

ISSN 1813-8586

НАНО-И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 21, № 6, 2019

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

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

Vol. 21, No. 6, 2019

The articles are published
in Russian and English



IV Международная научно-практическая конференция

РАДИОИНФОКОМ-2019

состоится 11 – 15 ноября 2019 г. в РТУ МИРЭА

Минобрнауки России, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования МИРЭА – Российский технологический университет приглашает Вас принять участие в IV Международной научно-практической конференции «Актуальные проблемы и перспективы развития радиотехнических и инфокоммуникационных систем» («РАДИОИНФОКОМ-2019»), которая состоится 11 – 15 ноября 2019 года в РТУ МИРЭА по адресу: 119454, г. Москва, проспект Вернадского, д.78.

ЦЕЛЬ КОНФЕРЕНЦИИ

обсуждение проблем, актуальных направлений и перспектив развития одного из важнейших направлений мировой экономики – радиоэлектронной и телекоммуникационной индустрии, обеспечивающей функционирование жизненно важных элементов и показателей государственной инфраструктуры гражданского и оборонного назначения.

СЕКЦИИ КОНФЕРЕНЦИИ

1. Телекоммуникации и радиотехника
2. Радиоэлектронные системы и комплексы
3. Обработка и передача информации по каналам радиосвязи
4. Радиофизика и электродинамика
5. Радиоинжиниринг
6. Проектирование и технология радиоэлектронных средств
7. Инженерная экология
8. Подготовка профессиональных кадров в инновационном университетском кластере
9. Обеспечение качества электронных средств, стандартизация и сертификация

В рамках конференции будет учрежден круглый стол, посвященный обсуждению перспективных направлений, проектов и научно-практических разработок в области инновационного развития цифровой экономики, а также традиционно проведен конкурс лучших докладов молодых ученых.

Материалы докладов конференции будут опубликованы в электронном сборнике научных трудов с размещением в базе РИНЦ.



Узнать подробную информацию о конференции или обратиться с вопросом, оставив сообщение в форме заявки, можно на сайте конференции <http://forum.mirea.ru/>

НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 21. № 6 ✧ 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

Лабунов 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. (науч. ред.)

Фокин В. А., к.х.н. (ред. перевода)

Шетинкин Д. А. (сайт)

СОДЕРЖАНИЕ

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

Любимов А. В., Коровин Г. В., Иванов Е. А. Концепция построения высокоэффективных преобразователей энергии на стыке подходов квазирезонансного управления и применения современных керамических материалов 323

Борисенков И. Л., Федечев А. Ф., Леонович Г. И., Куприянов С. В., Крутов А. А., Захаров В. Н. Математическая модель неравномерной микромеханической деформации участка оптического волокна при осесимметричном поверхностном нагружении 331

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

Торгашин С. И., Папко А. А., Пауткин В. Е., Цыпин Б. В. Технологические аспекты формирования первичных измерительных преобразователей микромеханических акселерометров 341

Юров В. М., Лауринас В. Ч., Гученко С. А. Толщина поверхностного слоя атомарно-гладких магнитных наноструктур 347

Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 8. Влияние водорода в пленках на их свойства 352

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Пригодский Д. М., Басов М. В. Исследование чувствительных элементов давления с повышенной прочностью 368

Присянюк В. В., Паршиков Б. Ю., Прудников Н. В., Суворов И. С. Миниатюрные резервные источники питания на основе энергетических конденсированных систем 377

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. 6

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.)
 Shchetinkin D. A. (site)

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

CONTENTS

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

Lyubimov A. V., Korovin G. V., Ivanov E. A. A Concept for Construction of Highly Efficient Energy Converters at the Junction of the Approaches of the Quasi-resonant Control and Application of Modern Ceramic Materials 328

Borysenkov I. L., Fedechev A. F., Leonovich G. I., Kupriyanov S. V., Krutov A. A., Zakharov V. N. A Mathematical Model of a Non-uniform Micromechanical Deformation of an Optical Fiber Segment with an Axial Symmetric Surface Stressing 336

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

Torgashin S. I., Papko A. A., Pautkin V. E., Tsyplin B. V. Technological Aspects of Formation of the Primary Measuring Transducers for the Micromechanical Accelerometers 344

Yurov V. M., Laurinas V. Ch., Guchenko S. A. Thickness of Surface Layer of Atomically Smooth Magnetic Nanostructures 350

Vasilyev V. Yu. Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystems Technologies. Part 8. Hydrogen Influence on Basic Film Properties 361

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Prigodskiy D. M., Basov M. V. Research of Pressure Sensitive Elements with Increased Strength 373

Prosyanyuk V. V., Parshikov B. Yu., Prudnikov N. V., Suvorov I. S. Miniature Reserve Power Supply Sources on the Basis of the Energy Condensed Systems 382

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

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ MODELLING AND DESIGNING OF MNST

УДК 621.311.6:621.382.3

DOI: 10.17587/nmst.21.323-330

А. В. Любимов¹, генеральный директор, e-mail: opteks2008@yandex.ru,
Г. В. Коровин², канд. воен. наук, директор программ, **Е. А. Иванов**¹, инженер,
e-mail: opteks2008@yandex.ru,

¹ Научно-производственное предприятие "Оптические и электронные комплексы и системы", Москва,

² Научно-исследовательский институт космических систем имени А. А. Максимова", г. Королев

КОНЦЕПЦИЯ ПОСТРОЕНИЯ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ЭНЕРГИИ НА СТЫКЕ ПОДХОДОВ КВАЗИРЕЗОНАНСНОГО УПРАВЛЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ СОВРЕМЕННЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Поступила в редакцию 30.01.2019

Предлагаемая концепция предполагает комбинированное использование планарного трансформатора, алюмонитридной керамики и особых квазирезонансных подходов в управлении транзисторами при изготовлении преобразователя энергии. Удельная пиковая мощность разработанного по данной концепции преобразователя энергии составила 7,75 кВт/дм³, что превосходит отечественные и зарубежные аналоги.

Ключевые слова: алюмонитридная керамика, квазирезонансная коммутация, транзисторы, цифровая система управления, планарный трансформатор

Миниатюризация при высокой надежности

Наиболее сложные при изготовлении преобразователи энергии связаны с военной и космической промышленностью, в которых значительное внимание уделяется высокой надежности при максимальной миниатюризации.

При разработке преобразователя энергии для питания фазовращателей и модуляторов в системе активной фазированной антенной решетки (АФАР) особые требования предъявляются к габаритным размерам при заданных номинальной и пиковой мощности преобразователя. Это связано с тем, что в радиолокационных станциях с АФАР преобразователи энергии монтируют в два ряда и они ограничены жесткими массогабаритными параметрами. Значительная пиковая удельная мощность при КПД существующих преобразователей около 80 % накладывает жесткие требования к конструкции и технологии создания преобразователя в части эффективного отвода теплоты. В частности, расчеты показывают, что использование в конструкции преобразователя энергии традиционных полимерных материалов (стеклотекстолит, полиимид, тефлон и т. п.), используемых в современной РЭА, не позволяет достичь требуемых мак-

симальных значений удельной мощности ввиду значительного перегрева изделия.

Эффективный отвод теплоты может быть реализован при использовании керамических коммутационных плат на основе DBC (Direct Bond Copper)-керамики; DBC-керамика — алюмооксидная или алюмонитридная керамика, плакированная толстой медной фольгой, которая позволяет монтировать коммутационную плату непосредственно на базовое металлическое основание, обеспечивая малое тепловое сопротивление перехода между платой и основанием. При этом теплопроводность керамики более чем на два порядка выше, чем у полимерных материалов, традиционно используемых для производства коммутационных плат: 24 Вт/(м·К) для алюмооксидной, 180...200 Вт/(м·К) для алюмонитридной керамики и 0,1...0,5 Вт/(м·К) для полимеров. При плотном контакте коммутационной платы с базовым металлическим основанием создаются условия для надежного отвода теплоты даже при высокой удельной мощности преобразователя энергии.

Кроме того, использование керамических материалов в конструкции коммутационных плат дает ряд дополнительных преимуществ, особенно важ-

ных при использовании аппаратуры в условиях космического пространства [1–6]:

- механическая стабильность и сохранение линейных размеров;
- хорошие электрические характеристики (в том числе в СВЧ диапазоне);
- высокая радиационная стойкость;
- стабильность эксплуатационных параметров в широком диапазоне изменения свойств окружающей среды (в частности, температуры и влажности).

Применение в конструкции РЭА керамических коммутационных плат хорошо сочетается с внедрением цифровых систем управления процессами преобразователей энергии. Перспективные методики построения преобразователей энергии [7, 8] на основе квазирезонансных подходов при коммутации транзисторов [9] позволяют дополнительно снизить теряемую в теплоту энергию в процессе работы источника питания.

Цифровая система управления позволяет дополнительно снизить массогабаритные параметры за счет применения меньшего числа компонентов, чем при использовании аналоговых подходов в управлении, и имеет следующие дополнительные преимущества:

- микроконтроллер позволяет выполнять корректировку рабочей точки в процессе работы преобразователя энергии;
- возможна реализация синхронного выпрямления во вторичной цепи параллельно с дополнительными функциями микроконтроллера;
- применение гальванической высокоскоростной развязки без использования оптопар, имеющих ограничения на применение в космосе.

Таким образом, использование DBC-керамики в конструкции преобразователей энергии и вторичных источников питания, а также систем управления, основанных на квазирезонансных подходах, позволяет значительно снизить массогабаритные показатели и соответственно увеличить при этом удельную мощность по сравнению с существующими аналогами.

Вариант преобразователя энергии, построенного по предлагаемой концепции

Предлагаемая концепция построения высокоэффективных преобразователей энергии будет рассмотрена на созданном в процессе исследований образце. В основе предлагаемой концепции лежат три составляющих, которые были применены при создании обозначенного образца:

- использование алюмонитридной (AlN) керамики в качестве теплоотводящей основы для силовой части преобразователя энергии;

- наличие цифровой системы управления, основанной на современном квазирезонансном подходе к коммутации силового транзистора;
- замена моточного трансформатора на полиимидный планарный трансформатор.

Конструкция образца представлена на рис. 1.

Силовой блок преобразователя энергии состоит из медного основания толщиной 0,5 мм и припаянной к нему алюмонитридной платы со смонтированными на ней компонентами, требующими отвода теплоты.

