

$$\Phi_\Sigma = \Phi_a + \Phi_{fb}. \quad (23)$$

Подставив (21) и (22) в (20), можно получить явную зависимость выходного напряжения V_{OUT} от входного потока Φ_a :

$$\begin{aligned} V_{OUT} &= \frac{V_\Phi}{1 - \left(\frac{V_\Phi M_{fb}}{R_{fb}} - \frac{R_{dyn}}{R_{fb}} \right)} \Phi_a = \\ &= \frac{V_\Phi}{1 - \beta_V} \Phi_a = V_\Phi^{APF} V_\Phi \Phi_a, \end{aligned} \quad (24)$$

где $\beta_V = \frac{V_\Phi M_{fb}}{R_{fb}} - \frac{R_{dyn}}{R_{fb}}$ — коэффициент обратной связи по напряжению.

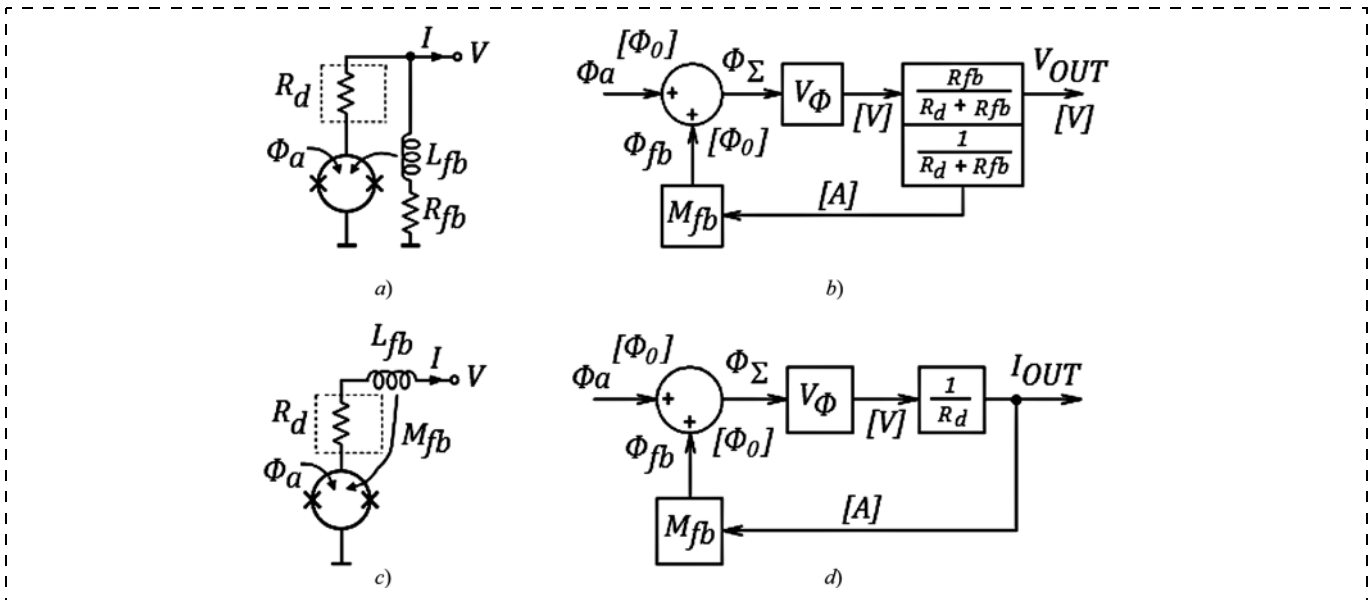


Рис. 4. Схема считывания сигнала для пт-СКВИДа с дополнительной обратной связью: принципиальная (а) и функциональная (б) схемы с обратной связью по напряжению; принципиальная (с) и функциональная (д) схемы с обратной связью по току
Fig. 4. Diagrams for dc-SQUID signal read-out with an additional feedback: the principle (a) and functional (b) voltage feedback circuits; the principle (c) and functional circuits (d) for the current feedback

Аналогичным образом работает система с положительной обратной связью по току. Такая система состоит из пт-СКВИДа и последовательной индуктивности L_{fb} . Входной поток Φ_a конвертируется в напряжение на пт-СКВИДе. Динамическое сопротивление СКВИДа преобразует это напряжение в выходной ток I_{OUT} :

$$I_{OUT} = \frac{V_{\Phi} \Phi_{\Sigma}}{R_{dyn}}. \quad (25)$$

Выходной ток I_{OUT} на индуктивности L_{fb} конвертируется в магнитный поток. СКВИД постоянного тока и индуктивность связаны между собой через коэффициент взаимной индукции M_{fb} :

$$\Phi_{fb} = M_{fb} I_{OUT}. \quad (26)$$

Таким образом, увеличение входного магнитного потока Φ_a вызывает еще большее увеличение магнитного потока Φ_{Σ} , пронизывающего пт-СКВИД, как и в предыдущем случае.

Подставив (22) и (25) в (24) и учитывая, что коэффициент передачи потока по току в заданной рабочей точке $I_{\Phi} = \frac{1}{M_{dyn}} = \frac{V_{\Phi}}{R_{dyn}}$, можно получить явную зависимость выходного тока I_{OUT} от входного потока Φ_a :


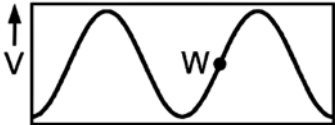
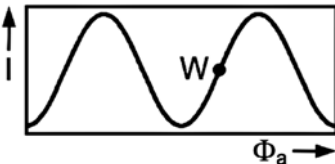
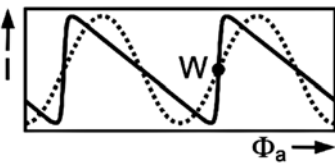
$$I_{OUT} = \frac{1}{1 - \frac{M_{fb}}{M_{dyn}}} \Phi_a = \frac{I_{\Phi}}{1 - \beta_I} \Phi_a = I_{\Phi}^{APF, I} \Phi_a, \quad (27)$$

где $\beta_I = \frac{M_{fb}}{M_{dyn}}$ — коэффициент обратной связи по току.

Основная идея подхода, основанного на применении положительной обратной связи, заключается в модификации вольт-поточковой характеристики (для обратной связи по напряжению) и ампер-поточковой характеристики (для обратной связи по току). Положительная обратная связь осуществляет асимметричное изменение характеристик: положительный наклон становится более крутым (т. е. коэффициент передачи потока в рабочей точке резко увеличивается), а отрицательный — более пологим. При этом форма ампер-поточковой и вольт-поточковой характеристик остаются исходными для двух выше упомянутых конфигураций соответственно.

Отметим, что при таком подходе значительно уменьшается допустимый линейный диапазон Φ_{lin}^{APF} в сравнении с собственным линейным диапазоном пт-СКВИДа Φ_{lin} , что делает невозможным применение данной схемы без петли фиксации потока. Также в случае обратной связи по напряжению имеет место небольшое уменьшение размаха вольт-поточковой характеристики вследствие падения части выходного напряжения на резисторе R_{fb} . Резистор обратной связи R_{fb} также добавляет в систему шум порядка $4k_B TR_{fb} \beta_V^2$, однако этот резистор часто находится при одной температуре с пт-СКВИДом, и в силу тепловой природы шума им можно пренебречь в данном случае.

Сравнение принципов дополнительной обратной связи по напряжению и по току
Comparison of the additional positive voltage feedback and current feedback

Характеристика <i>Characteristics</i>	Обратная связь по напряжению <i>Voltage feedback</i>	Обратная связь по току <i>Current feedback</i>
Коэффициент передачи потока по напряжению V_{Φ}^{APF} , V/Φ_0 <i>Flux voltage transfer coefficient V_{Φ}^{APF}, V/Φ_0</i>	$V_{\Phi}^{APF, V} = \frac{V_{\Phi}}{1 - \beta_V}$	V_{Φ}
Коэффициент передачи потока по току I_{Φ}^{APF} , A/Φ_0 <i>Flux current transfer coefficient I_{Φ}^{APF}, A/Φ_0</i>	I_{Φ}	$I_{\Phi}^{APF, I} = \frac{I_{\Phi}}{1 - \beta_I}$
Спектральная плотность шумов по напряжению S_V^{APF} , $V/\sqrt{\Gamma\text{ц}}$ <i>Spectral density of noise by voltage, S_V^{APF}, $V/\sqrt{\Gamma\text{ц}}$</i>	$S_V + 4k_B TR_{fb} \beta_V^2$	S_V
График вольт-поточковой характеристики <i>Voltage-flux characteristic curve</i>		
График ампер-поточковой характеристики <i>Current-flux characteristic curve</i>		
Линейный диапазон входного потока Φ_{lin}^{APF} , Φ_0 <i>Linear range of the input flux Φ_{lin}^{APF}, Φ_0</i>	$(1 - \beta_V)\Phi_{lin}$	$(1 - \beta_I)\Phi_{lin}$
Частота среза f_C^{APF} , Гц <i>Cut-off frequency f_C^{APF}, Hz</i>	$f_C^{APF, V} = (1 - \beta_V) \frac{R_{fb}}{2\pi L_{fb}}$	$f_C^{APF, I} = (1 - \beta_I) \frac{Z_{in}}{2\pi L_{fb}}$

Что касается частотных свойств представленных выше схем, то вследствие использования положительной обратной связи исходная полоса системы "зарезается" обратно пропорционально коэффициенту усиления системы $\frac{1}{1 - \beta}$. Исходная полоса системы определяется частотой среза обратной связи f_C^{fb} : в случае обратной связи по напряжению $f_C^{fb, V} = \frac{R_{fb}}{2\pi L_{fb}}$, а в токовом случае

$$f_C^{fb, I} = \frac{Z_{in}}{2\pi L_{fb}}, \text{ где } Z_{in} \text{ — входной импеданс последующего усилителя/преобразователя ток — напряжение или, чаще всего, дополнительного параллельного резистора. Обычно индуктивность обратной связи } L_{fb} \text{ пренебрежимо мала и не приводит к значительному уменьшению полосы исследуемого сигнала.}$$

Обобщение принципов дополнительной обратной связи по напряжению и по току представлено в таблице. Различные вариации комбинаций двух вышеупомянутых схем с положительной обратной связью дают возможность усилить эффект уменьшения влияния шума последующей электроники. Такие решения позволяют изменять как ампер-поточковую, так и вольт-поточковую характеристики, что позволяет увеличить динамическое сопротивление R_{dyn} и токовую чувствительность $\frac{1}{M_{dyn}}$. С учетом того, что $V_{\Phi} = R_{dyn} \frac{1}{M_{dyn}}$ и (5), шум, приведенный к входу последующего комнатного усилителя, может быть уменьшен и будет ниже уровня собственных шумов на выходе пт-СКВИДа [16—19].

Таким образом, схемы с дополнительной положительной обратной связью позволяют значительно уменьшить шумы, приведенные к входу усилителя, за счет модификации вольт-поточковой и/или ампер-поточковой характеристики пт-СКВИДа. Это

приводит к резкой асимметрии характеристик: положительный наклон характеристики становится значительно круче по сравнению с исходной, что вызывает увеличение коэффициента преобразования потока и тем самым значительно снижает требования по шумам для считывающей электроники. Особенностью данного подхода является сужение динамического диапазона и необходимость использования петли фиксации потока, а также невозможность применения модуляционной схемы считывания.

Заключение

Особенности СКВИДов накладывают определенные ограничения на измерения магнитных полей. Во-первых, значительная нелинейность передаточной характеристики сильно лимитирует линейный диапазон измеряемых сигналов, поэтому на практике используют дополнительную электронную обвязку — схему фиксации потока. Во-вторых, уровень шумов последующего за пт-СКВИДом комнатного усилителя на порядок превышает уровень собственных шумов пт-СКВИДа, что не позволяет различить малый полезный сигнал на фоне шумов. Для преодоления этих ограничений используют модуляционную схему считывания или схему с дополнительной обратной связью. Необходимо принимать во внимание, что любое усложнение измерительной системы вносит новые ограничения, такие как уменьшение рабочей полосы в частотной области и линейного диапазона. Все ограничения дополнительной электронной оснастки связаны с тем, что на данный момент не существует электроники, способной работать в столь низких температурах (кельвиновый диапазон). Для связи криогенной части магнитометра (пт-СКВИД) с комнатной шумящей электроникой приходится использовать длинные линии передачи, которые ограничивают полосу исследуемых сигналов.

В следующей части работы будет представлен анализ существующих решений в области криогенной электроники, использование которой как ключевого звена в перспективных системах СКВИД-магнитометров позволит в значительной степени снять ограничения дополнительной электронной обвязки.

Список литературы

1. Черепанов А. А., Новиков И. Л., Васильев В. Ю. Считывающая электроника для СКВИД-магнитометров постоянного тока. Часть 1. СКВИД-магнитометры постоянного тока и их ограничения // Нано- и микросистемная техника. 2019. Т. 21, № 1. С. 40—51.