Алюмонитридный материал силовой платы выбран по итогам испытаний конструкции макетных образцов (рис. 2). В ходе испытаний на смонтированный резистор 2512 номиналом 100 Ом подавалось напряжение 10,1 В и проводилось измерение

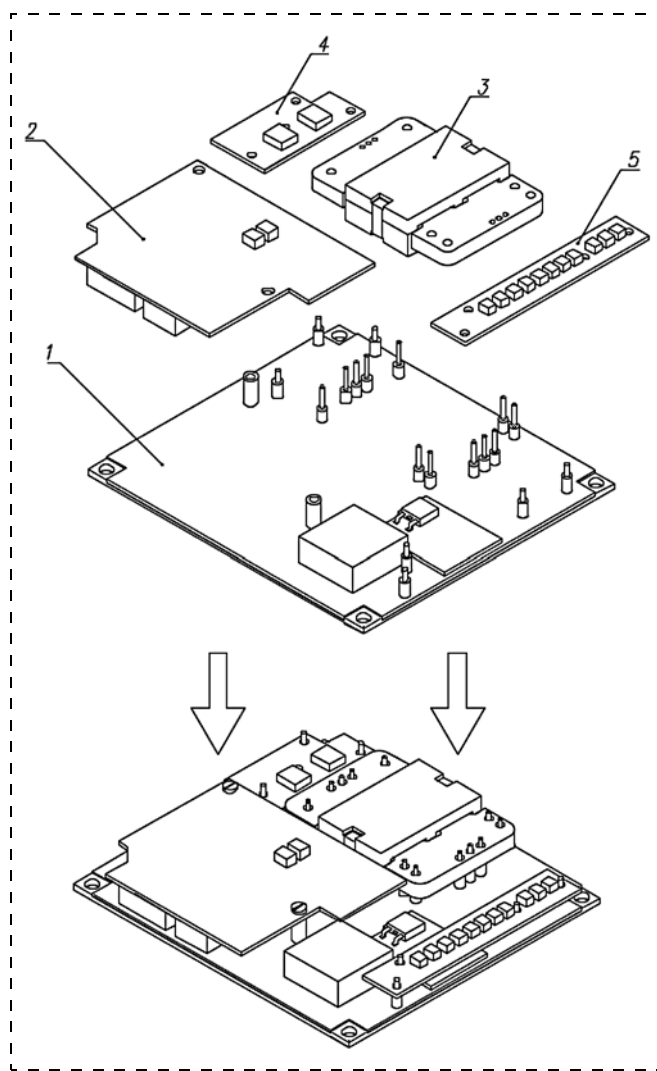


Рис. 1. Конструкция преобразователя энергии: 1 — силовой блок преобразователя энергии; 2 — блок цифрового управления; 3 — планарный трансформатор; 4 — входной фильтр; 5 — выходной фильтр

Fig. 1. Energy converter design: 1 — power unit of the of the energy converter; 2 — digital control unit; 3 — planar transformer; 4 — input filter; 5 — output filter

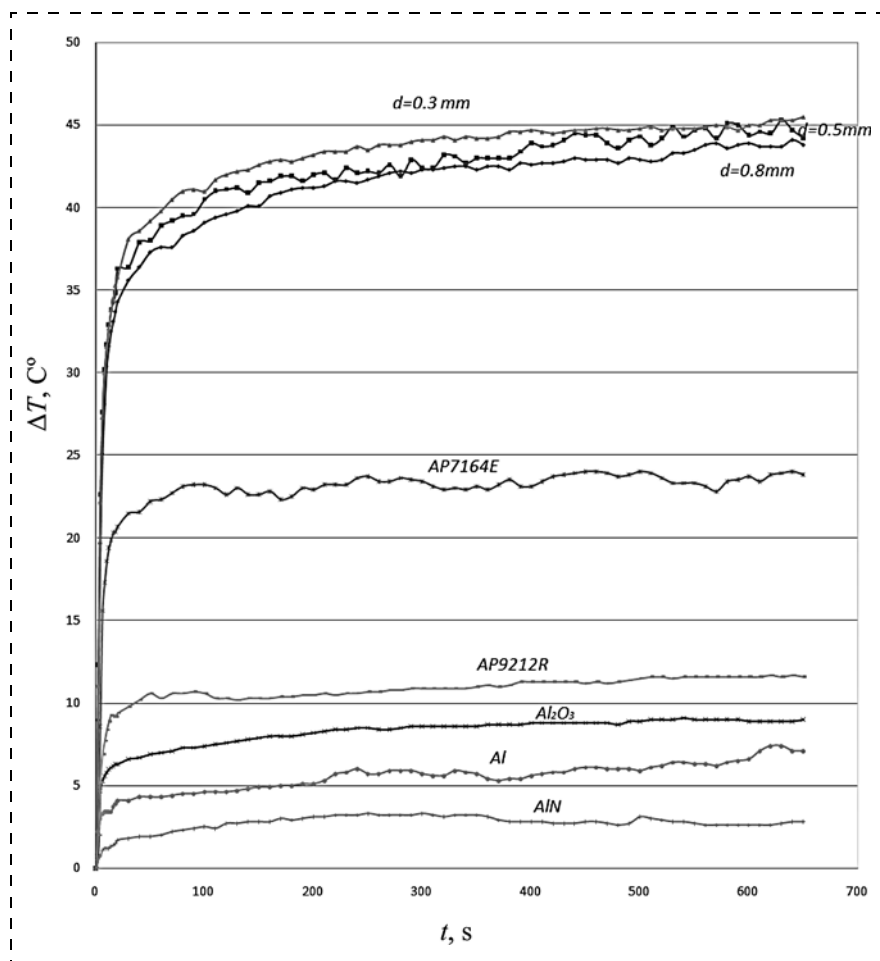


Рис. 2. Испытание образцов различных материалов на возможность отвода теплоты: где $d = 0,3...0,8$ мм стеклотекстолит *FR11* соответствующей толщины; *AP7164E* — марка полиимидной пленки; *AP9212R* — марка полиимидной пленки
*Fig. 2. Test of samples of various materials for heat removal: where $d = 0.3...0.8$ mm glass fiber laminate *FR11* of the corresponding thickness; *AP7164E* — brand of a polyimide film; *AP9212R* — brand of a polyimide film*

температуры его поверхности. Дельта температур в ходе исследований определялась по следующей формуле:

$$\Delta T = T_i - T_0,$$

где T_i — температура поверхности резистора в фиксируемый момент времени; T_0 — температура поверхности резистора в начальный момент эксперимента.

Керамическая плата рассматриваемого преобразователя энергии выполнена на основе DBC-керамики (рис. 3), при толщине диэлектрического слоя 130 мкм, имеющей толщину фольги 380 мкм. Важной особенностью стало создание переходных отверстий в керамике по типу колодца с дополнительными операциями гальванического зарощивания этих отверстий медью с предварительной уникальной обработкой после лазерного удаления AlN. Такая особенность вызвана трудностью обработки керамики механическими способами, в частности сверлением, вследствие ее хрупкости.

Альтернативная технология создания переходных металлизированных отверстий позволила осуществить создание топологического рисунка меди на обоих слоях керамической подложки. Двусторонняя трассировка позволила сократить площадь преобразователя энергии, определяемую размером керамической платы, с 7650 до 6957 мм².

Значительная толщина медной фольги силовой платы при ширине проводников, равной 2 мм, позволяет преобразователю энергии выдавать в нагрузку в импульсном режиме тока до 25 А при 28 В.

Цифровой блок управления не нуждается в значительном отводе теплоты и может быть выполнен на стеклотекстолитовой основе толщиной 0,5 мм с фольгой 18 мкм. Особенность данного блока заключается в квазирезонансном подходе к управлению силовым транзистором [9]. Блок выполняет постоянную оцифровку формы преобразуемой в силовой цепи энергии (рис. 4) с помощью АЦП.

В массиве оцифрованных значений микроконтроллер вычисляет значения, соответствующие "ложбинам", представленным на рис. 4. Ложбины соответствуют моментам времени, в которые коммутация транзистора будет сопровождаться

минимальным значением потерь энергии. В отличие от существующих аналогов [10—14] микроконтроллер не останавливается на фиксировании положения только первой ложбины. Определение положения нескольких последующих ложбин позволяет создать гибкую последовательность импульсов управления затвором силового транзистора.

Последовательность состоит из чередования импульсов различной длины с различными временными промежутками для обеспечения передачи требуемого уровня энергии (рис. 5).

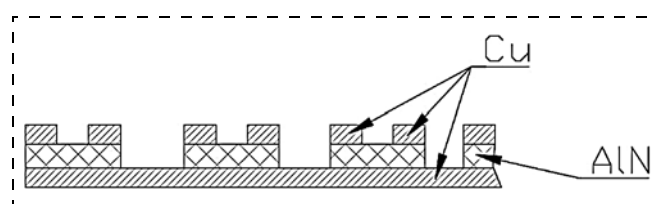


Рис. 3. Конструкция керамической платы
Fig. 3. Design of the ceramic board

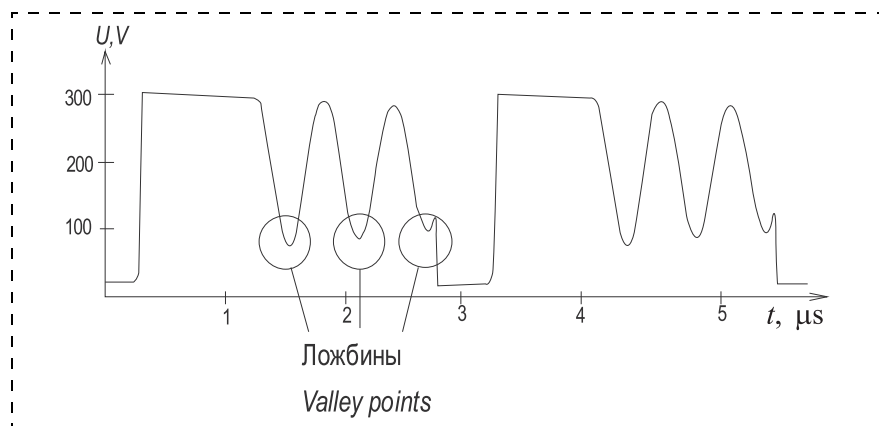


Рис. 4. Форма преобразуемого в силовой цепи напряжения
Fig. 4. Form of voltage transformed in the power circuit