2. Prêle D., Piat M., Sipile L., et al. Operating Point and Flux Jumps of a SQUID in Flux-Locked Loop // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2016. Vol. 26, N. 2 (2): 1600105. 5 p. doi: 10.1109/TASC.2015.2510606
3. Torrioli G., Bastiab P., Piroc L., et al. A cryo-amplifier working in a Double Loop-Flux Locked Loop scheme for SQUID readout of TES detectors // Proc. of SPIE. 2016. Vol. 7732: 773241. 8 p. doi: 10.1117/12.856430
4. Drung D. High-Tc and low-Tc dc SQUID electronics // Supercond. Sci. Technol. 2003. Vol. 16, N. 12. P. 1320—1336. doi: 10.1088/0953-2048/16/12/002
5. Zhang G., Zhang Y., Hong T., et al. Practical dc SQUID system: Devices and electronics // Physica C. 2015. Vol. 518. P. 73—76. doi: 10.1016/j.physc.2015.03.009
6. Wang H., Chen H., Kong X., et al. Study on Noise Matching Between SQUID Sensor and Its Readout Electronics // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2017. Vol. 27, N. 4: 1601104. P. 4. doi: 10.1109/TASC.2016.2631430
7. Drung D. Improved dc SQUID read-out electronics with low 1/f noise preamplifier // Rev. Sci. Instrum. 1997. Vol. 68, N. 11. P. 4066—4074. doi: doi.org/10.1063/1.1148348
8. Faley M. I., Kostyurina E. A., Kalashnikov K. V., et al. Superconducting Quantum Interferometers for Nondestructive Evaluation // Sensors. 2017. Vol. 17, N. 12: 2798. 16 p. doi: 10.3390/s17122798
9. Vinante A. Optimization of a two-stage dc SQUID for resonant gravitational wave detectors: Ph. D. dissertation. Trento, 2016. 101 p.
10. Spieler H. Limits on SQUID feedback amplifier parameters. URL: http://www-physics.lbl.gov/~spieler/F-MUX/SQUID_Amplifier_Parameters.pdf
11. Clarke J., Braginski A. I. The SQUID Handbook. Vol. I: Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2004
12. Drung D., Assmann C., Beyer J., et al. dc SQUID Readout Electronics With Up to 100 MHz Closed-Loop Bandwidth // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2005. Vol. 15, N. 2. P. 777—780. doi: 10.1109/TASC.2005.850057
13. Tomazin M. SQUID microscopy. 2003. URL: http://mafija.fmf.uni-lj.si/seminar/files/2004_2005/Squid.pdf
14. Clarke J., Goubau W. M., Ketchen M. B. Tunnel Junction dc SQUID: Fabrication, Operation, and Performance // Journal of Low Temperature Physics. 1976. Vol. 25. P. 99—144. doi: 10.1007/BF00654826
15. Drung D. Simplified Analysis of Direct SQUID Readout Schemes // Supercond. Sci. Technol. 2010. Vol. 23, N. 6: 065006. 7 p. doi: 10.1088/0953-2048/23/6/065006
16. SQUID bootstrap circuit. 2015. URL: http://www.fz-juelich.de/ics/ics-8/EN/Research-old/02-MagneticFieldSensor/02-1-SQUIDsAndReadoutElectronics/03-SQUIDbootstrap-Circuit_artikel.html?nn=784024
17. Kiviranta M. SQUID linearization by current-sampling feedback // Supercond. Sci. Technol. 2008. Vol. 21, N. 4: 045009. 6 p. doi: 10.1088/0953-2048/21/4/045009
18. Drung D., Beyer J., Peters M., et al. Novel SQUID Current Sensors With High Linearity at High Frequencies // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2009. Vol. 19, N. 3. P. 772—777. doi: 10.1109/TASC.2009.2017887
19. Guo-Feng Z., Yi Z., Krause H.-J., et al. A SQUID Bootstrap Circuit with a Large Parameter Tolerance // Chin. Phys. Lett. 2012. Vol. 30, N. 1: 018501. 4 p. doi: 10.1088/0256-307X/30/1/018501

A. A. Cherepanov, Postgraduate, cherepanov@sib-is.ru,
Designer Engineer, SibIS LLC, 630082, Novosibirsk, Russian Federation,
Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation,

I. L. Novikov, Ph. D., ilya_novikov@mail.ru,
Novosibirsk State Technical University,

Senior Researcher of Quantum Cryogenic Electronics Lab, Novosibirsk, Russian Federation.

V. Yu. Vasiliev, D. Sc., Professor, vasiliev@sib-is.ru,

Deputy Director General, SibIS LLC, Novosibirsk, 630082, Russian Federation

Corresponding author:

Cherepanov Anton A., Designer Engineer, SibIS LLC, Novosibirsk, 630082, Russian Federation, Postgraduate,
Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, cherepanov@sib-is.ru

Read-Out Electronics for dc-SQUID Magnetometers.

Part 2. Read-Out Systems and their Limitations

Received on September on 26, 2018

Accepted on October 17, 2018

This is a review of the up to date research works and developments in the field of read-out electronics for the dc-Superconducting Quantum Interference Devices (dc-SQUID). The second part of the review presents the basic read-out electronic circuits and certain related limitations.

Keywords: magnetic field sensors, SQUID magnetometers, flux-locked loop, read-out flux modulation circuit, additional positive feedback

For citation:

Cherepanov A. A., Novikov I. L., Vasiliev V. Yu. Read-Out Electronics for dc-SQUID Magnetometers. Part 2. Read-Out Systems and their Limitations, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 231—246.

DOI: 10.17587/nmst.21.231-246

Introduction and problem statement

Superconducting quantum interferometers (SQUIDs), the devices of quantum superconducting electronics, — are the highest precision sensors of the magnetic flux. Part 1 of the review [1] presented the basic principles of operation of a low-temperature direct current SQUID (dc-SQUID), because exactly these devices allow us to reach the maximal sensitivity. The authors analyzed the fundamental limitations of the dc-SQUIDs, which do not allow us to use them as the finished devices. First of all, they concern the small linear range of the input value, and small sizes a SQUID limiting its sensitivity to the magnetic field. Besides, there is a limitation connected with the high noise of the amplifier, which follows a dc-SQUID and does not make it possible to realize all the potential of the systems on the basis of the SQUIDs. Another limiting factor for their use is the working temperature of a dc-SQUID, which is about 4.2 K, because, so far, there is no standardized and commercially available electronics capable to work at such low temperatures.

Part 2 of the work presents the basic electronic circuits for reading of the useful signal from a dc-SQUID and the main limitations introduced by an additional electronic binding. The authors analyzed the existing basic solutions, allowing to solve the interface problems of the low-temperature dc-SQUID and of the output

so-called "room electronics" used for reading of the signals. These solutions make it possible to overcome the fundamental limitations of the SQUID magnetometers.

Schemes for reading of the dc-SQUIDs, allowing to overcome the fundamental limitations

A direct read-out scheme with a flux fixed loop. As is shown in [1], owing to the nonlinear dependence of the volt-flux characteristic of a dc-SQUID, considerable changes of a magnetic flux inevitably lead to the nonlinear distortions of the output signal. Therefore, it is necessary to ensure stability of a operating point on the volt-flux characteristic for maintenance of the constant coefficient of the flux transfer $V_{\Phi} = \left. \frac{\partial V}{\partial I} \right|_{\Phi = \Phi_a}$. This will

allow us to reduce the nonlinear distortions and noise of a dc-SQUID in case of a deviation of the operating point from the optimal condition. Thus, fixation of a operating point ensures an increase of the dynamic range of the system.

For stabilization of the operating point, a negative feedback loop is usually used, which allows us to fix a magnetic flux through a SQUID. Such a loop (fig. 1, *a, b*) [2] is called a flux locked loop [3] and it works as follows. The operating point on the volt-flux characteristic is initially set by the offset current of dc-SQUID. The voltage deviations owing to the influ-

ence of the external magnetic flux are amplified by means of the amplifier and are integrated. Via the feedback resistor the resulting signal is supplied to the inductance coupled with the SQUID (M_{fb} – mutual inductance coefficient). In this loop the SQUID works as a flux adder: the feedback flux proportional to the output voltage of V_{OUT} is subtracted from the input flux, and forms an error flux:

$$\Phi_e = \Phi_a - \Phi_{fb}. \quad (1)$$

The correlations for the direct and reverse branches of the system look as follows:

$$V_{OUT} = \Phi_e V_\Phi G_d; \quad (2)$$

$$\Phi_{fb} = V_{OUT} G_{fb}, \quad (3)$$

where $G_d = G_A G_I V_\Phi$ – open loop voltage gain,

$G_{fb} = \frac{M_{fb}}{R_{fb}}$ – feedback fraction, G_A , G_I – amplifier

and the integrator gains, respectively. From here

$$V_{OUT} = \frac{G_d}{1 + G_d G_{fb}} \Phi_a = \frac{G}{1 + G} \frac{1}{G_{fb}} \Phi_a, \quad (4)$$

where $G = G_d G_{fb}$ – the loop gain.

A change of the operating point of such a system during variation of the input flux looks like the following: the operating point on the volt-flux characteristic of SQUID moves in $G + 1$ times "slower", i. e. the linear range increases in $G + 1$ times. The condition of $G = \infty$ corresponds to the case of a completely static operating point.

Besides this obvious advantage of the use of the flux lock circuit, which is demonstrated in a significant increase of the dynamic range of the measured values, the not ideal character of the used electronics, by means of which the feedback loop is formed, introduces a number of limitations for the dynamic parameters of the investigated signal. Let us consider these limitations in more detail.

1. *The limitations related with the noise of the amplifier.* The ability of a dc-SQUID to detect changes of the magnetic field at the level of fractions is limited only the noise level of the measuring system. In the elementary case the measuring system consists of a SQUID and an amplifier (for simplification reasons we will consider the source of the offset current of SQUID as ideal). The spectral noise density of the magnetic flux $S_{\Phi, tot}$ of such system consists of the SQUID noises $S_{\Phi, SQ}$ and the amplifier noise $S_{\Phi, AMP}$ [4]. In its turn, the noise of

the amplifier consists of the noise of voltage $S_{V, AMP}$ and current $S_{I, AMP}$:

$$S_{\Phi, tot} = S_{\Phi, SQ} + S_{\Phi, AMP} = S_{\Phi, SQ} + \frac{S_{V, AMP} + S_{I, AMP} R_{dyn}^2}{V_\Phi^2} \approx \frac{S_{V, SQ} + S_{V, AMP}}{V_\Phi^2}, \quad (5)$$

where $S_{V, SQ}$ – the noise spectral density of voltage of

dc-SQUID, $R_{dyn} = \left. \frac{\partial V}{\partial I} \right|_{\Phi = \Phi_a}$ – the dynamic resist-

ance of the dc-SQUID at the steady flux.

Because of the insignificance of the dynamic resistance of R_{dyn} , the current component of the amplifier noise can be neglected.

Usually, the noises of the SQUID itself are dozens of times less than the amplifier noises and by their value correspond to $S_{V, SQ} = 0.1 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ and $S_{\Phi, AMP} = 1 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. The specified noise level of the amplifier corresponds to a rather good commercial (cost-of-the-shelf) room amplifier [5, 6]. A considerable reduction of the amplifier noise, down to the level of the noise of the SQUID itself, can be achieved due to application of the special cryogenic amplifiers.

Besides the own white noise of the amplifier, there is a problem of reading of the signal created by the flicker noise of the amplifier, the cutoff frequency of which, depending on the design of the input cascade of the amplifier, is more by orders ($f_{C, AMP} \approx 100 \text{ Hz} \dots 10 \text{ kHz}$) than the the flicker-noise cutoff frequency of the dc-SQUID itself [7]. One of the ways to overcome the limitation of the low-frequency noise is application of the modulation scheme of reading, an analysis of which is presented below.

2. *The frequency limitations related with the stability of the electronics of the flux-locked loop.* The frequency properties of the dc-SQUID itself (the ability to detect rapid changes of a flux) are limited only by the parasitic components of Josephson contacts (capacity, resistance) and inductance of the superconducting loop. At the modern technological level, which allows us to create dc-SQUID with the characteristic sizes of tens of nanometers [8], its working frequency can reach the values over 10 GHz. However, the use of a deep feedback for construction of the flux-locked loop circuits limits considerably the frequency range of the measuring system. This is related with an inevitable phase shift of the signal transformed by means of electronics. In case of the total (i.e. through all the conversion path) phase shift exceeding 180° and amplification more than a unit, the negative feedback turns into a positive feedback, and the amplification system turns into a generator. The frequency properties of the electronic system are usually characterized as a gain-bandwidth product *GBW*. For simple systems with single pole on the fre-

quency characteristic (for example, for an operational amplifier) this parameter is equated to the frequency of a single amplification f_1 (the frequency, at which the gain equals to a unit):

$$GBW = f_C A_{ol}, \quad (6)$$

where f_C — the cutoff frequency (boundary of the transmission band), A_{ol} — gain in the bandwidth. Thus, having equated the total amplification of a feedback loop to a unit, it is possible to determine the frequency range, where the feedback will be stable:

$$G = V_\Phi G_A G_I G_{fb} = 1; \quad (7)$$

$$G_A G_I = \frac{1}{V_\Phi G_{fb}}; \quad (8)$$

$$GBW = G_A G_I G_C. \quad (9)$$

Exactly this frequency range will define the frequency properties of all the measuring system. We should have in mind, that the greatest contribution to the amplification will be made by the amplifier, while the integrator will determine the cutoff frequency.

3. *The limitations related with the speed of increase of the input signal.* Another important parameter of the flux-locked loop system is the slew rate (SR):

$$SR = d\Phi/dt. \quad (10)$$

In case of the flux-locked loop scheme, if the signal arriving to the input of the measuring system exceeds the linear range, then the feedback interferes a variation of the operating point and the system does not undergo any nonlinear distortions. However, if the slew rate of the feedback signal is very slow, then the feedback has no time for a response to the variation of the input signal, which also leads to the nonlinear distortions. Owing to the time nature of the dependence of the reason for their emergence, such distortions are called dynamic. It is obvious that this parameter defines the most possible amplitude-time characteristics of the investigated signals. For the dc-SQUID within the flux-locked loop, the following limitation for the measured signals will be fair [9]:

$$SR \geq \left. \frac{d\Phi}{dt} \right|_{\max}; \quad (11)$$

$$\left. \frac{d\Phi}{dt} \right|_{\max} \leq \omega_C G \frac{\Phi_0}{4}; \quad (12)$$

where $\omega_C = 2\pi f_C$.

Thus, an increase of the amplification property of all the system and expansion of the bandwidth allow us to solve the problems related with the slew rate of the input signal.

4. *The limitations related with the time delay.* Although the electric signal has a high speed of propagation, but this speed is finite. And, in particular, the speed of the signal propagation depends on the structural elements of the electronic system. It is quite obvious that the signal delay will be more considerable in the long transmission lines, than in short wires. Besides, since all the electronic components operate by the principle of the charge accumulation, it is obvious that a two-cascade amplifier will have a longer delay, than a single-cascade one similar to it, because of the parasitic capacities of both passive, and active elements of the circuit. In SQUID magnetometers the long transmission lines are frequently used for connection of the SQUID itself, which is in the cryostat at a cryogenic temperature, while the other electronics operate at the room temperature. It is obvious that the delay in the system within the feedback loop will affect negatively the stability of the system and its frequency properties: on the frequencies correlating with the time delays, the splashes on the amplitude-frequency characteristic of the system can appear.

In the work the following interrelation of the gain-bandwidth product GBW and total time delay Δt of the system was proposed [10]:

$$GBW < \frac{1}{8\Delta t}. \quad (13)$$

A close empirical expression was also offered by another author in [11].

The typical values of unity gain frequency of a flux-locked loop limited by a delay in cables are equal to units and tens of megahertz. This shows that the working band of the measuring system is defined, first of all, by a delay on the cables connecting a dc-SQUID with "the room reading — out electronics" [12].

Thus, application of a flux-locked loop allows us to expand considerably the dynamic range of a dc-SQUID due to the optimal choice of the loop gain coefficient. However, the feedback introduces certain limitations in the band of the measured signals.

Flux modulation Read-out scheme. One of the essential limitations of the circuits presented above, as it was already mentioned, is a flicker-noise of the amplifier following the SQUID. In order to overcome this limitation, a flux-locked loop with modulation (fig. 2) is used [13]. Its basic principle is in transfer of the range of the useful signal into the area of high frequencies, where a flicker-noise is absent, with the subsequent transfer of the investigated signal to the area of the low frequencies [14].

This scheme is a combination of a flux-locked loop and a synchronous detector. The subsequent analysis is fair for harmonic approximation of the transfer characteristic, when the volt-flux characteristic is

close to the cosine. The transfer characteristic of the dc-SQUID can be presented, as shown in fig. 3, *a*:

$$H(\Phi) = \frac{V_{pp}}{2} \sin\left(\frac{2\pi}{\Phi_0}\Phi - \frac{\pi}{2}\right) + \frac{V_{pp}}{2}, \quad (14)$$

where V_{pp} — voltage amplitude at the output of the dc-SQUID. The input signal of the dc-SQUID will be the sum of the measured external flux and the modulation signal. The modulation signal of Φ_m with frequency of $f_m = 100 \text{ kHz} \dots 1 \text{ MHz}$ and with the amplitude of $\frac{\Phi_0}{4}$, comes to the dc-SQUID from the reference generator by means of inductance (fig. 3, *b*):

$$\Phi_{in} = \Phi_a + \Phi_m = \Phi_a + \frac{\Phi_0}{4} \sin(2\pi f_m t). \quad (15)$$

Such a modulation causes symmetric deviations on the volt-flux characteristic of the relatively operating point. By substituting (15) into (14), we get the output signal from SQUID V_{SQ} (fig. 3, *c*):

$$\begin{aligned} V_{SQ} &= H(\Phi_{in}) = \\ &= \frac{V_{pp}}{2} \sin\left(\frac{2\pi}{\Phi_0}\left(\Phi_a + \frac{\Phi_0}{4} \sin(2\pi f_m t)\right) - \frac{\pi}{2}\right) + \frac{V_{pp}}{2}. \end{aligned} \quad (16)$$

After the amplification the signal comes to the synchronous detector, which is tuned to the modulation frequency f_m . The response of detector V_{DET} is the product of the amplified signal from SQUID V_{OUT} and the signal of the reference generator V_{REF} (fig. 3, *d*):

$$V_{DET} = G(V_{SQ} \times V_{REF}) = G(V_{SQ} \times \sin(2\pi f_m t)), \quad (17)$$

where G — path amplification.

In case of a zero external flux $\Phi_a = 0$, at the output of the dc-SQUID there will be a signal of a double modulation frequency ($2f_m$) and, as a result, after integration at the output of the synchronous detector there will be zero. If the input flux is equal, then at the output of dc-SQUID there will be a signal of the maximal amplitude with frequency f_m , while at the output of the synchronous detector — the maximal signal. If the input flux is within the range of $0 \pm \frac{\Phi_0}{4}$, then the output signal of the dc-SQUID will contain the component at frequency f_m , and the synchronous detector will give the constant voltage proportional to amplitude f_m of the component.

In the example presented above the modulation is applied by a harmonic signal. A drawback of this approach is an increased noise, because the operating point varies smoothly, passing the point of the lowest sensitivity on the transfer characteristic. Most frequent-

ly, a signal with a meander form is used as the modulation signal. This ensures constancy of the sensitivity (the operating point is always in the position of the maximal sensitivity), which results in a minimal noise. A drawback of this approach is existence in the spectrum of the output signal of the peaks, corresponding the harmonics of the reference signal, which worsens the dynamic range of the system, free from noises.

Let us consider the limitation of the band of the signal related with the frequency of the reference generator. Operation of the synchronous detector is based on the principle of multiplication of the signals. In case of the harmonic signals the output signal of the multiplier V_{MIX} can be presented as follows:

$$\begin{aligned} V_{MIX} &= A \sin(\omega t + \varphi) \times B \sin(\omega_m t) = \\ &= \frac{AB}{2} (\cos[(\omega - \omega_m)t + \varphi] - \\ &\quad - \cos[(\omega + \omega_m)t + \varphi]), \end{aligned} \quad (18)$$

where ω — angular frequency of the input signal; ω_m — angular frequency of the reference signal; φ — phase of the input signal; A and B — amplitudes of the signals. In case, when $\omega = \omega_m$ the expression (18) can be written in the following way:

$$V_{MIX} = \frac{AB}{2} (\cos\varphi - \cos[2\omega_m t + \varphi]). \quad (19)$$

Thus, after the multiplication the measured signal is transferred to the area of the zero frequencies, and for its subsequent detachment a low-frequency filtration of the double frequency component is necessary. In case of the modulation read-out circuit for the dc-SQUID the filtration is carried out by the integrator.

It is obvious that the working band of the system frequencies will be defined by the integrator. The main requirement consists in an effective filtering of the double frequency component, therefore, the integrator cutoff frequency, and, hence, the working bandwidth of the frequencies BW of system, should be considerably less:

$$BW \ll 2\omega_m. \quad (20)$$

Thus, the modulation scheme for read-out of a signal from dc-SQUID allows us to reduce substantially the influence of the flicker-noise of the amplifier and the SQUID itself due to a synchronous reception, while the transformer outcome allows us to match the dc-SQUID and the room amplifier by noise.

Circuit with an additional positive feedback. As it was demonstrated earlier, the noise of the amplifier following the dc-SQUID limits substantially the sensitivity of the system. From the analysis of the expression (1) it is obvious that for minimization of the noise of the measuring system it is necessary either to reduce the input referred noises of the amplifier or to increase the flux transfer coefficient V_{Φ} . While the first approach

consists in development of a low-noise amplifier with the input referred noise of about $0.1 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ (which is possible, for example, in the cryogenic conditions), the second approach consists in application of the circuit with an additional feedback [15].

The schematic and function diagrams for reading-out of the useful signal from a dc-SQUID with additional feedback are presented in fig. 4. Since a feedback can be realized on both voltage, and on current, two basic configurations are possible. The circuit with an additional voltage feedback consists of a dc-SQUID and a parallel RL circuit. The dynamic resistance of dc-SQUID and the feedback resistor R_{fb} form a voltage divider, from the output of which voltage V_{OUT} is taken:

$$V_{OUT} = \Phi_{\Sigma} V_{\Phi} \frac{R_{fb}}{R_{dyn} + R_{fb}}. \quad (21)$$

The total resistance of the dynamic resistance of the dc-SQUID and the feedback resistor R_{fb} converts voltage from dc-SQUID into the feedback current. Via the coil of the feedback inductance L_{fb} coupled with the SQUID through the mutual inductance coefficient M_{fb} , the magnetic flux proportional to the feedback current is supplied to the dc-SQUID:

$$\Phi_{fb} = \frac{M_{fb}}{R_{dyn} + R_{fb}} V_{OUT}. \quad (22)$$

Thus, an increase of the input magnetic flux Φ_a causes a bigger increase in the magnetic flux penetrating the dc-SQUID:

$$\Phi_{\Sigma} = \Phi_a + \Phi_{fb}. \quad (23)$$

By substituting (21) and (22) into (20), it is possible to get an obvious dependence of the output voltage V_{OUT} on the input flux Φ_a :

$$\begin{aligned} V_{OUT} &= \frac{V_{\Phi}}{1 - \left(\frac{V_{\Phi} M_{fb}}{R_{fb}} - \frac{R_{dyn}}{R_{fb}} \right)} \Phi_a = \\ &= \frac{V_{\Phi}}{1 - \beta_V} \Phi_a = V_{\Phi}^{APF, V} \Phi_a, \end{aligned} \quad (24)$$

where $\beta_V = \frac{V_{\Phi} M_{fb}}{R_{fb}} - \frac{R_{dyn}}{R_{fb}}$ — feedback voltage coefficient.

The positive current feedback works in a similar way. Such a system consists of a dc-SQUID and series inductance L_{fb} . The input flux Φ_a is converted into voltage on the dc-SQUID. The dynamic resistance of

the SQUID transforms this voltage into the output current I_{OUT} :

$$I_{OUT} = \frac{V_{\Phi} \Phi_{\Sigma}}{R_{dyn}}. \quad (25)$$

The output current I_{OUT} on inductance L_{fb} is converted into a magnetic flux. The dc-SQUID and the inductance are coupled between themselves through mutual inductance coefficient M_{fb} :

$$\Phi_{fb} = M_{fb} I_{OUT}. \quad (26)$$

Thus, an increase of the input magnetic flux Φ_a causes even a bigger increase in the magnetic flux penetrating the dc-SQUID, just like in the previous case.

By substituting (22) and (25) into (24) and considering the fact that the coefficient of the current flux transfer in the set operating point is $I_{\Phi} = \frac{1}{M_{dyn}} = \frac{V_{\Phi}}{R_{dyn}}$, it is possible to get an obvious dependence of the output current I_{OUT} on the input flux:

$$I_{OUT} = \frac{1}{1 - \frac{M_{fb}}{M_{dyn}}} \Phi_a = \frac{I_{\Phi}}{1 - \beta_I} \Phi_a = I_{\Phi}^{APF, I} \Phi_a, \quad (27)$$

where $\beta_I = \frac{M_{fb}}{M_{dyn}}$ — feedback current coefficient.

The main idea of the approach based on application of the positive feedback consists in modification of the volt-flux characteristic (for the voltage feedback) and ampere-flux characteristic (for the current feedback). The positive feedback carries out an asymmetric change of the characteristics: the positive slope becomes more abrupt (i.e. the coefficient of the flux transfer in the operating point increases sharply), and the negative one becomes more flat. At the same time, the forms of the ampere-flux and the volt-flux characteristics remain initial for the two above mentioned configurations, respectively.

We should point out that at such an approach the available linear range decreases considerably in comparison with the own linear range of the dc-SQUID Φ_{lin} , which makes impossible application of this circuit without a flux-locked loop. Besides, in case of the voltage feedback a small reduction of the swing of the volts-flux characteristic takes place owing to the fall of a part of the output voltage on resistor R_{fb} . The feedback resistor R_{fb} also adds noise of about $4k_B TR_{fb} \beta_V^2$ to the system, however, this resistor is often at the same temperature with the dc-SQUID, and in this case owing to the thermal nature of the noise it can be neglected.

As far as the frequency properties of the circuits presented above are concerned, owing to the use of the

positive feedback the initial band of the system "is cut" in the inverse proportion to the gain of the system $\frac{1}{1-\beta}$. The initial band of the system is defined by the

feedback frequency cut f_C^{fb} : in case of the voltage feedback on $f_C^{fb, V} = \frac{R_{fb}}{2\pi L_{fb}}$, and in the current case

$f_C^{fb, I} = \frac{Z_{in}}{2\pi L_{fb}}$, where z_{in} — the input impedance of the

subsequent amplifier/current-voltage coinverter or, most frequently, the additional parallel resistor. Usually, the inductance of the feedback L_{fb} is negligible and does not lead to a considerable reduction of the band of the investigated signal.

A generalization of the principles of the additional voltage and current feedback is presented in the table. Different variations of the combinations of the two above-mentioned circuits with a positive feedback make it possible to amplify the effect of the reduction of the influence of noise of the subsequent electronics. Such solutions allow us to change both the ampere-flux, and the volt-flux characteristics, which makes it possible to increase the dynamic resistance R_{dyn} and the current sensitivity $\frac{1}{M_{dyn}}$. Taking into account the

fact that $V_{\Phi} = R_{dyn} \frac{1}{M_{dyn}}$ and (5), the input referred

noise of the subsequent room amplifier can be reduced below the level of the own noises at the output of the dc-SQUID [16–19].