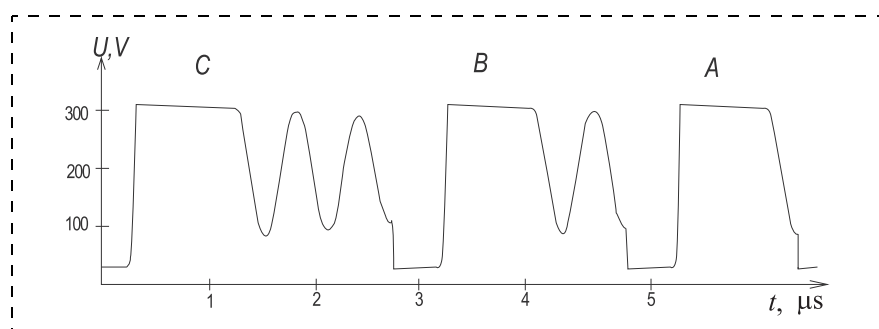


Рис. 5. Фрагмент формы преобразуемого в силовой цепи напряжения в ходе действия последовательности коротких A, средних B и длинных C импульсов
Fig. 5. A fragment of the form of voltage transformed in the power circuit during action of a sequence of short A, average B and long C pulses

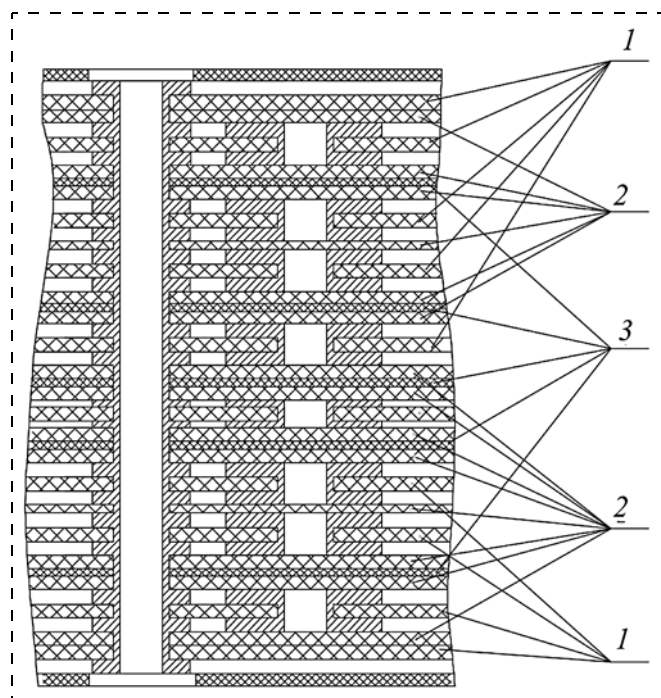


Рис. 6. Конструкция разработанного планарного трансформатора:
 1 — фольгированный полиимид AP9212R; 2 — препрег IS420 2116; 3 — пленка полиимидная 12 мкм
Fig. 6. Design of the developed planar transformer: 1 — foil-coated polyimide AP9212R; 2 — prepreg IS420 2116; 3 — polyimide film of 12 μm

Регулирование выходной мощности преобразователя энергии осуществляется по принципу частотно-импульсного регулирования изменением временных промежутков между импульсами, так как требуется сохранять форму импульсов для обеспечения мягкой коммутации транзистора.

Планарный трансформатор в конструкции преобразователя энергии позволяет минимизировать массогабаритные параметры источника питания. Разработанный для преобразователя энергии образец планарного трансформатора имеет размеры $32 \times 45 \times 9$ мм и массу 36,3 г. Альтернативный моточный трансформатор тороидальной формы имеет массу 65,2 г при внешнем диаметре 35 мм и высоте 12 мм. Таким образом, планарный трансформатор имеет несколько больший объем, но на 3 мм меньшую высоту и на 44,5 % меньшую массу.

Кроме того, конструкция разработанного планарного трансформатора (рис. 6) имеет ряд особенностей.

1. Для фольгированного полиимида слоев первичной и вторичной обмотки выполнены дополнительные операции гальванического наращивания меди для снижения омического сопротивления токоведущих дорожек трансформатора и для обеспечения требуемого уровня тока во вторичной цепи.

2. Введены слои полиимидной пленки между чередующимися слоями первичной и вторичной обмоток для обеспечения защиты от пробоя по напряжению.

Дальнейшее уменьшение высоты преобразователя возможно интегрированием трансформатора в одну из печатных плат способом, предлагаемым авторами патента [15], но требует значительного изменения конструкции.

Заключение

На основе концепции применения современных ДВС-материалов и квазирезонансных подходов в управлении процессом преобразования энергии разработан источник питания, обладающий характеристиками, представленными в таблице, и проведено его сравнение с передовыми отечественными и зарубежными аналогами.

Общие характеристики преобразователя энергии
General characteristics of the energy converter

Характеристика <i>Characteristics</i>	Изготовленный образец <i>Manufactured sample</i>	МДМ240-П "Александр Электрик", Россия <i>MDM240-P Alexander Elektrik, Russia</i>	CN200A "TDK Labda", Япония <i>CN200A TDK Labda, Japan</i>
Выходное напряжение, В <i>Output voltage, V</i>	28	28	24
Номинальная мощность, Вт <i>Rated power, W</i>	250	240	200
Удельная мощность, кВт/дм³ <i>Specific power, kW/dm³</i>	3,26	1,81	2,86
Пиковая мощность, Вт <i>Peak power, W</i>	650	—	—
Пиковая удельная мощность, кВт/дм³ <i>Peak specific power, kW/dm³</i>	8,46	—	—
Высота преобразователя, мм <i>Height of the converter, mm</i>	11	13	12,7
Объем преобразователя, дм ³ <i>Volume of the converter, dm³</i>	0,075	0,133	0,07
КПД при номинальной нагрузке, % <i>Coefficient of efficiency at a rated load, %</i>	88,6	87	88
Частота преобразования, кГц <i>Frequency of transformation, kHz</i>	500	100	150
Масса, г <i>Weight, g</i>	103	115	100

Исходя из таблицы, можно сделать вывод о целесообразности и перспективности разработки преобразователей энергии на основе предлагаемой концепции. Значение удельной мощности разработанного преобразователя, составляющее 3,26 кВт/дм³, превосходит современные отечественные и зарубежные аналоги. При работе на импульсную нагрузку преобразователь энергии имеет пиковую удельную мощность 8,46 кВт/дм³ при выходной мощности 650 Вт.

Благодаря керамическим материалам и квазирезонансному управлению преобразователь энергии не нуждается в дополнительном радиаторе для отвода теплоты. Медное основание играет роль фиксирующего элемента и может быть заменено на более легкую алюминиевую подложку с монтажными отверстиями для крепления преобразователя энергии.

Список литературы

1. **Лейтс И. Л.** Перспективы развития техники печатных плат и микросборок. "Что было — что будет" // Технологии в электронной промышленности. 2011. № 7. С. 40—42.
2. **Нака К.** LFC-технология производства керамических подложек для автомобильной промышленности // Компоненты и технологии. 2007. № 5. С. 170—172.
3. **Глубоков А. А., Бондарь Д. Б., Шелковников Б. Н.** Широкополосные трансформаторы для интегральных схем в технологии LTCC // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. 2006. № 3. С. 26—31.
4. **Чигиринский С.** Особенности и преимущества производства многослойных структур на основе керамики (LTCC, HTCC, MLCC) // Компоненты и технологии. 2009. № 11. С. 130—131.

5. **Егоров Г., Капкин С., Стельмахович Л., Трофименков В., Хрипко В.** Многослойные керамические микросхемы. Низкотемпературная совместно обжигаемая керамика // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2006. № 3. С. 60—65.

6. **Жданкин В.** Радиационно-стойкие гибридно-пленочные DC/DC-преобразователи — стандартные компоненты систем электропитания КА // Аппаратные средства. 2012. № 1. С. 26—41.

7. **Иванов Е. А.** Методика уменьшения значения коммутируемого напряжения в силовых ключах обратных источников питания // Нано- и микросистемная техника. 2017. Т. 19, № 11. С. 694—698.

8. **Kurnia A.** Loss mechanisms in IGBT's under zero voltage switching // IEEE APEC 92 proceedings. P. 1011—1017.

9. **Иванов Е. А., Якунин А. Н.** Алгоритм коммутации силовых ключей обратных источников питания в квазирезонансном режиме с низкими энергетическими потерями // Материалы научно-практической конференции "Актуальные проблемы информатизации в науке и образовании — 2018". 2018. С. 48—54.

10. **Антонов А. А., Карпович М. С., Пичугин И. В., Васильев В. Ю.** Разработка и верификация интегральной микросхемы драйвера "мягкой" коммутации силовых ключей для мощных источников электропитания // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 9. С. 57—64.

11. **McMurray W.** Optimum snubbers for power semiconductors // IEEE IAS transactions. Vol. I, N. 5. Sept./Oct. 1972. P. 593—600.

12. **McMurray W.** Selection of snubbers and clamps to optimize the design of transistor switching converters // IEEE IAS transactions. July/August 1980. Vol. I, N. 4. P. 513—523.

13. **Johansen J. K.** Characterization of high power IGBT's with sinewave current // IEEE transactions on industry applications. September/October 1994. Vol. 30, N. 5. P. 1142—1147.

14. **Zhang Yi., Sobhani S., Chokhawala R.** Snubber considerations for IGBT applications, international rectifier designer's manual // IGBT-3. TPAP-5. 1995. P. 135—144.

15. **Любимов А. В., Иванов Е. А., Коровин Г. В.** Планарный трансформатор. Патент № 176671 РФ от 25.01.2018.

A. V. Lyubimov¹, General Manager, e-mail: opteks2008@yandex.ru, **G. V. Korovin**², Program Director, **E. A. Ivanov**¹, Engineer, e-mail: opteks2008@yandex.ru,

¹ Scientific and Production Enterprise "Optical and Electronic Complexes and Systems", Moscow,

² "Research Institute of Space Systems named after A. A. Maximov", Korolyov

Corresponding author:

Ivanov Evgeniy A., Engineer, e-mail: opteks2008@yandex.ru. Scientific and Production Enterprise "Optical and Electronic Complexes and Systems", Moscow

A Concept for Construction of Highly Efficient Energy Converters at the Junction of the Approaches of the Quasi-resonant Control and Application of Modern Ceramic Materials

Received on January 30, 2019

Accepted on February 26, 2019

Reduction of the weight and size parameters and increase of the level of reliability of the developed energy converters are important tasks for all industries, but they are monitored most attentively in the energy converters for the space applications.