Thus, the circuits with an additional positive feedback allow us to reduce considerably the input referred noise of the amplifier due to modification of the volt-flux and/or ampere-flux characteristic of dc-SQUID. This results in a sharp asymmetry of the characteristics: the positive slope of the characteristic becomes much more abrupt in comparison with the initial one, which results in an increase of the coefficient of the flux transformation and thus reduces considerably the noise requirements for the read-out electronics. A specific feature of this approach is narrowing of the dynamic range and necessity to use of a flux-locked loop, and also impossibility of application of the modulation read-out circuit.

Conclusion

Specific features of the SQUIDs impose certain limitations on measurements of the magnetic fields. Firstly, a considerable nonlinearity of the transfer characteristic limits strongly the linear range of the measured signals, therefore, in practice an additional electronic

binding is used — a circuit for the flux-locked loop. Secondly, the level of noise of the room amplifier following the dc-SQUID exceeds by an order the level of the own noise of the dc-SQUID, which makes it impossible to distinguish a small useful signal against the noise background. For overcoming of these limitations the modulation read-out circuit or a circuit with additional feedback is used. It is necessary to take into account that any complication of the measuring system brings new limitations, such as reduction of the working bandwidth in the frequency area and the linear range. All the limitations of the additional electronic equipment are related with the fact that at the moment there are no electronic devices capable to operate in the conditions of such low temperatures (Kelvin range). For connection of the cryogenic part of the magnetometer (dc-SQUID) with the room noising electronics it is necessary to use long transmission lines, which limit the bandwidth of the investigated signals.

The following part of the work will present an analysis of the existing solutions in the field of the cryogenic electronics, the use of which as a key link in the perspective SQUID — magnetometer systems will allow us to remove substantially the limits of an additional electronic binding.

References

1. Cherepanov A. A., Novikov I. L., Vasilev V. Yu. Schityvayushhaya elektronika dlya SKVID — magnetometrov postoyannogo toka. Chast 1. SKVID — magnetometry` postoyannogo toka i ix ogranicheniya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 3, pp. 40–51.
2. Prêle D., Piat M., Sipile L., et al. Operating Point and Flux Jumps of a SQUID in Flux-Locked Loop, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2016, vol. 26 (2), no. 1600105, 5 p., doi: 10.1109/TASC.2015.2510606.
3. Torrioli G., Bastiab P., Piroc L., et al. A cryo-amplifier working in a Double Loop-Flux Locked Loop scheme for SQUID readout of TES detectors, *Proc. of SPIE.*, 2016, vol. 7732, no. 773241. 8 p. doi: 10.1117/12.856430.
4. Drung D. High-Tc and low-Tc dc SQUID electronics, *Supercond. Sci. Technol.*, 2003. Vol. 16 (12). P. 1320–1336. doi: 10.1088/0953-2048/16/12/002
5. Zhang G., Zhang Y., Hong T., et al. Practical dc SQUID system: Devices and electronics, *Physica C*, 2015, vol. 518, pp. 73–76. doi: 10.1016/j.physc.2015.03.009
6. Wang H., Chen H., Kong X., et al. Study on Noise Matching Between SQUID Sensor and Its Readout Electronics, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2017, vol. 27 (4): 1601104. P. 4. doi: 10.1109/TASC.2016.2631430
7. Drung D. Improved dc SQUID read-out electronics with low 1/f noise preamplifier, *Rev. Sci. Instrum.*, 1997, vol. 68 (11), pp. 4066–4074, doi: doi.org/10.1063/1.1148348
8. Faley M. I., Kostyurina E. A., Kalashnikov K. V., et al. Superconducting Quantum Interferometers for Nondestructive Evaluation, *Sensors*, 2017, vol. 17 (12), no. 2798, 16 p., doi: 10.3390/s17122798.
9. Vinante A. Optimization of a two-stage dc SQUID for resonant gravitational wave detectors: Ph. D. dissertation. Trento, 2016. 101 p.

10. **Spieler H.** Limits on SQUID feedback amplifier parameters. URL: http://www-physics.lbl.gov/~spieler/F-MUX/SQUID_Amplifier_Parameters.pdf

11. **Clarke J., Braginski A. I.** The SQUID Handbook. Vol. I: Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems. Weinheim; WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2004.

12. **Drung D., Assmann C., Beyer J., et al.** dc SQUID Readout Electronics With Up to 100 MHz Closed-Loop Bandwidth, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2005, vol. 15 (2), pp. 777–780, doi: 10.1109/TASC.2005.850057

13. **Tomazin M.** SQUID microscopy. 2003, available at: http://mafija.fmf.uni-lj.si/seminar/files/2004_2005/Squid.pdf

14. **Clarke J., Goubau W. M., Ketchen M. B.** Tunnel Junction dc SQUID: Fabrication, Operation, and Performance, *Journal of Low Temperature Physics.*, 1976, vol. 25, pp. 99–144. doi: 10.1007/BF00654826

15. **Drung D.** Simplified Analysis of Direct SQUID Readout Schemes, *Supercond. Sci. Technol.*, 2010, vol. 23 (6): no. 065006. 7 p. doi: 10.1088/0953-2048/23/6/065006

16. **SQUID bootstrap circuit.** 2015, available at: http://www.fz-juelich.de/ics/ics-8/EN/Research-old/02-Magnetic-FieldSensor/02-1-SQUIDsAndReadoutElectronics/03-SQUIDbootstrapCircuit_artikel.html?nn=784024

17. **Kiviranta M.** SQUID linearization by current-sampling feedback, *Supercond. Sci. Technol.*, 2008, vol. 21 (4), no. 045009, 6 p. doi: 10.1088/0953-2048/21/4/045009

18. **Drung D., Beyer J., Peters M., et al.** Novel SQUID Current Sensors With High Linearity at High Frequencies, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2009, vol. 19 (3), pp. 772–777, doi: 10.1109/TASC.2009.2017887

19. **Guo-Feng Z., Yi Z., Krause H.-J., et al.** A SQUID Bootstrap Circuit with a Large Parameter Tolerance, *Chin. Phys. Lett.* 2012. Vol. 30, N. 1: 018501. 4 p. doi: 10.1088/0256-307X/30/1/018501

УДК 621.315.592

DOI: 10.17587/nmst.21.246–256

Н. Ф. Карушкин¹, канд. техн. наук, нач. отд., **И. А. Обухов²**, д-р физ.-мат. наук, ст. науч. сотр., **Е. А. Смирнова³**, аспирант

¹ Государственное предприятие "Научно-исследовательский институт "Орион", г. Киев

² Научно-производственная организация "Синергетика", Россия, 115419, г. Москва, iao001@mail.ru

³ Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, физический факультет, elizaveta.a.smirnova@yandex.ru

ПОЛУПРОВОДНИКОВЫЕ КОМПОНЕНТЫ И УСТРОЙСТВА ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ В КОРОТКОВОЛНОВОЙ ЧАСТИ СВЧ ДИАПАЗОНА. ЧАСТЬ II

Поступила в редакцию 05.10.2018

Проанализирован уровень развития элементной базы электронной техники на основе полупроводниковых и волноведущих электродинамических структур в коротковолновой части СВЧ диапазона. Рассмотрены особенности конструкций отдельных компонентов и устройств, таких как генераторы, усилители, умножители частоты, измерители мощности, линии передачи и устройства для модуляции электромагнитных волн с использованием р–i–n-структур. Описаны практические применения компонентов и устройств в коротковолновой части СВЧ диапазона.

Ключевые слова: терагерцовый диапазон, генераторы, детекторы, усилители, р–i–n модуляторы, линии передачи, радиовидение, умножители частоты, модули СВЧ, РЛС, искусственный интеллект

Волноведущие линии и элементы сопряжения

Основными требованиями, предъявляемыми к волноведущим линиям передачи энергии, являются равномерная частотная и линейная фазовая характеристики, минимальное затухание на единицу длины и максимальные уровни передаваемой мощности.

В субмиллиметровом диапазоне радиоволн находят применение в основном следующие линии передачи:

- металлические полые волноводы с основным типом распространяющейся в них волны и волноводы с увеличенным сечением (многоволновые);

- металлодиэлектрические волноводы;
- квазиоптические лучеводы.

Металлические одноволновые волноводы являются наиболее распространенными в миллиметровом диапазоне. При переходе в коротковолновую часть диапазона ($\lambda \approx 1$ мм) свойства волноводов значительно ухудшаются. В первую очередь следует отметить быстрое увеличение погонных потерь по мере укорочения длины волны. Большие потери и жесткие требования к изготовлению и сочленению волноводов создают трудности для передачи энергии даже на малые расстояния. В диапазоне длин волн 2...0,5 мм используют короткие отрезки волноводов сечением $0,8 \times 1,6$ мм ($\lambda = 2$ мм),

$0,7 \times 0,35$ мм ($\lambda = 0,9$ мм), $0,48 \times 0,24$ мм ($\lambda = 0,6$ мм) для создания элементов электронной техники: детекторов, смесителей, автогенераторов, $p-i-n$ -модуляторов, возбуждателей и т. д.

Увеличение внутренних размеров волновода позволяет уменьшить затухание и повысить доступный уровень мощности. Несмотря на малое затухание, использование таких волноводов ограничивается тем, что в них может существовать большое число колебаний высших видов. В режиме сильной многоволновости энергия рабочей волны может преобразоваться на неоднородностях тракта в волны нерабочих типов.

Многоволновость не представляла бы большой опасности, если бы линия передачи имела свойство самофилтрации. К сожалению, металлические волноводы таким свойством не обладают. В таких волноводах большое число паразитных волн имеют практически такое же затухание, как и основная волна, а искусственные методы борьбы с паразитными волнами оказываются неэффективными.

Однако в волноводах круглого сечения имеется класс волн, обладающий свойствами, резко выделяющими их из всего многообразия волн, которые могут существовать в полых волноводах. Теоретически и экспериментально доказано, что с ростом частоты затухание волны H_{01} неограниченно уменьшается. Существенным затруднением при использовании волны H_{01} в терагерцовом диапазоне является наличие потерь при возбуждении, так как многие источники колебаний имеют выходной волновод прямоугольного сечения увеличенных размеров. Для чистого возбуждения волны H_{01} необходимо вначале выделить волну H_{10} в прямоугольном волноводе, а затем через специальное устройство сложной конфигурации возбудить волну H_{01} в круглом волноводе.

Применение круглых волноводов, возбужденных на волне H_{01} , особенно привлекательно в коротковолновой части миллиметрового диапазона волн на частоте 50...150 ГГц. Потери пропускания волны составляют 1...2 дБ/км, что удовлетворяет требованиям систем дальней широкополосной связи.

Интересные свойства имеет передающая линия, получившая название H -образного металлодиэлектрического волновода (рис. 1).

Структура магнитного поля в H -образном волноводе при волне типа LM_{11} подобна по структуре полю в прямоугольном волноводе при волне типа H_{01} . Это обстоятельство облегчает возбуждение металлодиэлектрического волновода с помощью плавного перехода от стандартного прямоугольного волновода. Ввиду отсутствия предельных токов любая узкая поперечная щель не вызывает излучения энергии, что облегчает выполнение стыковки

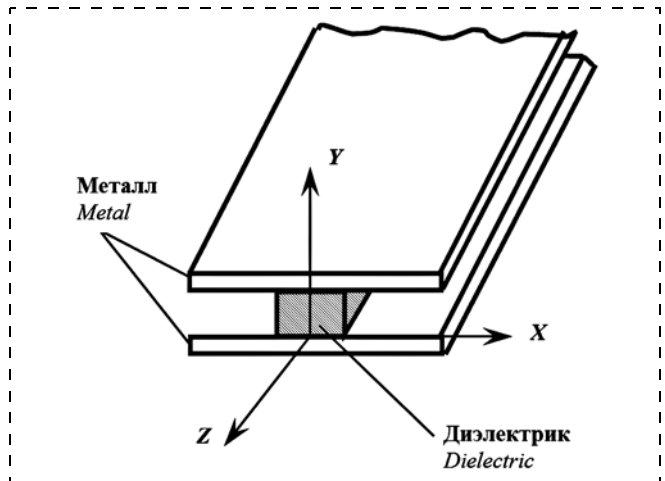


Рис. 1. H -образный диэлектрический волновод

Fig. 1. H -shaped dielectric waveguide

между соответствующими металлическими контактами.

Волна типа LM_{11} обладает свойствами, родственными волне H_{01} в круглом волноводе. Потери в стенках H -образного волновода монотонно падают с ростом частоты. Общее затухание H -образного волновода с учетом потерь в диэлектрике может быть меньше, чем у стандартного прямоугольного волновода. Поперечные размеры H -образного волновода больше, чем у стандартных волноводов в этом диапазоне, что также является его положительным качеством. Поэтому рассматриваемый тип волновода представляет интерес для его использования в коротковолновой части миллиметрового диапазона.

На базе H -образного металлодиэлектрического волновода возможно создание полупроводникового усилителя. Как отмечалось ранее, важным ограничивающим фактором повышения уровня выходной мощности у диодных генераторов на лавинно-пролетных диодах (ЛПД) является тепловой режим, вынуждающий использовать рабочие плотности токов ниже оптимальных для получения высокой мощности. Повышение подводимой мощности может быть достигнуто при уменьшении теплового сопротивления R_m . Одним из известных способов уменьшения теплового сопротивления является переход к полупроводниковой структуре с развитой периферией, поскольку при этом увеличивается теплоотдача в боковых направлениях.

Полупроводниковые структуры распределенного типа могут быть выполнены протяженными в виде прямоугольника или тонкого кольца достаточно большого диаметра. В работе [1] экспериментально показана эффективность использования кольцевых структур ЛПД большого диаметра для создания импульсного режима в целях повышения уровня средней мощности.