The proposed concept is based on the use of a combination of the following components:

— *Use of the aluminum nitride ceramics as a heat sink for the power section of an energy converter. The material of aluminum nitride ceramics has the thermal conductivity of 180...200 W/(m · K), which eliminates the need for additional cooling systems in the power transistors, current resistors, transformers and other components, which require heat removal.*

— *Introduction of a digital control system based on modern quasi-resonant approaches for control of the energy conversion process, which allows us to reduce even further the amount of the energy losses during switching of the power transistors to insignificantly small values.*

— *Use of a polyimide planar transformer makes it possible to reduce the height of the energy converter with a peak power of 650W down to 11 mm in the considered structure.*

The specific peak power of the energy converter developed in accordance with this concept is 7.75 kW/(dm)³ which is better than that of the domestic and foreign analogues.

Keywords: *aluminum nitride, ceramic, quasi-resonant switching, transistors, digital control system, planar transformer*

For citation:

Lyubimov A. V., Korovin G. V., Ivanov E. A. A Concept for Construction of Highly Efficient Energy Converters at the Junction of the Approaches of the Quasi-resonant Control and Application of Modern Ceramic Materials, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 323–330.

DOI: 10.17587/nmst.21.323-330

Miniaturization in combination with a high reliability

The most complex for manufacturing energy converters are connected with the defense and space industries, in which a considerable attention is devoted to high reliability at a maximal miniaturization.

In development of the energy converters for the power supply of the phase shifters and modulators in the system of the active phased array (APA) there are special requirements to the overall dimensions at the set rated and peak powers of the converters. This is due to the fact that in the APA radars the energy converters are mounted in two rows and their mass-dimensional parameters are rigidly limited. A considerable peak specific power at the coefficient of efficiency of the existing converters of about 80 % imposes strict limitations on the design and technology of development of the converters concerning the effective heat removal. In particular, calculations show that application in the converter energy designs of the traditional polymeric materials (glass-fiber plastic, polyimide, teflon, etc.), used

in modern radioelectronic equipment, does not allow us to reach the required maximal values of the specific power in view of a considerable overheat of a product.

An effective heat removal can be achieved due to the use of DBC (Direct Bond Copper) ceramic switching boards; DBC ceramics is the aluminum oxide or the aluminum nitride ceramics plated with a thick copper foil, which allows us to install a switching board directly on the metal basis, ensuring a small thermal resistance of the transition between the board and the basis. At the same time, the heat conductivity of the ceramics is by two orders higher than that of the polymeric materials, which are traditionally used for production of the switching boards: 24 W/(m · K) for the aluminum oxide, 180...200 W/(m · K) for the aluminum nitride ceramics and 0.1...0.5 W/(m · K) for the polymers. A dense contact of the switching board with the metal basis creates conditions for a reliable removal of heat even at a high specific power of the energy converter.

Besides, the use of the ceramic materials in the design of the switching boards gives a number of addi-

tional benefits, especially important for the equipment operating in the space conditions [1–6]:

- Mechanical stability and preservation of the linear sizes;
- Good electric characteristics (including in the microwave range);
- High radiation resistance;
- Stability of the operational parameters in a wide range of variation of properties of the environment (temperature and humidity, in particular).

Application in the electronic equipment designs of the ceramic switching boards agrees well with introduction of the digital control systems for the processes of the energy converters. Promising techniques for development of the energy converters [7, 8] on the basis of the quasi-resonant approaches for switching of transistors [9] allow us to reduce even more the energy loss due to heating during operation of a power supply.

A digital control system allows us to reduce even more the mass-dimensional parameters due to application of a smaller number of components, than for the analog control approaches, and it has the following additional benefits:

- A microcontroller allows us to carry out correction of a working point in the course of operation of an energy converter;
- A realization is possible of a synchronous straightening in the secondary circuit, in parallel with the additional functions of the microcontroller;
- Application of a galvanic high-speed decoupling without the use of the optocouplers, which in space is limited.

Thus, the use of DBC ceramics in the designs of the energy converters and secondary power supplies, and also the control systems based on the quasi-resonant approaches, allows us to lower considerably the mass-dimensional indicators and at the same time to increase respectively the specific power in comparison with the existing analogs.

Version of an energy converter based on the proposed concept

The proposed concept for development of highly effective energy converters will be considered on the basis of a sample created in the course of the research works. At the heart of the concept there are three components, which were applied during creation of the above sample:

- Use of the aluminum nitride (AlN) ceramics as the heat-removing basis for the power part of the energy converter;
- Availability of a digital control system based on a modern quasi-resonant approach to switching of the power transistor;

– Replacement of a coiler transformer with a polyimide planar transformer.

The design of the sample is presented in fig. 1.

The power unit of the energy converter consists of a 0.5 mm-thick copper basis and aluminum nitride board soldered to it with the components mounted on it and demanding heat removal.

The aluminum nitride material of the power board was selected as a result of the tests of the design model samples (fig. 2). During the tests voltage of 10.1 V was supplied to the mounted 2512 resistor with nominal of 100 Ω , and measurement of the temperature of its surface was taken. The delta of the temperatures during the research was determined by the following formula:

$$\Delta T = T_i - T_0,$$

where T_i – temperature of the surface of the resistor in a fixed timepoint; T_0 – temperature of the surface of the resistor at the initial moment of the experiment.

The ceramic board of the considered energy converter was made on the basis of DBC ceramics (fig. 3) with the thickness of the dielectric layer of 130 μm and of the foil of 380 μm . An important feature was creation of the transitional openings in the ceramics of a well type with the additional operations of the galvanic growing over of these openings with copper and preliminary unique processing after the laser removal of AlN. Such a feature is caused by the problems with processing of the ceramics by the mechanical methods, drilling, in particular, owing to its fragility.

An alternative technology for creation of the transitional metallized openings allowed us to carry out a topological drawing of copper on both layers of a ceramic substrate. A bilateral trace made it possible to reduce the energy of the converter area, determined by the size of the ceramic board, from 7650 mm^2 down to 6957 mm^2 .

A considerable thickness of the copper foil of the power board with the width of the conductors of 2 mm allows the energy converter to ensure in the pulse mode a load of the currents up to 25 A at 28 V.

The digital control unit does not need a considerable heat removal and can be made on a 0.5 mm-thick glass fiber laminate basis with a foil of 18 μm . A specific feature of this unit a quasi-resonant approach to control of the power transistor [9]. The unit carries out continuous digitization of the form of the energy (fig. 4) transformed in the power circuit by means of ADC.

In the array of the digitized values the microcontroller calculates the values corresponding to the "hollows" presented in fig. 4. The hollows correspond to the timepoints, in which switching of the transistor will be accompanied by the minimal losses of energy. Unlike the existing analogs [10–14], the microcontroller does not stop on fixation of only the first hollow. Definition

of the positions of several subsequent hollows allows us to create a flexible sequence of pulses for control of the gate of the power transistor.

The sequence consists of an alternation of the pulses of various lengths with various temporary intervals for ensuring of the transfer of the required level of energy (fig. 5).

Regulation of the output power of the energy converter is carried out by the principle of pulse-frequency regulation, by a variation of the temporary intervals between the pulses, because it is necessary to preserve the form of pulses for ensuring soft switching of the transistor.

The planar transformer in the design of the energy converter allows us to minimize the mass-dimensional parameters of the power supply. The sample of the planar transformer, developed for the energy converter, has dimensions of $32 \times 45 \times 9$ mm and weight of 36.3 g. The alternative coil transformer of a toroidal form has the weight of 65.2 g at the external diameter of 35 mm and height of 12 mm. Thus, the planar transformer has a slightly bigger volume, but a 3-mm smaller height and 44.5 % smaller weight.

Besides, the design of the developed planar transformer (fig. 6) has a number of specific features.

1. For the foil-coated polyimide layers of the primary and secondary windings, additional operations of the galvanic growing of copper were implemented for decreasing of the ohmic resistance of the current-carrying paths of the transformer and for ensuring of the required current level in the secondary circuit.

2. Layers of a polyimide film between the alternating layers of the primary and secondary windings were introduced for ensuring protection against a voltage breakdown.

The further reduction of the height of the converter is possible due to integration of the transformer into one of the printed circuit boards by the method proposed by the authors of the patent [15], but this demands a considerable alteration of the design.

Conclusion

On the basis of the concept for application of modern DBC materials and the quasi-resonant approaches for control of the energy transformation process, a power supply was developed, the characteristics of which and its comparison with the advanced domestic and foreign analogs are presented in the table.

Proceeding from the table, it is possible to draw a conclusion concerning the expediency and prospects of development of the energy converters on the basis of the proposed concept. The value of the specific power of the developed converter, equal to 3.26 kW/dm^3 , surpasses that of the modern domestic and foreign analogs. During the work on the pulse loading the energy con-

verter has the peak specific power of 8.46 kW/dm^3 at the output power of 650 W.

Due to the ceramic materials and quasi-resonant control the energy converter does not need an additional radiator for heat removal. The copper basis plays the role of the fixing element and can be replaced with a lighter aluminum substrate with the assembly openings for fastening of the energy converter.

References

1. **Lejts I. L.** Perspektivy razvitiya tekhniki pechatnykh plat i mikrosborok. "Chto bylo — chto budet", *Tekhnologii v ehlektronnoy promyshlennosti*, 2011, no. 7, pp. 40—42 (in Russian).
2. **Haka K.** LFC-technology for the production of ceramic substrates for the automotive industry, *Components and technologies*, 2007, no. 5, pp. 170—172.
3. **Glubokov A. A., Bondar' D. B., Shelkovnikov B. N.** Shirokopolosnye transformatory dlya integral'nykh skhem v tekhnologii LTCC, *Tekhnologiya i konstruirovaniye v ehlektronnoy apparature*, 2006, no. 3, pp. 26—31 (in Russian).
4. **Chigirinskij S.** Osobennosti i preimushchestva proizvodstva mnogoslojnykh struktur na osnove keramiki (LTCC, HTCC, MLCC), *Komponenty i tekhnologii*, 2009, no. 11, pp. 130—131 (in Russian).
5. **Egorov G., Kapkin S., Stel'mahovich L., Trofimenkov V., Hripko V.** Mnogoslojnye keramicheskie mikroskhemyy. Nizkotemperaturnaya sovместno obzhigaemaya keramika, *Ehlektronika: Nauka, Tekhnologiya, Biznes*, 2006, no. 3, pp. 60—65 (in Russian).
6. **Zhdankin V.** Radiacionno-stojkie gibridno-plenochnye DC/DC-preobrazovateli — standartnye komponenty sistem ehlektropitaniya KA, *Apparatnyye sredstva*, 2012, no. 1, pp. 26—41 (in Russian).
7. **Ivanov E. A.** Metodika umen'sheniya znacheniya kommutiruемого napryazheniya v silovykh klyuchakh obratnohodovykh istochnikov pitaniya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 11, pp. 694—698 (in Russian).
8. **Kurnia A.** Loss mechanisms in IGBT's under zero voltage switching, *IEEE APEC 92 proceedings*, 1992, pp. 1011—1017.
9. **Ivanov E. A., Yakunin A. N.** Algoritm kommutatsii silovykh klyuchey obratnohodovykh istochnikov pitaniya v kvazirezonsan-snom rezhime s nizkimi ehnergeticheskimi poteryami, *Materialy nauchno-prakticheskoy konferentsii "Aktual'nye problemy informatizatsii v nauke i obrazovanii — 2018"*, 2018, pp. 48—54 (in Russian).
10. **Antonov A. A., Karpovich M. S., Pichugin I. V., Vasil'ev V. Yu.** Razrabotka i verifikatsiya integral'noy mikroskhemyy drajvera "myagkoj" kommutatsii silovykh klyuchey dlya moshchnykh istochnikov ehlektropitaniya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2015, no. 9, pp. 57—64 (in Russian).
11. **McMurray W.** Optimum snubbers for power semiconductors, *IEEE IAS transactions*, Sept./Oct. 1972, vol. I, no. 5, pp. 593—600.
12. **McMurray W.** Selection of snubbers and clamps to optimize the design of transistor switching converters, *IEEE IAS transactions*, July/August 1980, vol. I, no. 4, pp. 513—523.
13. **Johansen J. K.** Characterization of high power IGBT's with sinewave current, *IEEE transactions on industry applications*, September/October, 1994, vol. 30, no. 5, pp. 1142—1147.
14. **Zhang Yi., Sobhani S., Chokhawala R.** Snubber considerations for IGBT applications, international rectifier designer's manual, *IGBT-3. TPAP-5*, 1995, pp. 135—144.
15. **Ivanov E. A., Lyubimov A. V., Korovin G. V., Korolyov A. N.** Ploskij transformator. Patent № 176671, published 25.01.2018.

И. Л. Борисенков¹, канд. техн. наук, председатель секции, e-mail: borisenkov46@yandex.ru,
А. Ф. Федечев², канд. физ.-мат. наук, доц., e-mail: fedechev2010@yandex.ru,
Г. И. Леонович¹, д-р техн. наук, начальник отделения, e-mail: leogi1@mail.ru,
С. В. Куприянов¹, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., e-mail: svk321@yandex.ru,
А. А. Крутов², канд. физ.-мат. наук, доц., e-mail: aakrutov@rambler.ru,
В. Н. Захаров², аспирант, e-mail: ZaharoffV@inbox.ru,

¹ Секция прикладных проблем при Президиуме Российской академии наук, Москва,

² Самарский национальный исследовательский университет

МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ НЕРАВНОМЕРНОЙ МИКРОМЕХАНИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ УЧАСТКА ОПТИЧЕСКОГО ВОЛОКНА ПРИ ОСЕСИММЕТРИЧНОМ ПОВЕРХНОСТНОМ НАГРУЖЕНИИ

Поступила в редакцию 22.02.2019

Предложена математическая модель деформации участка оптоволокна, на основе которой строятся различные типы волоконно-оптических датчиков и устройств. Большое прикладное значение модели обусловлено аналитическим описанием компонент вектора микроперемещений внутренних точек с неоднородным распределением деформации по сечению и длине участка оптоволокна при осесимметричном поверхностном нагружении.

Ключевые слова: волоконно-оптические датчики и устройства, осесимметричное поверхностное напряжение, математическая модель неравномерной деформации

Введение

Известно, что развитие волоконно-оптических технологий во многом обусловлено ростом требований к потребительским качествам созданных на их основе датчиков и устройств различных типов. К числу наиболее актуальных потребительских показателей относятся малые потери энергии и незначительные искажения формы оптического сигнала, компактность, высокая устойчивость к эксплуатационным факторам и электромагнитным помехам, возможность формирования эффективных сетевых структур со сложной топологией и др. [1–4].

В последние годы особое внимание уделяется разработке волоконно-оптических датчиков и устройств (ВОДУ), преобразующих деформирующие воздействия на оптическое волокно (ОВ) в изменение параметров оптического сигнала. В таких устройствах и соответствующих математических моделях в различной степени учитываются особенности строения и сопряжения сенсорного (управляемого) участка волокна с измеряемым (управляющим) объектом или средой, свойства применяемых материалов, воздействие внешних дестабилизирующих факторов и др. [5]. Так, в статье [6] рассматривается влияние адгезивного слоя, соединяющего сенсорный участок оптоволокна, содержащий внутриволоконную брэгговскую решетку (ВБР), с деформируемым телом, на точность измерения деформации. Работа [7] посвящена анализу передачи деформации от исследуемого объекта оптоволо-

конному датчику, отличительной особенностью которого является наличие внешнего и внутреннего покрытий и иное расположение адгезивного слоя. Внутреннее покрытие и само оптоволокно состоят из диоксида кремния и имеют одинаковые механические, но различные оптические свойства, а внешняя нагрузка прикладывается только к поверхности исследуемого объекта. При решении задачи о передаче напряжения от этой поверхности к оптоволокну используются предположения о линейной упругости и изотропности материалов, об одинаковости механических свойств оптоволокна и покрытия, об отсутствии проскальзывания между оптоволокомом и исследуемой поверхностью, а также об отсутствии радиальных смещений в оптоволокну. В работе [7] также показано, что малый модуль Юнга органических веществ, используемых в качестве адгезивного слоя, является основной причиной погрешности при измерении деформации датчиками такого типа. Кроме того, рассматривается вопрос замены органического адгезивного слоя на вещество, имеющее более выраженные металлические свойства. В тех же предположениях, что в работе [7], в статье [8] описывается влияние различных параметров на коэффициент передачи деформации от исследуемого объекта к оптоволокну и определение параметров, влияние которых наиболее существенно. В работе [9] предполагается идеальное соединение оптоволокна и поверхности материала, а также отсутствие деформации сдвига в оптоволокну, а затем приводится теоретический расчет коэффициента передачи на-

пряжения от деформируемой поверхности к оптоволокну. Работа [10] посвящена построению и исследованию математической модели датчика напряжений на основе ВБР с гауссовым профилем. Все перечисленные исследования содержат, фактически, полуэмпирические расчеты определенных параметров и режимов работы оптоволоконных датчиков деформации, а работа [10] является чисто теоретическим расчетом отдельно взятого аспекта функционирования датчика подобного типа.

Главным недостатком работ [6–10] и других работ, посвященных созданию ВОДУ, является отсутствие последовательной математической модели деформации участка ОВ. Отсутствие такого типа математической модели не дает возможности при проектировании и модификации ВОДУ учитывать ряд важных оптических эффектов. Например, для датчиков, построенных на ВБР, ни одна из приведенных в публикациях моделей не рассматривает возможности нарушения эквидистантности и искажения формы штрихов ВБР при деформирующих воздействиях на сенсорный участок ОВ.

В данной работе авторы предлагают новую формулировку последовательной математической модели, которая существенно полнее и точнее описывает деформацию оптоволокну при приложении к нему поверхностных напряжений. Модель основана на фундаментальных уравнениях механики сплошных сред, описывает сложные деформации, возникающие внутри ОВ, и позволяет впоследствии уточнить оптические характеристики ВОДУ посредством детального механического анализа деформаций активизируемого участка ОВ под действием приложенных к нему поверхностных сил. В описываемом ниже случае нагружений с осевой симметрией модель допускает аналитическое решение, которое может быть использовано как в практических расчетах, так и в качестве нулевого приближения при применении теории возмущений.

Настоящая статья является первой из запланированного цикла публикаций по разработке и исследованию ВОДУ, основанных на последовательной математической модели деформации участка оптоволокну, при воздействии различных видов поверхностного нагружения.

Формулировка и решение краевой задачи для моделирования деформации нагруженного участка оптоволокну

При формулировке предложенной математической модели предполагается, что механические характеристики сердцевинки одномодового ОВ и его оболочки с большой степенью точности можно считать одинаковыми по всей длине участка ОВ. Далее на прямолинейном отрезке ОВ выделяем симметричный относительно середины участок

длиной $L = 2l$, к которому приложены внешние поверхностные напряжения. Длина участка L обычно составляет 3...40 мм и является малой по сравнению с длиной рассматриваемого прямолинейного отрезка ОВ. Поэтому при постановке задачи отрезок с участком длиной L можно моделировать бесконечным однородным цилиндром круглого сечения. Ось z направлена вдоль оси цилиндра, и в дальнейшем используется цилиндрическая система координат: $\mathbf{r} = (r, \varphi, z)$. Пусть к выделенному участку ОВ $-l < z < l$ приложено нормальное напряжение, описываемое в цилиндрической системе координат компонентами тензора $\sigma_{rr}, \sigma_{\varphi\varphi}, \sigma_{zz}$, и касательное напряжение, описываемое компонентами тензора $\tau_{r\varphi}, \tau_{rz}, \tau_{z\varphi}$, которые имеют осевую симметрию. Действие этих компонент в цилиндрических координатах схематично изображено на рис. 1.

Рассмотрим краевую задачу о равновесии бесконечного цилиндра радиуса R , нагруженного по боковой поверхности участка ОВ. Пусть нормальное осевое сечение цилиндра занимает область $-\infty < z < \infty, 0 < r < R$, как показано на рис. 2.

Опишем отклонение точек среды оптоволокну от их положения в ненагруженном состоянии вектором перемещения, который имеет продольную $w(r, z)$ и поперечную $u(r, z)$ компоненты. Компонента $w(r, z)$ описывает перемещение точки с координатами (r, z) вдоль оси z , компонента $u(r, z)$ — перемещение вдоль радиуса r поперечного сечения.