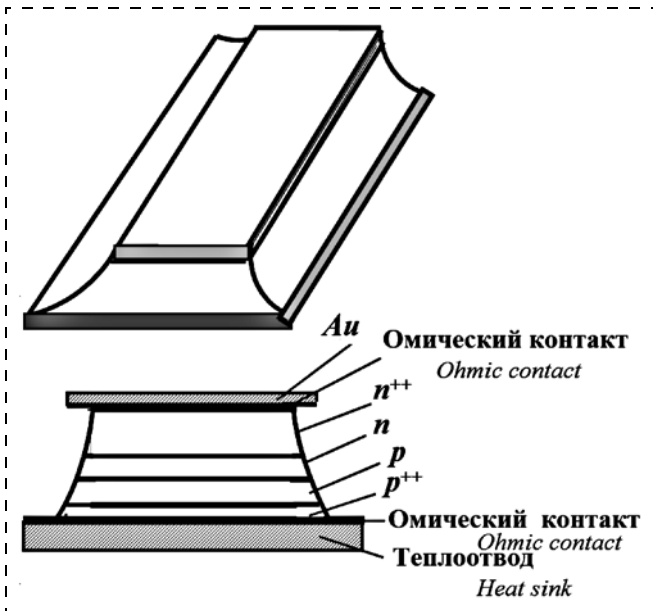


Рис. 2. Распределенная структура лавинно-пролетного диода
 Fig. 2. Distributed structure of the IMPATT diode

Представляется целесообразным использование активных полупроводниковых структур с распределенными параметрами для создания усилителей бегущей волны в коротковолновой части миллиметрового диапазона. Одной из возможностей создания таких усилителей является использование протяженного лавинного $p-n$ -перехода в полупроводниковой структуре. В силу особенностей лавинного перехода можно предположить, что распределенный усилитель на ЛПД будет иметь ряд преимуществ по мощности и рабочей полосе по сравнению с усилителями на диодах со сосредоточенными параметрами.

Такой усилитель можно рассматривать как однородную плоскопараллельную линию, образованную двумя полосками полупроводника с диэлектриком между ними в виде обедненного слоя лавинного $p-n$ -перехода. Контакты одновременно служат проводниками передающей линии (рис. 2).

Параметры линии определяются из условий, при которых лавинный $p-n$ -переход имеет отрицательное сопротивление [2, 3]. Для упрощенного малосигнального анализа распределенной линии ее удобно представить эквивалентной схемой, содержащей сосредоточенные активные и реактивные элементы, как показано на рис. 3. Комплексное сопротивление полупроводниковых полосок линии представлено индуктивностью L_1 и сопротивлением потерь R_1 , а полная проводимость

активной области ЛПД содержит активную составляющую G_1 и реактивную $j\omega C_1$. Анализ этой схемы показывает, что существуют разумные значения электрофизических параметров активной полупроводниковой структуры, при которых в линии возможно усиление бегущей волны.

Перспективной линией для работы в терагерцовом диапазоне является цилиндрическая щелевая линия (рис. 4). Электромагнитные поля в ней имеют квазистационарный характер с основным типом щелевой волны H_{00} , что обуславливает ее широкополосность. Полоса рабочих частот в одномодовом режиме достигает двух октав при раскрытии щели $Q \leq 20^\circ$. С увеличением ширины щели волна переходит в одну из волн диэлектрического волновода, а при фиксированном значении ϵ с увеличением угла раскрытия возможно излучение электромагнитной волны в свободное пространство.

Квазистатический характер электромагнитных полей в цилиндрической щелевой линии создает возможности для построения элементов электронной техники на ее основе. Поскольку электрические составляющие поля сосредоточены в области щели, а магнитные — внутри полости линии, размещать двухэлектродные СВЧ элементы следует так, чтобы они находились в области щели ($p-i-n$ -диоды, лавинно-пролетные диоды, смесительные и детекторные диоды, диоды Ганна и др.), а невзаимные элементы, принцип действия которых связан с магнитным полем внутри линии, необходимо размещать вблизи ее стенки против щели. Затухание в цилиндрической щелевой линии на частоте 150...300 ГГц составляет 0,1...1,0 дБ/м [4].

Расширение полосы пропускания достигается в зеркальной щелевой линии, поперечное сечение которой показано на рис. 5. Зеркальная щелевая линия миниатюрна и достаточно полно экранирует поле, но вместе с тем обеспечивает доступ к полю линии. В коротковолновой части миллиметрового диапазона значение затухания составляет около 10 дБ/м. Волновое сопротивление зеркальной

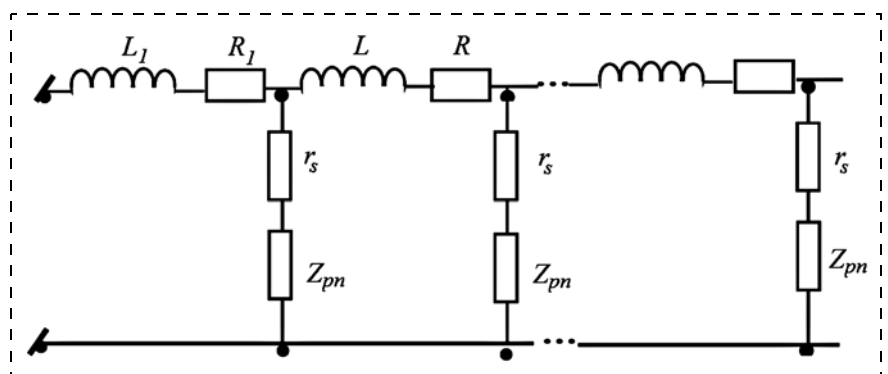


Рис. 3. Эквивалентная схема ЛПД с распределенными параметрами
 Fig. 3. The equivalent circuit of IMPATT diode

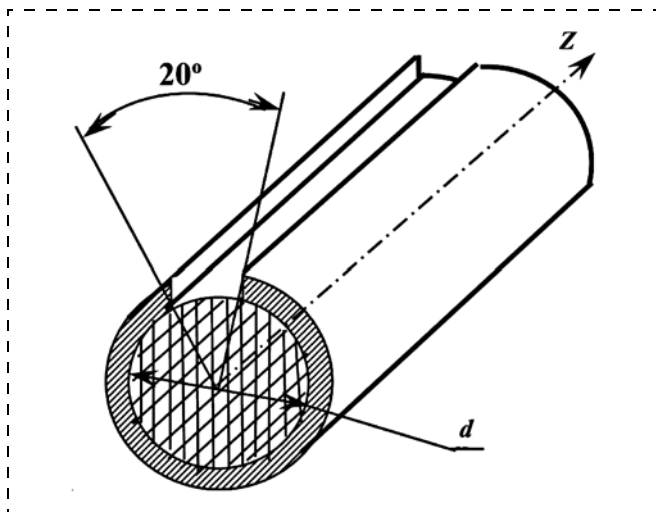


Рис. 4. Цилиндрическая щелевая линия

Fig. 4. Cylindrical slot line

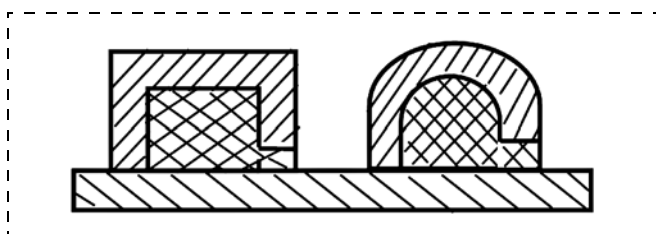


Рис. 5. Поперечное сечение зеркальной щелевой линии

Fig. 5. Cross-section of the mirror slot line

щелевой составляет десятки ом, что облегчает включение в нее диодов [5, 6].

Известно применение несимметричной щелевой линии (НЩЛ), которая образуется металлическими полуплоскостями, нанесенными в разных слоях плоскопараллельных диэлектрических подложек. В зависимости от взаимного расположения полуплоскостей относительно друг друга возможны модификации НЩЛ: линия с перекрытием и линия без перекрытия (рис. 6).

В НЩЛ отсутствует конструкторско-технологическая особенность, связанная с реализацией узких проводников и щелей. Это позволяет выполнить НЩЛ с практически любыми значениями волновых сопротивлений. Кроме того, НЩЛ имеет большую широкополосность и простую конструктивную реализацию электронных СВЧ компонентов. Комбинация с несимметричной полосковой линией (НПЛ) упрощает включение в нее (последовательно или параллельно) полупроводниковых элементов [7].

Многие явления распространения и дифракции высокочастотных полей при длине волн менее 1 мм хорошо описываются в терминах лучевого представления. В основе такого описания лежит квазиоптический подход. Сущность его заключается в

том, что поле в волноводе представляется в виде двух пересекающихся плоских волновых фронтов (плоских волн), и рассматривается раздельное возбуждение каждой волной через некоторую апертуру или на неоднородности. Предполагается, что путь распространения фронтов плоских волн в этой области определяется законами геометрической оптики. Результирующее поле получается из решения задачи возбуждения волновода при заданном распределении поля в аппаратуре [8].

Учеными ИРЭ НАН Украины (г. Харьков) впервые была предложена и реализована базовая квазиоптическая линия передачи [9]. Экспериментально исследованы характеристики волнового пучка с основной модой колебаний HE_{11} и создан комплект квазиоптических приборов: аттенюаторы, волномеры, фазовращатели, поляризаторы, возбуждители колебаний, трансформаторы диаметра луча. Квазиоптический лучевод, созданный на основе полого диэлектрического волновода, имеет ряд достоинств: его основная мода HE_{11} — поперечно-электрическая, линейно поляризованная, с асимметричным колоколообразным распределением амплитуд.

Анализ импедансных амплитудно-частотных характеристик твердотельных генераторов в коротковолновой части СВЧ диапазона показывает, что абсолютные значения отрицательного сопротивления полупроводниковых диодов $|-R_g|$ составляют 1...5 Ом. В связи с этим при непосредственном включении диода в высокочастотную цепь с нагрузкой, равной волновому сопротивлению линии передачи W_o , коэффициент трансформации K активной составляющей импеданса нагрузки R должен составлять:

$$K = \frac{W_o}{|-R_g|} > 20...100$$

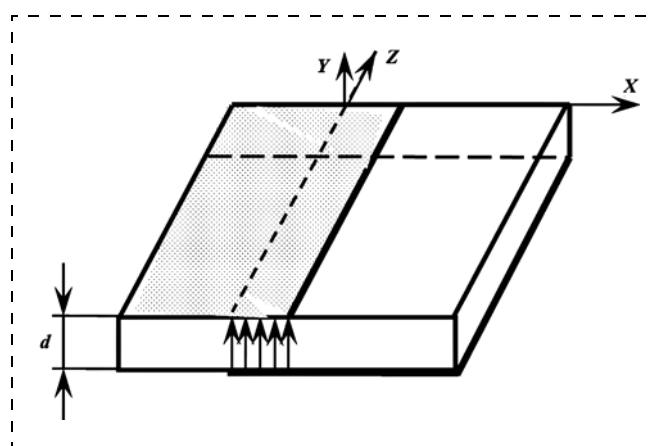


Рис. 6. Несимметричная щелевая линия с перекрытием

Fig. 6. Asymmetrical slot line with overlapping

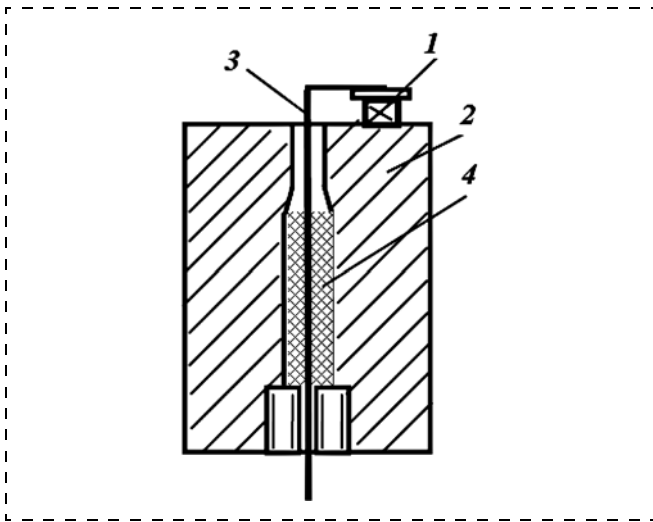


Рис. 7. Конструкция корпуса ЛПД
Fig. 7. IMPATT diode case design

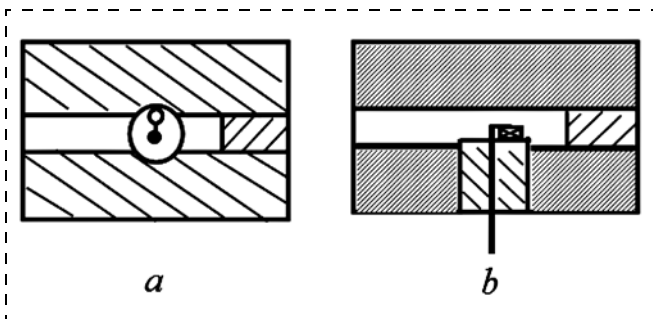


Рис. 8. Конструкция генератора на ЛПД
Fig. 8. Design of an IMPATT generator

для волноводов стандартного сечения коаксиальных и полосковых линий. При этом полные потери в трансформаторах должны быть минимальными.

Именно обеспечение высоких коэффициентов трансформации импедансов диодных структур при включении их в цепи СВЧ и представляет собой основную особенность и трудность при построении высокочастотных асимптот эффективных генераторов и усилителей с минимальными энергетическими потерями. При этом наиболее целесообразно обеспечить трансформацию в непосредственной близости к полупроводниковой структуре.