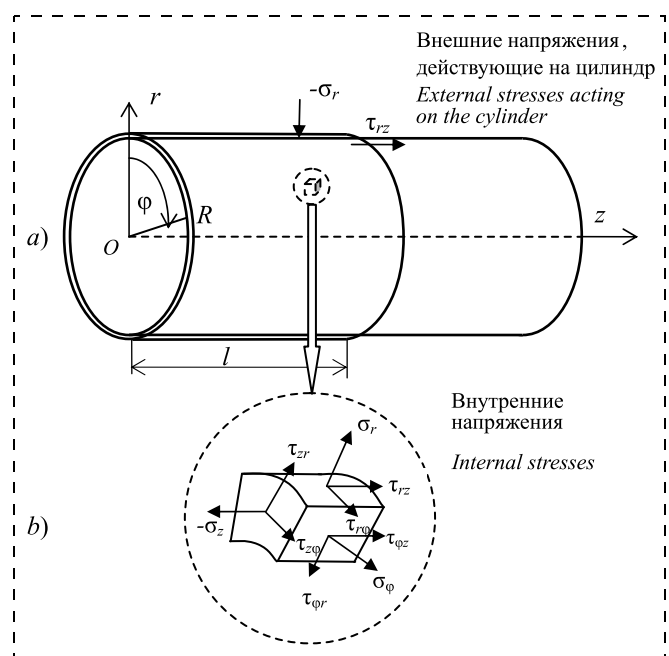


Рис. 1. Схема приложенных к участку ОВ поверхностных напряжений (а) и действие компонент тензора напряжений на элементарный объем в цилиндрической системе координат (б)

Fig. 1. Scheme of the surface stresses applied to the OF segment (a) and action the components of the tensor stresses on the elementary volume in the cylindrical system of coordinates (b)

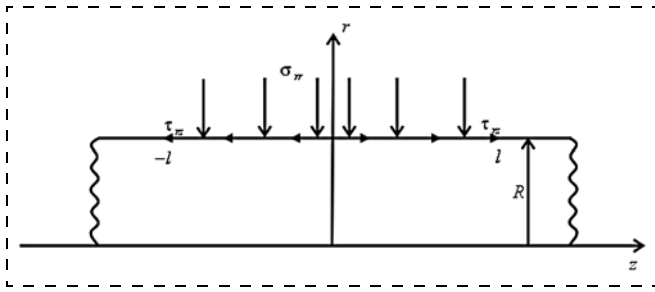


Рис. 2. Схема приложения напряжений к участку L ОВ для получения равенств (5) и (11)

Fig. 2. Scheme of application of stresses to the OF segment L for obtaining of equalities (5) and (11)

В силу осевой симметрии распределения напряжений компоненты вектора перемещений в цилиндрических координатах не будут зависеть от угла φ .

Компоненты тензора относительных деформаций внутренних точек цилиндра ε_{rr} , $\varepsilon_{\varphi\varphi}$, ε_{zz} , $\varepsilon_{z\varphi}$, $\varepsilon_{r\varphi}$, ε_{rz} для этого случая связаны с компонентами вектора смещений следующими соотношениями:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{rr} &= \frac{\partial u}{\partial r}, & \varepsilon_{\varphi\varphi} &= \frac{u}{r}, & \varepsilon_{zz} &= \frac{\partial w}{\partial z}, & \varepsilon_{z\varphi} &= 0, & \varepsilon_{r\varphi} &= 0, \\ \varepsilon_{rz} &= \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} \right). \end{aligned} \quad (1)$$

Запишем закон Гука в терминах компонент тензоров напряжения и относительной деформации [11]:

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= 2\mu\varepsilon_{rr} + \lambda e; & \sigma_{\varphi\varphi} &= 2\mu\varepsilon_{\varphi\varphi} + \lambda e; & \sigma_{zz} &= 2\mu\varepsilon_{zz} + \lambda e; \\ \tau_{rz} &= 2\mu\varepsilon_{rz}; & \tau_{r\varphi} &= 0; & \tau_{z\varphi} &= 0; & e &= \varepsilon_{rr} + \varepsilon_{\varphi\varphi} + \varepsilon_{zz}, \end{aligned} \quad (2)$$

где λ , μ — коэффициенты Ламе; e — коэффициент объемного сжатия.

Коэффициенты λ , μ связаны с модулем Юнга и коэффициентом Пуассона материала цилиндра следующими соотношениями:

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}, \quad \lambda = \frac{2\nu}{(1-2\nu)}\mu, \quad (3)$$

где E — модуль Юнга материала цилиндра; ν — коэффициент Пуассона, который определяет продольную деформацию материала при его поперечном сжатии.

Условия равновесия цилиндра при приложении к нему напряжений в соответствии с рис. 2 имеют вид

$$\begin{aligned} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\varphi\varphi}}{r} &= 0, \\ \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial r} + \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} + \frac{\tau_{rz}}{r} &= 0. \end{aligned} \quad (4)$$

Подставим соотношения (1), (2) в (4) и в результате получим систему двух дифференциальных

уравнений в частных производных второго порядка относительно компонент вектора перемещений:

$$\left. \begin{aligned} (\lambda + 2\mu) \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} - \frac{u}{r^2} \right) + \mu \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} + (\lambda + \mu) \frac{\partial^2 w}{\partial r \partial z} &= 0, \\ (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 w}{\partial z^2} + \mu \left(\frac{\partial^2 w}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial r} \right) + & \\ + (\lambda + \mu) \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial z} \right) &= 0. \end{aligned} \right\} (5)$$

Для постановки краевой задачи систему уравнений (5) необходимо дополнить граничными условиями. Для формулировки граничных условий рассмотрим сначала случай только касательного напряжения на поверхности цилиндра в отсутствие нормального — $\sigma_{rr} = 0$ (рис. 2). Для наглядности будем считать, что напряжение имеет постоянную интенсивность на участке $-l < z < l$. Краевые условия на поверхности цилиндра в этом случае можно записать в следующем виде:

$$\sigma_{rr}(R, z) = 0, \quad \tau_{rz}(R, z) = \begin{cases} \tau_0, & 0 \leq z \leq l \\ 0, & |z| \geq l \\ -\tau_0, & -l \leq z \leq 0 \end{cases}, \quad (6)$$

где τ_0 — постоянное касательное напряжение.

В силу осевой симметрии поперечные смещения точек на оси цилиндра будут равны нулю и продольные смещения на оси будут иметь минимум вдоль направлений нормальных к оси. Соответствующие граничные условия будут иметь следующий вид:

$$u(0, z) = 0, \quad \frac{\partial w}{\partial r}(0, z) = 0. \quad (7)$$

Таким образом, система уравнений (5) с граничными условиями (6), (7) представляет собой математическую запись краевой задачи, для решения которой воспользуемся общим представлением решения осесимметричных задач через функцию Лява $\Phi(r, z)$ [11]. Функция Лява является бигармонической, т. е. удовлетворяет дифференциальному уравнению в частных производных четвертого порядка, которое в цилиндрических координатах имеет вид

$$\Delta^2 \Phi = 0, \quad \Delta = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}. \quad (8)$$

Поля перемещений и напряжений определяют через эту функцию как:

$$\begin{aligned} u(r, z) &= -\frac{1}{2\mu} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial r \partial z}, & w(r, z) &= \frac{1}{2\mu} \left[2(1-\nu)\Delta - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] \Phi, \\ \sigma_{rr}(r, z) &= \frac{\partial}{\partial z} \left(\nu\Delta - \frac{\partial^2}{\partial r \partial z} \right) \Phi, \end{aligned}$$

$$\sigma_{\varphi\varphi}(r, z) = \frac{\partial}{\partial z} \left(v\Delta - \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \right) \Phi, \quad (9)$$

$$\sigma_{zz}(r, z) = \frac{\partial}{\partial z} \left[(2-v)\Delta - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] \Phi,$$

$$\tau_{rz}(r, z) = \frac{\partial}{\partial r} \left[(1-v)\Delta - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] \Phi,$$

$$e(r, z) = \frac{1-2\nu}{2\mu} \frac{\partial}{\partial z} \Delta \Phi.$$

Известно [12], что при решении уравнений типа (8) может быть использовано интегральное преобразование Фурье по переменной, пробегающей бесконечный интервал, в данном случае это z .

Искомой является функция Лява в форме интеграла Фурье по переменной z :

$$\Phi(r, z) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \tilde{\Phi}(r, \alpha) e^{-i\alpha z} d\alpha. \quad (10)$$

Подставляя (10) в выражение (8), получим обыкновенное дифференциальное уравнение для определения трансформанты Фурье $\tilde{\Phi}(r, \alpha)$:

$$\left(\frac{d^2}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d}{dr} - \alpha^2 \right)^2 \tilde{\Phi}(r, \alpha) = 0.$$

Общее решение этого уравнения имеет вид

$$\tilde{\Phi}(r, \alpha) = A_1 I_0(\alpha r) + A_2 \alpha r I_1(\alpha r) + B_1 K_0(\alpha r) + B_2 \alpha r K_1(\alpha r), \quad (11)$$

где A_n, B_n ($n = 1, 2$) — функции от α ; $I_n(x), K_n(x)$ — цилиндрические функции мнимого аргумента или модифицированные функции Бесселя [13].

Подставляя выражения (10) и (11) в систему (9), получим следующие формулы для компонент $u(r, z)$ и $w(r, z)$ вектора перемещений, ненулевых компонента тензора напряжений и $e(r, z)$ — коэффициента объемного сжатия:

$$u(r, z) = \frac{i}{4\pi\mu} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^2 [A_1 I_1(\alpha r) + A_2 \alpha r I_0(\alpha r) - B_1 K_1(\alpha r) - B_2 \alpha r K_0(\alpha r)] e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$w(r, z) = \frac{1}{4\pi\mu} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^2 \{ A_1 I_0(\alpha r) + A_2 [4(1-\nu)I_0(\alpha r) + \alpha r I_1(\alpha r)] + B_1 K_0(\alpha r) + B_2 [-4(1-\nu)K_0(\alpha r) + \alpha r K_1(\alpha r)] \} e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$\sigma_{rr}(r, z) = \frac{i}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 \left\{ A_1 \left[I_0(\alpha r) - \frac{I_1(\alpha r)}{\alpha r} \right] + A_2 [(1-2\nu)I_0(\alpha r) + \alpha r I_1(\alpha r)] + B_1 \left[K_0(\alpha r) + \frac{K_1(\alpha r)}{\alpha r} \right] + B_2 [-(1-2\nu)K_0(\alpha r) + \alpha r K_1(\alpha r)] \right\} e^{-i\alpha z} d\alpha, \quad (12)$$

$$\sigma_{zz}(r, z) = -\frac{i}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 \{ A_1 I_0(\alpha r) + A_2 [2(2-\nu)I_0(\alpha r) + \alpha r I_1(\alpha r)] + B_1 K_0(\alpha r) - B_2 [2(2-\nu)K_0(\alpha r) - \alpha r K_1(\alpha r)] \} e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$\tau_{rz}(r, z) = -\frac{i}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 \{ A_1 I_1(\alpha r) + A_2 [\alpha r I_0(\alpha r) + 2(1-\nu)I_1(\alpha r) - B_1 K_1(\alpha r) - B_2 [\alpha r K_0(\alpha r) - 2(1-\nu)K_1(\alpha r)] \} e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$e(r, z) = -\frac{i2(1-2\nu)}{4\pi\mu} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 [A_2 I_0(\alpha r) - B_2 K_2(\alpha r)] \times e^{-i\alpha z} d\alpha.$$