В качестве трансформатора импедансов удобно использовать радиальную линию. Эта линия образована двумя параллельными металлическими плоскостями, между которыми расположена активная полупроводниковая структура. Распространение волны происходит в радиальных направлениях от места возбуждения. Электрическое поле этой волны направлено перпендикулярно к металлическим плоскостям и не имеет вариаций в этом направлении и по азимуту. Высокочастотное маг-

нитное поле имеет форму концентрических окружностей.

Применение радиальной линии для создания полупроводниковых устройств позволяет использовать корпусированные диоды. В качестве корпуса целесообразно применять часовые рубиновые втулки [10—12], имеющие приемлемые размеры стенок для трансформации импедансов в миллиметровом диапазоне. Так, в области частот 120...180 ГГц для создания генераторов на ЛПД используют рубиновые втулки с внешним диаметром 0,4 мм и высотой 0,15 мм.

Резонансная трансформация импеданса полупроводниковой структуры оказывается эффективной при создании генераторов, усилителей, умножителей, применяющих активные элементы любых типов, у которых максимальная мощность достигается при модуле отрицательного сопротивления, соизмеримого с сопротивлением потерь внешней СВЧ цепи.

В источниках СВЧ мощности необходимо обеспечить подачу питания на активный элемент. Компоненты подачи питания вносят дополнительные реактивные сопротивления в электродинамическую конструкцию устройства, усложняют задачу согласования импеданса активного элемента с импедансом линии передачи.

На рис. 7 представлена конструкция корпуса диода, обеспечивающего реализацию упрощенного способа согласования импедансов. Диод 1 содержит полупроводниковую структуру и диэлектрическую втулку, смонтированную термокомпрессией на металлическом основании (теплоотводе) 2 (см. рис. 8, b). Электрический контакт с крышкой корпуса выполняется с помощью ввода питания, состоящего из тонкого металлического штыря 3, изолированного от основания корпуса и расположенного параллельно оси диэлектрической втулки и отстоящего от нее на расстоянии $\lambda/8$. Крышка и основание корпуса образуют радиальный резонатор. Металлический проводник представляет собой индуктивную нагрузку, реактивное сопротивление которой существенно больше волнового сопротивления радиального резонатора. Поэтому он не оказывает шунтирующего воздействия на радиальный резонатор и позволяет обеспечить развязку питания диода от СВЧ цепи. В целях исключения колебаний в цепи питания диода включен распределенный поглотитель 4. Наличие ввода питания в основании диода позволяет расположить элементы корпуса асимметрично относительно оси его основания, что дает возможность легко согласовывать импеданс диода с импедансом линии передачи в достаточно широком диапазоне частот путем вращения основания с корпусом вокруг своей оси.

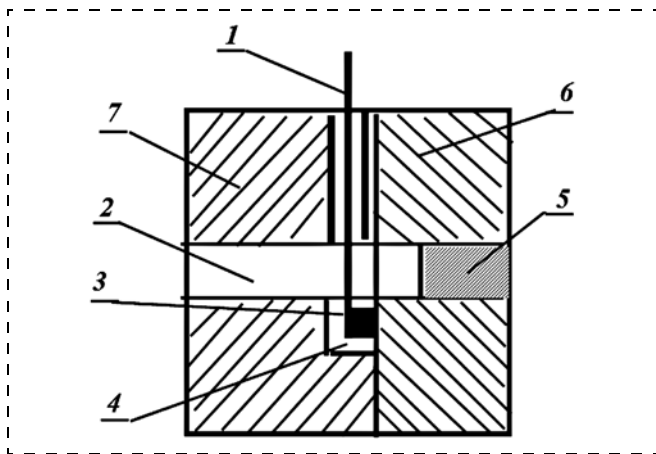


Рис. 9. Конструкция ГЛПД: 1 — ЛПД; 2 — волноводный канал; 3 — вывод питания; 4 — резонансная камера; 5 — короткозамкнутый поршень; 6 — фланец, содержащий ЛПД; 7 — волноводный корпус

Fig. 9. IMPATT generator design: 1 — IMPATT diode; 2 — waveguide channel; 3 — power outlet; 4 — resonance camera; 5 — short-circuited piston; 6 — flange containing IMPATT diode; 7 — waveguide case

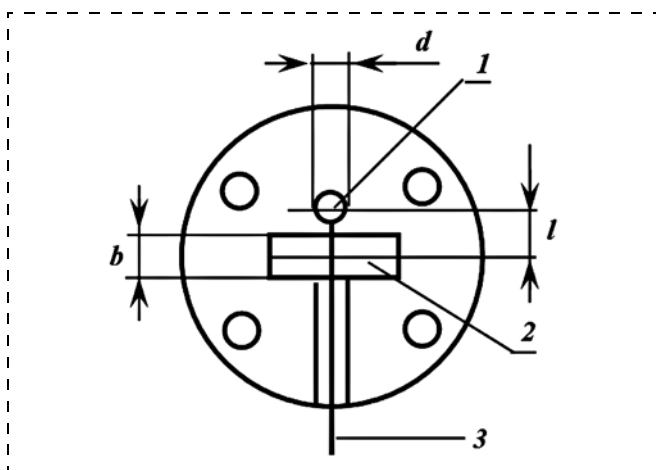


Рис. 10. Фланец, содержащий ЛПД: 1 — ЛПД; 2 — волноводный канал; 3 — вывод питания

Fig. 10. The flange containing IMPATT diode: 1 — IMPATT diode; 2 — waveguide channel; 3 — power outlet

Примером использования такого корпуса служит генератор на ЛПД (ГЛПД). Металлическое основание с диодом вставляется в отверстие волноводной конструкции перпендикулярно широкой стенке волновода, как показано на рис. 8. Настройку генератора на заданную частоту выполняют путем перемещения металлического основания с диодом вдоль его оси, а согласование импеданса диода с нагрузкой — поворотом основания вокруг той же оси.

В области частот 120...180 ГГц (сечение волновода $0,8 \times 1,6$ мм) диаметр основания, содержащего ЛПД, составляет 3 мм. Энергетические и частотные характеристики генератора с использованием предлагаемой конструкции корпуса ЛПД не хуже характеристик генераторов, использующих волно-

водно-коаксиальный переход ($P_{\text{вых}} \approx 20...40$ мВт), но конструкция удобнее сопрягается со стабилизирующим резонатором отражательного типа.

Конструкция генератора, представленная на рис. 9, обеспечивает достижение более высоких энергетических характеристик. Конструкция состоит из двух малогабаритных вставок — волноводных фланцев, соединенных механическим способом. На торце одного из фланцев монтируется корпусной ЛПД 1 на расстоянии l от волноводного канала 2. Как показано на рис. 10, расстояние l между осями волновода и диэлектрической втулки корпуса выбирается из соотношения:

$$\frac{\lambda - b}{2} > l \geq \frac{b + d}{2},$$

где λ — минимальная длина волны в рабочем диапазоне; b — высота волновода; d — внешний диаметр диэлектрической втулки корпуса.

На рис. 10 фланец, содержащий ЛПД, присоединяется к корпусу 7, состоящему из волноводного канала 2 и резонансной полости 4 (см. рис. 9). Питание на ЛПД подается по металлической полоске 3, изолированной от корпуса волновода с помощью диэлектрических прокладок. Настройку диодной камеры на частоту выполняет короткозамкнутый поршень 5. Связь ЛПД с линией передачи осуществляется посредством металлической полоски, расположенной в максимуме электрического поля.

При конструировании квазиоптических устройств главной проблемой является согласование полупроводниковой структуры (диода) с волноводным трактом. Поскольку электромагнитная волна распространяется в лучевом виде в виде пучка с определенным сечением, необходимы элементы, концентрирующие электрическое поле в малом объеме полупроводникового диода [13].

Общей особенностью квазиоптических линий передач является то, что их поперечный размер больше длины волны. Это открывает возможность для размещения в резонаторе большого числа полупроводниковых элементов в виде матриц или решеток, что позволяет создавать генераторы со сложением мощностей многих источников.

Преимущество открытых резонаторов — их высокая добротность и удобные для работы размеры, поэтому они используются в узкополосных генераторах на диодах Ганна и ЛПД с высокой стабильностью [13].

Список литературы

1. Карушкин Н. Ф. Использование кольцевых структур ЛПД для увеличения средней импульсной мощности генераторов миллиметрового диапазона // Электронная техника. Серия 1. Электроника СВЧ. 2010. Вып. 4 (507). С. 46—54.

2. **Тагер А. С.** Лавинно-пролетный диод и его применение в технике СВЧ // *Успехи физических наук*. 1966. Т. 90, вып. 4. С. 631—666.
3. **Тагер А. С., Вальд-Перлов В. М.** Лавинно-пролетные диоды и их применение в технике СВЧ. М.: Советское радио, 1968. 480 с.
4. **Шестопапов В. П.** Физические основы миллиметровой и субмиллиметровой техники. В2Т-К. Киев: Наукова думка, 1985. Т. 1. 213 с.
5. **Комарь Г. И., Шестопапов В. П.** Линии передачи для интегральных схем миллиметрового диапазона // *Доклады АН СССР*. 1985. № 2. С. 362—364.
6. **Згуровский М. З., Ильченко М. Е., Кравчук С. А., Нарытник Т. Н., Якименко Ю. И.** Микроволновые устройства телекоммуникационных систем // Т. 1. Распространение радиоволн. Антенные и частотно-избирательные устройства. Киев: Политехника, 2003. 456 с.
7. **Мальшко В. В., Карушкин Н. Ф., Ореховский В. А.** Быстродействующий амплитудный модулятор миллиметрового диапазона с каскадным включением в линию передачи арсенид-галлиевых $p-i-n$ -диодов // *Материалы 23-й Международной Крымской конференции "СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии" (КрыМиКо'2013)*, 2013, Севастополь. С. 100—101.
8. **Еру И. И.** Терагерцовая техника и технология: современное состояние, тенденции развития и перспективы практического применения // *Успехи современной радиоэлектроники*. 1997. № 3. С. 51—79.
9. **Горошко А. И., Кулешов Е. М.** Исследование полого диэлектрического лучевода миллиметрового и субмиллиметрового диапазонов волн // *Радиотехника*. 1972. Вып. 21. С. 215—219.
10. **Карушкин Н. Ф.** Характеристики быстродействующих амплитудных переключателей инверсного типа миллиметрового диапазона // *Техника и приборы СВЧ*. 2010. № 1. С. 11—15.
11. **Карушкин Н. Ф., Обухов И. А., Смирнова Е. А.** Патент РФ на изобретение № 2657324, 13.06.2018. Применение промышленного часового камня в качестве корпуса полупроводникового устройства миллиметрового диапазона длин волн и генератор колебаний с таким устройством.
12. **Карушкин Н. Ф.** Твердотельные устройства и компоненты миллиметрового диапазона длин волн // *Прикладная радиоэлектроника*. 2002. Т. 1, № 1. С. 77—81.
13. **Belous O. I., Bulgakob V. M., Fisun A. L.** Basis Principles of Elaboration of Solid State Millimeter Wave Sources with Dispersive Open Resonator // *The Fourth Int. Kharkov Symposium MSMW 98. Kharkov. Ukraine. Proc.* 2. P. 181—182.

N. F. Karushkin, Ph. D., Head of Department, State Enterprise "Research Institute "Orion", Kiev, 03680, Ukraine,

I. A. Obukhov, D. Sc., Senior Researcher, e-mail: iao001@mail.ru

LLC Research and Production Organization "Sinergetika", Moscow, 115419, Russian Federation,

E. A. Smirnova, Postgraduate, elizaveta.a.smirnova@yandex.ru

Faculty of Physics, M. V. Lomonosov Moscow State University, Moscow, 119991, Russian Federation

Corresponding author:

Smirnova Elizaveta A., Postgraduate, Faculty of Physics, M. V. Lomonosov Moscow State University, Moscow, 119991, Russian Federation, elizaveta.a.smirnova@yandex.ru

Semiconductor Components and Electronic Technology Devices in the Short Wave Section of the Microwave Radiation. Part II

Received on October 5, 2018

Accepted on November 14, 2018

The level of development of the elemental base of electronic equipment based on semiconductor and waveguide electrodynamic structures in the shortwave part of the microwave range are analyzed. One of the main problems arising in the implementation of the terahertz range is associated with the need to provide the advanced equipment developed in this frequency band with effective electronic components... This paper provides a comparative analysis of the characteristics of the terahertz range components, based on the solid-state elements and waveguide electrodynamic structures. The features of design solutions in the process of creating semiconductor components and devices, such as oscillators, amplifiers, frequency multipliers, power meters, transmission lines, and devices for modulating electromagnetic waves using $p-i-n$ -structures, are shown. The main directions of the practical application of apparatus and equipment of the terahertz range are considered. The attractiveness of the terahertz range to create high-speed communication systems, high-resolution radar, radio vision systems, remote identification devices of substances, and other special and civil engineering, is shown.

Keywords: terahertz range, generators, detectors, amplifiers, $p-i-n$ -modulators, transmission lines, radio vision, frequency multipliers, microwave modules, radar, artificial intelligence

For citation:

Karushkin N. F., Obukhov I. A., Smirnova E. A. Semiconductor Components and Electronic Technology Devices in the Short Wave Section of the Microwave Radiation. Part II, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 246—256.

DOI: 10.17587/nmst.21.246-256

Waveguide lines and interface elements

The main requirements to the waveguide energy transmission lines are a uniform frequency and the linear phase characteristics, the minimal attenuation per an unit of length and the maximal levels of the transferred power.

In the submillimeter range of the radio waves, mainly, the following transmission lines find their applications:

- metal hollow waveguides with the main type of the wave propagating within them and the waveguides with an increased cross-section (multiwave);
- metal-dielectric waveguides;
- quasi-optical beam guides.