Функции от α A_n, B_n ($n = 1, 2$) определяются из граничных условий задачи (6), (7). В частности, так как модифицированные функции Бесселя $K_0(\alpha r), K_1(\alpha r)$ при $r = 0$ не ограничены [13], то из условия (7) получим

$$B_1 = 0, \quad B_2 = 0. \quad (13)$$

Представим функцию, описывающую касательное напряжение в условии (6), через интеграл Фурье:

$$\tau(R, z) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} T(\alpha) e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

где $T(\alpha)$ — трансформанта Фурье, которая для данного выбора напряжения определяется формулой

$$T(\alpha) = -\int_{-l}^0 \tau_0 e^{i\alpha z} d\alpha + \int_0^l \tau_0 e^{i\alpha z} d\alpha = \frac{2\tau_0}{\alpha} i [1 - \cos(\alpha l)].$$

Граничные условия (6) при $r = R$ дают систему линейных уравнений для определения коэффициентов функций:

$$A_1 I_1(\alpha R) + A_2 [\alpha R I_0(\alpha R) + 2(1-\nu)I_1(\alpha R)] = \frac{T(\alpha)}{\alpha^3},$$

$$A_1 \left[I_0(\alpha R) - \frac{I_1(\alpha R)}{\alpha R} \right] + A_2 [(1-2\nu)I_0(\alpha R) + \alpha R I_1(\alpha R)] = 0.$$

Решение полученной системы имеет следующий вид:

$$\left. \begin{aligned} A_1 &= \frac{RT(\alpha)}{\alpha^2} \times \\ &\times \frac{[(1-2\nu)I_0(\alpha R) + \alpha R I_1(\alpha R)]}{[(\alpha R)^2 (I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}, \\ A_2 &= -\frac{T(\alpha)}{\alpha^3} \times \\ &\times \frac{[\alpha R I_0(\alpha R) - I_1(\alpha R)]}{[(\alpha R)^2 (I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}. \end{aligned} \right\} (14)$$

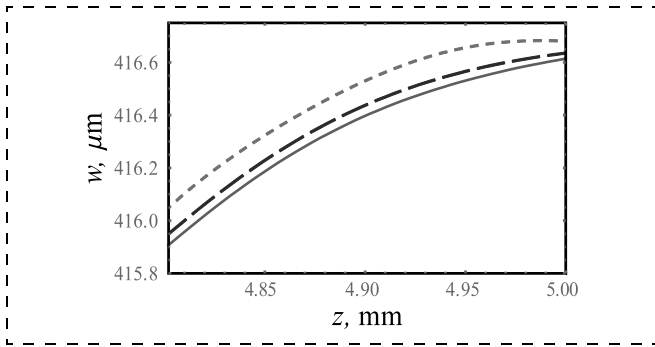


Рис. 3. Зависимость продольной компоненты w вектора перемещений от координаты z при различных r при продольной поверхностной нагрузке: сплошная линия — $r = 0$, штриховая линия — $r = 0,05$ мм, пунктирная линия — $r = 0,09$ мм

Fig. 3. Dependence of the longitudinal component w of the vector of displacements on z coordinate at various r at the longitudinal surface load: continuous line — $r = 0$, dashed line — $r = 0.05$ mm, dotted line — $r = 0.09$ mm

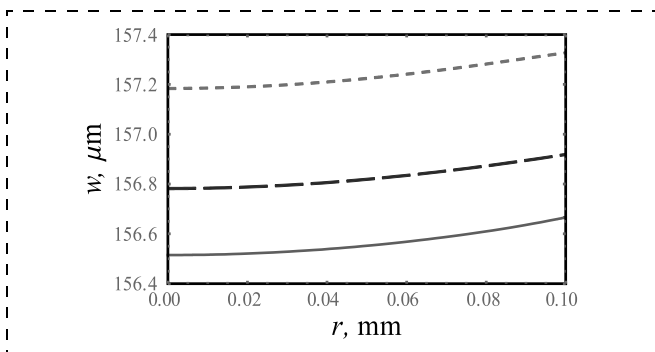


Рис. 4. Зависимость продольной компоненты w вектора перемещения от r при различных значениях z при продольной поверхностной нагрузке: сплошная линия — $z = 1,05$ мм, штриховая линия — $z = 1,052$ мм, пунктирная линия — $z = 1,055$ мм

Fig. 4. Dependence of the longitudinal component w of the vector of displacements r at various values of z at the longitudinal surface load: continuous line — $z = 1.05$ mm, dashed line — $z = 1.052$ mm, dotted line — $z = 1.055$ mm

Формулы (12)–(14) дают решение краевой задачи (5)–(7), т. е. выражения для компонент $u(r, z)$ и $w(r, z)$ вектора перемещений, компонент тензора напряжений для внутренних точек цилиндра и коэффициента объемного расширения $e(r, z)$ в форме интегралов Фурье.

При численной оценке результатов расчеты проводили для следующих значений параметров: $E = 0,6 \cdot 10^9$ Н/м²; $\nu = 0,25$; $R = 0,1$ мм; $l = 5$ мм; $\tau_0 = 10^6$ Н/м².

На рис. 3 представлен график зависимости продольной компоненты вектора перемещений w от продольной координаты z при фиксированном значении радиуса r . На рис. 4 представлены графики зависимости продольного перемещения w от поперечной координаты r при различных значениях продольной координаты z .

Рассмотрим теперь случай нормального поверхностного напряжения постоянной интенсивности на участке $-l < z < l$ поверхности цилиндра при

равном нулю касательном напряжении. Краевые условия записываются в этом случае в следующем виде (сравните с условиями (6), (7)):

$$\tau_{rz}(R, z) = 0, \quad \sigma_{rr}(R, z) = \begin{cases} -g_0, & |z| \leq l \\ 0, & z > l \end{cases},$$

$$u(0, z) = 0, \quad \frac{\partial w}{\partial r}(0, z) = 0, \quad (15)$$

где g_0 — постоянное нормальное напряжение.

Задача решается совершенно аналогично случаю продольных напряжений (5)–(7). Так, граничные условия (15) при $r = R$ дают следующие выражения для коэффициентных функций в формулах (9):

$$A_1 = i \frac{RG(\alpha)}{\alpha^2} \times \frac{[\alpha R I_0(\alpha R) + 2(1-\nu)I_1(\alpha R)]}{[(\alpha R)^2(I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]},$$

$$A_2 = -i \frac{G(\alpha)R}{\alpha^2} \times \frac{I_1(\alpha R)}{[(\alpha R)^2(I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}, \quad (16)$$

где $G(\alpha)$ — Фурье-образ функции $\sigma_{rr}(R, z)$ из выражения (15):

$$G(\alpha) = -\frac{2g_0}{\alpha} i \sin \alpha l.$$

Для получения явных выражений для компонент вектора перемещений, тензора напряжений, коэффициента объемного расширения в случае поперечного нагружения следует воспользоваться формулами (12), в которые вместо коэффициентных функций (14) следует подставить коэффициентные функции (16). В случае одновременного продольного и поперечного нагружений решение дается суперпозицией решений (12) с коэффициентными функциями (14) и (16) соответственно.

Следует отметить, что сформулированная модель допускает точное решение для случая приложения поверхностного напряжения через многослойное соединение измеряемого тела с поверхностью ОВ, которое в аксиально-симметричном случае может представляться многослойным бесконечным цилиндром.

Заключение

В работе на основании фундаментальных уравнений механики сплошных сред сформулирована математическая модель деформации участка оптического волокна при поверхностных напряжениях. В случае рассмотренных аксиально-симметричных поверхностных напряжений модель допускает точное решение для компонент векторов перемеще-

ний точек ОВ. Модель позволяет описать большой набор практически важных случаев деформации ОВ и сформулировать требования к характеристикам применяемых материалов, а также на фундаментальном уровне оценить пределы повышения точности широкого спектра волоконно-оптических датчиков и устройств. Предложенный аналитический подход позволяет строить модели и с другими типами нагружений (односторонними, секторными, функциональными и др.), которые будут рассмотрены в следующих публикациях.

Список литературы

1. Leonovich G. I., Parani V. D., Karpeev S. V. Correction of parameters of fiber-optical systems on the basis of the magneto tunable gradient elements // CEUR Workshop Proceedings, Samara. 2015. Vol. 1490. P. 133–137.
2. Леонович Г. И., Олешкевич С. В. Гибридные датчики на волоконно-оптических брэгговских решетках // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2016. Том. 18, № 4 (7). С. 1340–1345.
3. Леонович Г. И., Олешкевич С. В., Крутов А. Ф., Крутов А. А. Цифровой волоконно-оптический датчик перемещения. Патент РФ № 2674574.

4. Вернер В. Д., Мальцев П. П., Резнев А. А., Сауров А. Н., Чаплыгин Ю. А. Современные тенденции развития микро-системной техники // Нано- и микросистемная техника. 2008. № 8. С. 2–6.
5. Kanopoulos P. P. Development of a Fibre Bragg Grating Sensor for Rock Deformation Monitoring, University of Toronto, 2014. 74 p.
6. Her S.-C., Tsai C.-Y. Strain measurement of fiber optic sensor surface bonding on host material // Transactions of Non-ferrous Metals Society of China. 2009. Vol. 19, N. 1. Suppl., P. 143–149.
7. Hong Li, Zhu L., Dong M. et al. Analysis on strain transfer of surface-bonding FBG on Al 7075-T6 alloy host // Optik. 2016. Vol. 127, N. 3. P. 1233–1236.
8. Wan K. T. Quantitative Sensitivity Analysis of Surface Attached Optical Fiber Strain Sensor // IEEE Sensors Journal. 2014. Vol. 14, N. 6. P. 1805–1812.
9. Her S.-C., Tsai C.-Y. Experimental measurement of fiber-optic strain sensor // SPIE Proceedings. 2006. Vol. 6167. P. 1–12.
10. Khalid K. S., Zafrullah M., Bilal S. M., Mirza M. A. Simulation and Analysis of Gaussian Apodized Fiber Bragg Grating Strain Sensor // Journal of Optical Technology. 2012. Vol. 79, N. 10. P. 667–673.
11. Новацкий В. Теория упругости. М.: Мир, 1975. 872 с.
12. Толстов Г. П. Ряды Фурье. М.: Наука, 1980. 384 с.
13. Градштейн И. С., Рыжик И. М. Таблицы интегралов, сумм, рядов и произведений. М.: Наука, 1971. 1108 с.