The metal single-wave guides are most widespread in the millimeter range. After transition into the short-wave part of the range ($\lambda \approx 1$ mm), the properties of the waveguides worsen considerably. First of all, we should point out a rapid increase of the linear losses in the process of shortening of a wavelength. Big losses and strict requirements to manufacturing and junction of the waveguides create problems for transmission of energy even at small distances. In the range of the wavelengths of 2...0.5 mm short sections of the waveguides are used with the cross-sections of 0.8×1.6 mm ($\lambda = 2$ mm), 0.7×0.35 mm ($\lambda = 0.9$ mm), and 0.48×0.24 ($\lambda = 0.6$ mm) for creation of the elements for electronic technologies: detectors, mixers, auto-generators, $p-i-n$ -modulators, activators, etc.

An increase of the internal dimensions of a waveguide allows us to reduce the attenuation and increase the available level of power. Notwithstanding a small attenuation, the use of such waveguides is limited by the fact that there can be a big number of oscillations of the highest types in them. In a strong multiwave mode the energy of the working wave can be transformed on the nonuniformity of the path into the waves of the non-working types.

The multiwave mode would not present a big danger, if a transmission line had a self-filtration property. Unfortunately, the metal waveguides have no such property. In such waveguides, a big number of parasitic waves have practically the same attenuation as the main wave, while the artificial methods against the parasitic waves are inefficient.

However, in the waveguides of a round cross-section, there is a class of the waves having the properties, which distinguish them sharply from all the variety of the waves, which can exist in the hollow waveguides. It was theoretically and experimentally proved, that with the growth of the frequency the attenuation of wave H_{01} decreases without limit. An essential problem with the use of wave H_{01} in the terahertz range is the losses during excitation, because many sources of oscillations have an output waveguide of a rectangular cross-section

of increased sizes. For a pure excitation of wave H_{01} , first of all, it is necessary to single out wave H_{10} in a rectangular waveguide, and then via a special device of a complex configuration excite wave H_{01} in a round waveguide.

Application of the round waveguides excited on wave H_{01} is especially attractive in the short-wave part of the millimeter waveband on frequencies of 50...150 GHz. Transmission wave losses are within 1...2 dB/km, which meet the requirements to the broadband telecommunication systems.

The transmitting line, which got the name of *H-shaped* metal-dielectric waveguide (fig. 1), has interesting properties.

The structure of the magnetic field in the *H-shaped* waveguide of LM_{11} type by its structure is similar to the field in a rectangular waveguide at the wave of H_{01} type. This circumstance facilitates excitation of a metal-dielectric waveguide by means of a smooth transition from a standard rectangular waveguide. Because of the absence of the limit currents, any narrow cross-slot does not cause energy radiation, which facilitates a joining between the corresponding metal contacts.

The wave of LM_{11} type has the properties, related to H_{01} wave in a round waveguide. The losses in the walls of the *H-shaped* waveguide monotonously fall with the growth of the frequency. The total attenuation of the *H-shaped* waveguide with an account of the losses in a dielectric can be less, than that of a standard rectangular waveguide. The cross sizes of the *H-shaped* waveguide are more than those of the standard waveguides in this range, which is also its advantage. Therefore, the considered type of a waveguide is of interest for its use in the short-wave part of the millimeter range.

On the basis of the *H-shaped* metal-dielectric waveguide, it is possible to develop a semiconductor amplifier. As it was mentioned earlier, an important limiting factor for increasing of the level of the output power of the diode generators on IMPATT diodes is the thermal mode, forcing to use the working densities of the currents below the optimal ones for obtaining of high power. The increase of the input power can be reached during the reduction of the thermal resistance of R_m . One of the known ways to reduce the thermal resistance is the transition to a semiconductor structure with a developed periphery because at the same time the heat emission in the side directions is increased.

The semiconductor structures of the distributed type can be made as extended ones, in a rectangle form or in the form of a thin ring of a rather big diameter. The work proved [1] experimentally the efficiency of the use of the ring IMPATT structures of big diameter for the creation of a pulse mode and increasing of the level of the average power.

It seems expedient to use active semiconductor structures with the distributed parameters for creation

of the amplifiers of a running wave in the short-wave part of the millimeter range. One of the opportunities for the creation of such amplifiers is the use of extended IMPATT $p-n$ -junction in a semiconductor structure. Owing to the specific features of the IMPATT junction it is possible to assume that the distributed amplifier on IMPATT diode will have a number of advantages in power and in the working band in comparison with the amplifiers on diodes with the concentrated parameters.

Such an amplifier can be considered as a uniform plane-parallel line formed by two strips of a semiconductor with a dielectric between them in the form of an impoverished layer of IMPATT $p-n$ -junction. The contacts simultaneously serve as conductors of the transmitting line (fig. 2).

The parameters of the line are determined by the conditions under which the IMPATT $p-n$ junction has negative resistance [2, 3]. For a simplified small-signal analysis of the distributed line, it is convenient to present it as an equivalent circuit containing concentrated active and reactive elements as shown in fig. 3. The complex resistance of the semiconductor strips of the line is presented by inductance L_1 and resistance of losses R_1 , while admittance of the IMPATT active area contains active component G_1 and reactive component $j\omega C_1$. Analysis of this circuit shows that there are reasonable values of the electrophysical parameters of the active semiconductor structure, at which amplification of the running wave in the line is possible.

A promising line for the work in the terahertz range is the cylindrical slot line (fig. 4). The electromagnetic fields in it have a quasistationary character with the main type of a slotted wave H_{00} , which determines its broadband. The band of the working frequencies in the single-mode mode reaches two octaves at $Q \leq 20^\circ$ slot openness. With an increase of the width of the slot, the wave passes into one of the waves of the dielectric waveguide, while at the fixed value of ε with an increase of the angle of openness the radiation of the electromagnetic wave into the free space is possible.

The quasistatic character of electromagnetic fields in the cylindrical slot line creates opportunities for development of the elements of the electronic technologies on its basis. Since the electric components of the field are concentrated in the area of the slot, while the magnetic ones are in the line's cavity, it is necessary to arrange the two-electrode microwave elements so that they would be in the slot area ($p-i-n$ -diodes, IMPATT diodes, mixing and detector diodes, Gunn diodes, etc.), and the non-mutual elements, the principle of operation of which is connected with the magnetic field inside the line, should be placed near its wall, against the slot. Attenuation in the cylindrical slot line at the frequencies of 150...300 GHz equals to 0.1...1.0 dB/m [4].

Expansion of the bandwidth is reached in the mirror slot line, the cross-section of which is shown in fig. 5. The mirror slot line is tiny and shields the field rather fully, but at the same time provides access to the field of the line. In the short-wave part of the millimeter range, the value of attenuation is about 10 dB/m. The wave resistance of the mirror slot line is tens of ohms, which facilitates the inclusion of diodes into it [5, 6].

Application of the asymmetrical slot line (ASL), which is formed by the metal half-planes deposited in different layers of the plane-parallel dielectric substrates, is known. Depending on the relative positioning of the half-planes in relation to each other, the modifications of ASL are possible: a line with overlapping and a line without overlapping (fig. 6).

In ASL there is no design-technology feature connected with the realization of the narrow conductors and slots. This allows us to manufacture ASL with almost any values of the wave resistance. Besides, ASL has big broadband and simple design realization of the electronic microwave components. The combination with the asymmetrical strip line (AStL) simplifies inclusion (consistent or parallel) of the semiconductor elements into it [7].

Many phenomena of the propagation and diffraction of the high-frequency fields with the wavelengths less than 1 mm are well described in terms of the beam presentation. At the cornerstone of such a description is a quasioptical approach. Its essence is that the field in a waveguide is presented in the form of two crossed flat wave fronts (flat waves), and each wave considers separate excitation through a certain aperture or on a heterogeneity. It is assumed that the way of propagation of the fronts of the flat waves in this area is defined by the laws of the geometrical optics. The resulting field is obtained from solving the problem of excitation of a waveguide at the set distribution of the field in the equipment [8].

Researchers from IRE NASU (Kharkov) for the first time offered and realized a basic quasioptical transmission line [9]. Characteristics of the wave beam with the main mode of oscillations of HE_{11} were experimentally investigated, and a set of the quasioptical devices was created: attenuators, wavemeters, phase shifters, polarizers, activators of oscillations, transformers of the beam diameter. The quasioptical beamguide, developed on the basis of a hollow dielectric waveguide, has a number of advantages: its main mode HE_{11} is cross-electric, linearly polarized, with the asymmetric bell-shaped distribution of the amplitudes.

An analysis of the impedance amplitude-frequency characteristics of the solid-state generators in the short-wave part of the microwave range shows that the absolute values of the negative resistance of the semiconductor diodes $|-R_g|$ equal to 1...5 Ω . In this regard, when a diode is directly engaged in a high-frequency

circuit with a load equal to the wave resistance of the transmission line of W_0 , the transformation coefficient K of the active component of the impedance of load R should be:

$$K = \frac{W_0}{|-R_g|} > 20 \dots 100,$$

for the wave guides of a standard cross-section of the coaxial and strip lines. At the same time, the total losses in the transformers should be minimal.

Exactly provision of high coefficients of the transformation of impedances of the diode structures, when they are engaged in the microwave circuits, presents the main feature and problem in the construction of high-frequency asymptotes of the effective generators and amplifiers with the minimal energy losses. At that, it is most expedient to ensure the transformation in close proximity to the semiconductor structure.

As the transformer of impedances, it is convenient to use a radial line. This line is formed by two parallel metal planes, between which the active semiconductor structure is located. The wave propagation happens in the radial directions from the place of the excitation. The electric field of this wave is directed perpendicularly to the metal planes and has no variations in this direction also by the azimuth. The high-frequency magnetic field has the form of the concentric circles.

Application of the radial line for the creation of the semiconductor devices allows us to use the packaged diodes. As the case, it is expedient to use the clock ruby bushes [10–12] having the acceptable sizes of the walls for the transformation of the impedances in the millimeter range. Thus, in the field of frequencies of 120...180 GHz for the creation of the generators on IMPATT diode the ruby bushes are used with the external diameter of 0.4 mm and height of 0.15 mm.

The resonant transformation of the impedance of a semiconductor structure appears to be effective for creation of the generators, amplifiers, and multipliers applying active elements of all types, the maximal power of which is reached at the module of the negative resistance, commensurable with the resistance of the losses of the external microwave circuit.

In the microwave sources of power, it is necessary to ensure the power supply to the active element. The power supply components introduce additional reactive resistances into the electrodynamic design of a device and complicate the problem of coordination of the impedance of the active element with the impedance of the transmission line.

Fig. 7 presents the design of the diode case ensuring the realization of a simplified method of coordination of the impedances. Diode 1 contains a semiconductor structure and a dielectric bush mounted by thermal compression on a metal basis (heat sink) 2 (fig. 8, *b*).

The electric contact with the cover of the case is carried out by means of introduction of power consisting of the thin metal probe 3 insulated from the basis of the case and located in parallel to the axis of the dielectric bush at the distance of $\lambda/8$ from it. The cover and the basis of the case form the radial resonator. The metal conductor is an inductive load, the reactive resistance of which is significantly higher than the wave resistance of the radial resonator. Therefore, it does not render a shunting impact on the radial resonator and allows us to disconnect the power supply of the diode from the microwave circuit. In order to exclude oscillations in the power-supply circuits of the diode, the distributed absorber 4 is included. Availability of the input of power in the basis of the diode allows us to arrange the case elements asymmetrically in relation to the axis of its basis, which makes it possible to coordinate easily the diode's impedance with the impedance of the transmission line in rather wide range of frequencies by rotation of the basis with the case around its pivot-center.

An example of the use of such a case is the generator on IMPATT diode. The metal basis with the diode is inserted into the opening of the waveguide design perpendicularly to the wide wall of the waveguide, as shown in fig. 8. Tuning of the generator to the set frequency is performed by movement of the metal basis with the diode along its axis, while coordination of the impedance of the diode with the load — by turning of the basis around the same axis.

In the range of frequencies of 120...180 GHz (the cross-section of the waveguide is 0.8×1.6 mm) the diameter of the basis containing IMPATT diode is 3 mm. The power and frequency characteristics of the generator with the use of the proposed design of the IMPATT diode case are not worse than the characteristics of the generators using the waveguide-coaxial transition ($P_{\text{ВЫХ}} \approx 20 \dots 40$ mW), but the design is more conveniently interfaced with the stabilizing resonator of the reflective type.

The generator design presented in fig. 9 ensures achievement of higher power characteristics. The design consists of two small-sized inserts — the waveguide flanges connected mechanically. At an end face of one of the flanges, the packaged IMPATT diode 1 is mounted at distance l from the waveguide channel 2. As is shown in fig. 10, the distance l between the axes of the waveguide and the dielectric bush of the case is selected out of the following correlation:

$$\frac{\lambda - b}{2} > l \geq \frac{b + d}{2},$$

where λ — the minimal wavelength in the working range; b — waveguide height; d — external diameter of the dielectric bush of the case.

In fig.10 the flange containing IMPATT diode is connected to case 7 consisting of the waveguide channel 2 and resonant cavity 4. Power to IMPATT diode is supplied via metal strip 3 insulated from the waveguide case by means of the dielectric paddings. The short-circuited piston 5 tunes the diode camera to the frequency. Communication of IMPATT diode with the transmission line is carried out by means of a metal strip located in the maximum of the electric field.

During designing of the quasioptical devices, the main problem is coordination of the semiconductor structure (diode) with the waveguide path. Since an electromagnetic wave propagates in the beamguide in the form of a beam with a certain cross-section, the elements are necessary for the concentration of the electric field in the small volume of the semiconductor diode [13].

A common feature of the quasioptical transmission lines is that their cross size is more than the wavelength. This opens an opportunity for placement in the resonator of a large number of the semiconductor elements in the form of matrixes or lattices, which allows us to create generators with a sum total of the capacities from many sources.

The advantages of the open resonators are their high good quality and the sizes, convenient for operation, therefore, they are used in the narrow — band generators on Hanna diodes and IMPATT diode with high stability [13].

References

1. **Karushkin N. F.** Ispolzovanie kolcevyyh struktur LPD dlya uvelicheniya srednej impulsnoy moshchnosti generatorov millimetrovogo diapazona, *Elektronnaya tekhnika. Seriya 1. Elektronika SVCH*, 2010, no. 4 (507), pp. 46—54 (in Russian).
2. **Tager A. S.** Lavinno proletnyy diod i ego primeneniye v tekhnike SVCH, *Uspekhi fizicheskikh nauk*, 1966, vol. 90, no. 4, pp. 631—666 (in Russian).

3. **Tager A. S., Vald-Perlov V. M.** Lavinno-proletnyye diody i ih primeneniye v tekhnike SVCH. Moskva, Sovetskoe radio, 1968, 480 p. (in Russian).
4. **Shestopalov V. P.** Fizicheskie osnovy millimetrovoj i submillimetrovoj tekhniki V2T-K. Kiev, Naukova dumka, 1985. Vol. 1. 213 p. (in Ukrainian).
5. **Komar G. I., Shestopalov V. P.** Liniy peredachi dlya integralnykh skhem millimetrovogo diapazona, *Doklady AN SSSR*. 1985, no. 2, pp. 362—364 (in Russian).
6. **Zgurovskij M. Z., Ilchenko M. E., Kravchuk S. A., Narytnik T. N., Yakimenko Yu. I.** Mikrovolnovye ustrojstva telekommunikacionnykh sistem, Vol. 1. Rasprostraneniye radiovoln Antennyye i chastotno-izbiratelnye ustrojstva. Kiev, Politekhnik. 2003. 456 p. (in Russian).
7. **Malysheko V. V., Karushkin N. F., Orekhovskij V. A.** Bystrodejstvuyushchij amplitudnyy modulyator millimetrovogo diapazona s kaskadnym vklyucheniem v liniyu peredachi arsenid-gallievykh $p-i-n$ -diodov, *Materialy 23-j Mezhdunarodnoj Krymskoj konferencii SVCH-tekhnika i telekommunikacionnye tekhnologii "KryMiKo-201"*, 2013, pp. 100—101 (in Russian).
8. **Eru I. I.** Teragercovaya tekhnika i tekhnologiya sovremennoe sostoyaniye tendencii razvitiya i perspektivy prakticheskogo primeneniya, *Uspekhi sovremennoy radioelektroniki*, 1997, no. 3, pp. 51—79 (in Russian).
9. **Goroshko A. I., Kuleshov E. M.** Issledovanie pologo dielektricheskogo lucheвода millimetrovogo i submillimetrovogo diapazonov voln, *Radiotekhnika*, 1972, no. 21, pp. 215—219 (in Russian).
10. **Karushkin N. F.** Harakteristiki bystrodejstvuyushchih amplitudnykh pereklyuchatelej inversnogo tipa millimetrovogo diapazona, *Tekhnika i pribory SVCH*. 2010, no. 1, pp. 11—15 (in Russian).
11. **Karushkin N. F., Obuhov I. A., Smirnova E. A.** Patent № RU 2657324 C2, 13.06.2018. Application of industrial watch stone as the millimeter range wave length semiconductor device housing and the oscillator with such device (in Russian).
12. **Karushkin N. F.** Tverdotelnye ustrojstva i komponenty millimetrovogo diapazona dlin voln, *Prikladnaya radioelektronika*, 2002, vol. 1, no. 1, pp. 77—81 (in Russian).
13. **Belous O. I., Bulgakob B. M., Fisun A. L.** Basis Principles of Elaboration of Solid State Millimeter Wave Sources with Dispersive Open Resonator, *The Fourth Int. Kharkov Symposium MSMW 98*. Kharkov. Ukraine: Proc. 2. P. 181—182.

Рисунки к статье В. К. Смолина
**«ПРИНЦИПЫ ИСПОЛНЕНИЯ ВАКУУМНЫХ МИКРОТРИОДОВ
 С ПЛАНАРНО-ТОРЦЕВЫМИ КАТОДАМИ»**

V. K. Smolin

«PRINCIPLES OF EXECUTION OF VACUUM MICRO-TRIODES WITH PLANAR-END CATHODES»

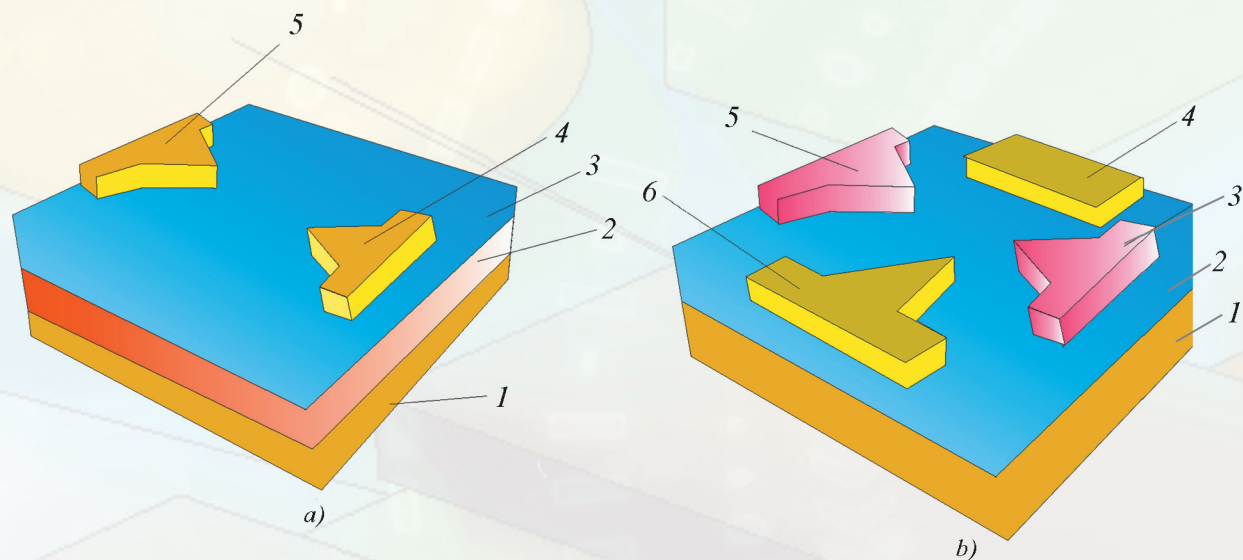


Рис. 1. Варианты структур NVC –транзистора:

a – 1 – подложка; 2 – управляющий электрод; 3 – изолирующий слой; 4 – коллектор; 5 – эмиттер;
b – 1 – подложка; 2 – изолирующий слой; 3 – первый управляющий электрод; 4 – коллектор;
 5 – второй управляющий электрод; 6 – коллектор

Fig. 1. Versions of the structures of the NVC transistor:

a – 1 – substrate; 2 – control electrode; 3 – insulating layer; 4 – collector; 5 – emitter;
b – 1 – substrate; 2 – insulating layer; 3 – the first control electrode; 4 – collector;
 5 – the second control electrode; 6 – collector

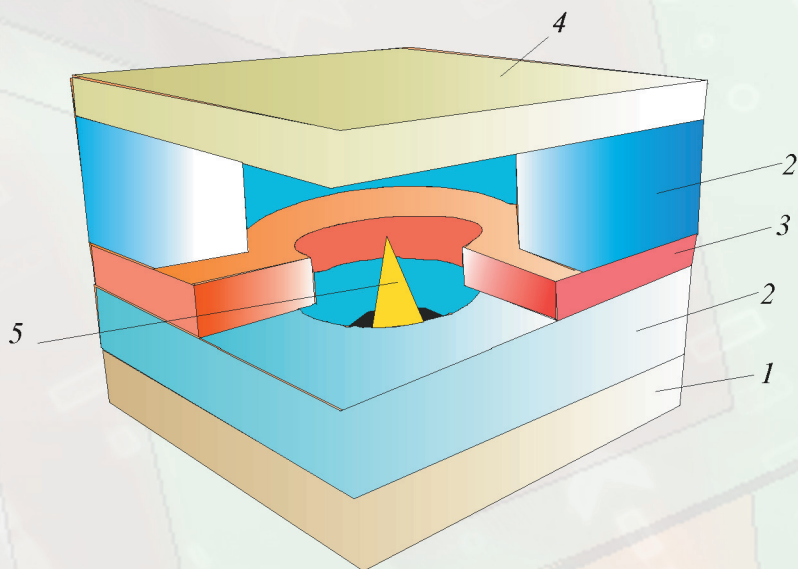


Рис. 2. Структура вакуумного транзистора с катодом Спиндта:

1 – подложка; 2 – изолирующий слой; 3 – управляющий электрод; 4 – коллектор; 5 – эмиттер

Fig. 2. Structure of the vacuum transistor with Spindt cathode:

1 – substrate; 2 – insulating layer; 3 – control electrode; 4 – collector; 5 – emitter

Рисунки к статье В. К. Смолина
«ПРИНЦИПЫ ИСПОЛНЕНИЯ ВАКУУМНЫХ МИКРОТРИОДОВ
С ПЛАНАРНО-ТОРЦЕВЫМИ КАТОДАМИ»

V. K. Smolin

«PRINCIPLES OF EXECUTION OF VACUUM MICRO-TRIODES WITH PLANAR-END CATHODES»

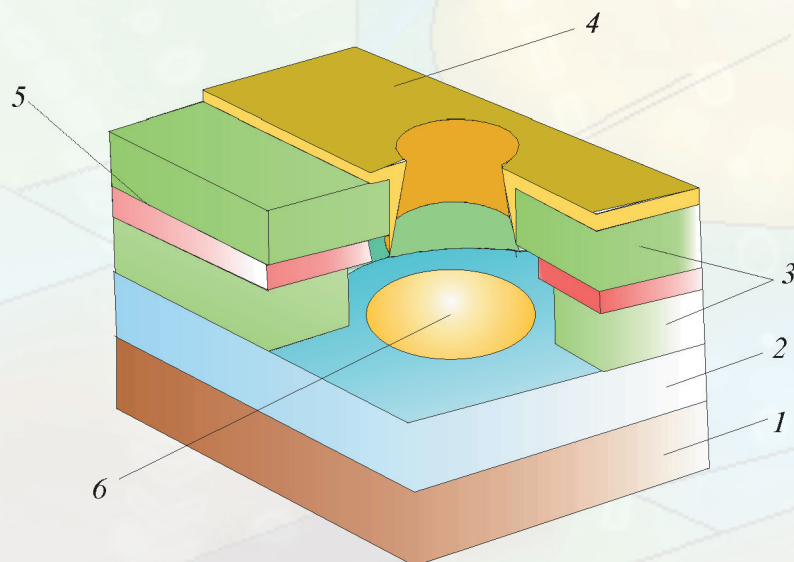


Рис. 3. Структура вакуумного микроэлектронного прибора:
1 – подложка; 2 – анодный слой; 3 – изолирующий слой; 4 – эмиссионный катод;
5 – затвор; 6 – пленка из материала катода

Fig.3. Structure of a vacuum microelectronic device:
1 – substrate; 2 – anode layer; 3 – insulating layer; 4 – field cathode; 5 – gate; 6 – film from the cathode material

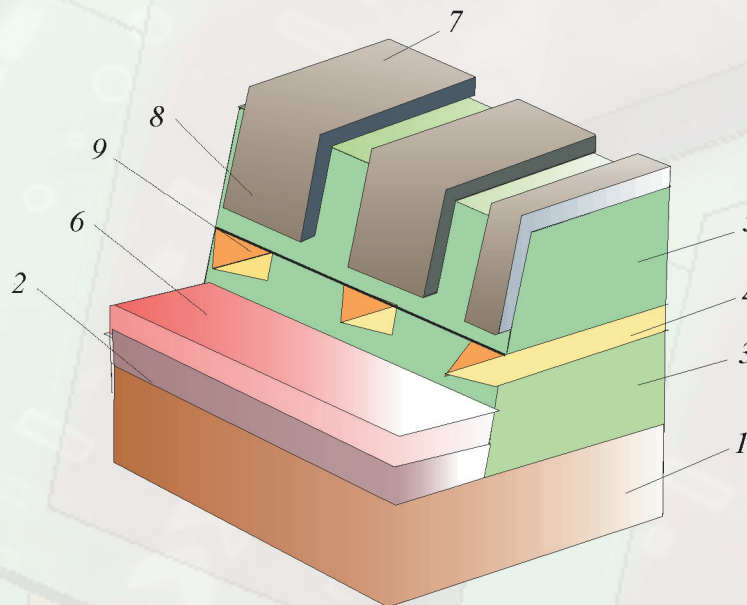


Рис. 4. Структура вакуумного планарно-торцевого микротриода устройства отображения информации:
1 – подложка; 2 – полосковый электрод; 3 – диэлектрический слой; 4 – катодный полосковый электрод;
5 – диэлектрический слой; 6 – люминофорное покрытие; 7 – управляющий электрод;
8 – кромка управляющего электрода; 9 – зубы эмиттера

Fig.4. Structure of the vacuum planar-end microtriode of a display unit:
1 – substrate; 2 – band electrode; 3 – dielectric layer; 4 – cathode band electrode;
5 – dielectric layer; 6 – luminiferous covering; 7 – control electrode;
8 – edge of the control electrode; 9 – teeth of the emitter