I. L. Borysenkov¹, Ph. D., Chairman of Section, borysenkov46@yandex.ru, A. F. Fedechev², Ph. D., Associate Professor, fedechev2010@yandex.ru, G. I. Leonovich¹, D. Sc., Head of Section, leogil@mail.ru, S. V. Kupriyanov¹, Ph. D., Senior Researcher, svk321@yandex.ru, A. A. Krutov², Ph. D., Associate Professor, aakrutov@rambler.ru, V. N. Zakharov², Postgraduate Student, ZaharoffV@inbox.ru,
¹ Section of Applied Problems at the Presidium of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russian Federation,
² Samara National Research University, Samara, 443086, Russian Federation

Corresponding author:

Zakharov Valery N., Postgraduate Student, Department of Computational Mathematics and Computer Science, Samara National Research University, Samara, 443086, Russian Federation, ZaharoffV@inbox.ru

A Mathematical Model of a Non-uniform Micromechanical Deformation of an Optical Fiber Segment with an Axial Symmetric Surface Stressing

Received on February 22, 2019

Accepted on March 12, 2019

A mathematical model of deformation of a fiber optic segment is proposed. Different types of fiber optic sensors and devices can be built based on this model. The great practical significance of this model is due to the analytical representation for the components of the vector of displacements of internal points, taking into account the nonuniformity of deformation OF over the cross section and the length of the optical fiber under axial symmetry surface strain.

Keywords: fiber-optical sensors and devices, axisymmetric surface stress, mathematical model of nonuniform deformation

For citation:

Borysenkov I. L., Fedechev A. F., Leonovich G. I., Kupriyanov S. V., Krutov A. A., Zakharov V. N. A Mathematical Model of a Non-uniform Micromechanical Deformation of an Optical Fiber Segment with an Axial Symmetric Surface Stressing, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 331–340.

DOI: 10.17587/nmst.21.331-340

Introduction

As is known, in many respects, the development of the fiber-optical technologies is due to the growing requirements to the consumer qualities of the sensors and devices of various types created on their basis. Among

the most demanded consumer indicators are small losses of energy and insignificant distortions of the form of the optical signal, compactness, high resistance to the operational factors and electromagnetic noises, a possibility of formation of effective network structures with a complex topology, etc. [1–4].

In recent years, special attention has been devoted to development of the fiber-optical sensors and devices (FOSD) transforming the deforming impacts on the optical fiber (OF) into a change of parameters of the optical signal. Such devices and the corresponding mathematical models to various degrees take into account the specific features of the structure and interface of the sensor segment of the fiber with the investigated object or environment, properties of the applied materials, influence of the external destabilizing factors, etc. [5]. Thus, in Ref. [6] the influence of the adhesive layer, connecting the sensor section of the optical fiber containing the intra Fiber Bragg Gratings (FBG) with a deformable body, on the deformation measurement accuracy is considered. The work [7] is devoted to the analysis of the transfer of deformation from the investigated object to a fiber-optical sensor, the distinctive feature of which is existence of the external and internal coverings and a different arrangement of the adhesive layer. The internal covering and the optical fiber itself consist of the silicon dioxide and have identical mechanical, but various optical properties, while an external load is applied only to the surface of the investigated object. For solving of the task of the stress transfer from this surface to the optical fiber the assumptions are used of the linear elasticity and isotropy of the materials, of similarity of the mechanical properties of the optical fiber and covering, of absence of slipping between the optical fiber and the investigated surface and also of absence of the radial shifts in the optical fiber. In the work [7] it is also demonstrated that the small Young modulus of the organic substances, used as an adhesive layer, is the main reason for errors in the deformation measurements of the sensors of this kind. Besides, a question is considered of replacement of the organic adhesive layer with a substance having more pronounced metal properties. In the same assumptions as in Ref. [7], in Ref. [8] the influence is described of various parameters on the deformation transfer from the investigated object to the optical fiber and determination of the parameters, the influence of which is most essential. In the work [9] an ideal connection of the optical fiber and the material surface is assumed and also absence of the shear deformation in the optical fiber, and then a theoretical calculation is presented of the stress transfer from a deformable surface to the optical fiber. Ref. [10] is devoted to construction and research of a mathematical model of the stress sensor on the basis of FBG with a Gaussian profile. All the above listed research works contain, actually, semi-empirical calculations of certain parameters and operating modes of the fiber-optical deformation sensors, and Ref. [10] is a purely theoretical calculation of a separately taken aspect of functioning of a sensor of this kind.

The main defect of the approaches [6–10], devoted to creation of FOSD, is absence of a sequential mathematical model of deformation of the OF segment. Ab-

sence of this kind of mathematical model does not give us a chance to consider a number of important optical effects during designing and modification of FOSD. For example, for the sensors constructed on FBG, none of the models given in the publications considers a possibility of violation of the equidistance and distortion of the form of tags of FBG at the deforming impacts on the OF sensor segment.

The authors offer a new description of the sequential mathematical model which describes significantly more fully and more precisely the deformation of the optical fiber during application of surface stresses to OF. The model is based on the fundamental equations of the continuum mechanics, describes the complex deformations arising in OF and subsequently allows us to specify the optical characteristics of FOSD by means of a detailed mechanical analysis of the deformations of the activated OF segment under the influence of the surface forces applied to it. In the case of the stressing described below the model with the axial symmetry allows an analytical solution, which can be used both in practical calculations, and as a zero approximation of the perturbation theory.

The present article is the first of the planned series of publications on research and development of FOSD based on a sequential mathematical model of deformation of a segment of the optical fiber under the influence of different types of the surface stressing.

Formulation and solving of the boundary problem for modeling of deformation of a stressed segment of the optical fiber

Formulation of the proposed mathematical model assumes that the mechanical characteristics of the core of a single-mode OF and its cover, with big degree of accuracy, can be considered identical along all the length of the OF section. Further on a rectilinear piece of the OF, we single out a segment, symmetric in relation to the middle, with the length of $L = 2l$, to which the external surface stresses are applied. The length of segment L usually equals to 3...40 mm and it is small in comparison with the length of the considered rectilinear piece of OF. Therefore, during the problem statement the piece with the L -long segment can be modelled by an infinite uniform cylinder of a round section. The axis z is directed along the cylinder axis, and, further, the cylindrical system of coordinates is used: $\mathbf{r} = (r, \varphi, z)$. If to the singled out OF segment $-l < z < l$ a normal tension is applied, described in the cylindrical system of coordinates by tensor components $\sigma_{rr}, \sigma_{\varphi\varphi}, \sigma_{zz}$, as well as the shearing stress, described by the tensor components $\tau_{r\varphi}, \tau_{rz}, \tau_{z\varphi}$, which have the axial symmetry. Action of these components in the cylindrical coordinates is schematically presented in fig. 1.

Let us consider a boundary value problem about the balance of the infinite cylinder of R radius stressed on

the side surface of the OF segment. Let the normal axial section of the cylinder occupy the area of $-\infty < z < \infty$, $0 < r < R$, as shown in fig. 2.

Let us describe the deviation of the points of the optical fiber environment from their position in an unstressed state by the displacement vector, which has longitudinal $w(r, z)$ and cross $u(r, z)$ components. The component $w(r, z)$ describes displacement of a point with coordinates (r, z) along axis z , the component $u(r, z)$ — displacement along the radius r of the cross section.

Owing to the axial symmetry of the stress distribution, the components of the vector of displacements in the cylindrical coordinates will not depend on the angle of φ .

Components of the tensor of the relative deformations of the internal points of the cylinder ε_{rr} , $\varepsilon_{\varphi\varphi}$, ε_{zz} , $\varepsilon_{z\varphi}$, $\varepsilon_{r\varphi}$, ε_{rz} for this case are connected with the components of the vector of shifts by the following relations:

$$\varepsilon_{rr} = \frac{\partial u}{\partial r}, \quad \varepsilon_{\varphi\varphi} = \frac{u}{r}, \quad \varepsilon_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z}, \quad \varepsilon_{z\varphi} = 0, \quad \varepsilon_{r\varphi} = 0, \\ \varepsilon_{rz} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} \right). \quad (1)$$

Let us write down Hooke's law in the terms of the components of the stress tensor and relative deformation [11]:

$$\sigma_{rr} = 2\mu\varepsilon_{rr} + \lambda e; \quad \sigma_{\varphi\varphi} = 2\mu\varepsilon_{\varphi\varphi} + \lambda e; \quad \sigma_{zz} = 2\mu\varepsilon_{zz} + \lambda e; \\ \tau_{rz} = 2\mu\varepsilon_{rz}; \quad \tau_{r\varphi} = 0; \quad \tau_{z\varphi} = 0; \quad e = \varepsilon_{rr} + \varepsilon_{\varphi\varphi} + \varepsilon_{zz}, \quad (2)$$

where λ , μ — Lamé coefficients; e — coefficient of the volume compression.

Coefficients λ , μ are connected with Young's modulus and Poisson ratio of the cylinder material by the following correlations:

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}, \quad \lambda = \frac{2\nu}{(1-2\nu)}\mu, \quad (3)$$

where E — Young's modulus of the cylinder material; ν — Poisson ratio which defines the longitudinal deformation of a material at its cross compression.

According to fig. 2, the conditions of balance of the cylinder, when stresses are applied to it, have the following appearance:

$$\frac{\partial\sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{\partial\tau_{rz}}{\partial z} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\varphi\varphi}}{r} = 0, \\ \frac{\partial\tau_{rz}}{\partial r} + \frac{\partial\sigma_{zz}}{\partial z} + \frac{\tau_{rz}}{r} = 0. \quad (4)$$

Let us substitute correlations (1), (2) in (4) and, as a result, we will get a system of two differential equa-

tions in partial derivatives of the second order in relation to the component of vector of displacements:

$$\left. \begin{aligned} (\lambda + 2\mu) \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} - \frac{u}{r^2} \right) + \mu \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} + (\lambda + \mu) \frac{\partial^2 w}{\partial r \partial z} = 0, \\ (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 w}{\partial z^2} + \mu \left(\frac{\partial^2 w}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial r} \right) + \\ + (\lambda + \mu) \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial z} \right) = 0. \end{aligned} \right\} (5)$$

For statement of a boundary problem the system of the equations (5) should be complemented with the boundary conditions. For the formulation of the boundary conditions, first, we will consider only the case of the shearing stress on the surface of the cylinder in absence of a normal one — $\sigma_{rr} = 0$ (fig. 2). For descriptive reasons let us assume that the stress has a constant intensity on the segment of $-l < z < l$. In this case the boundary conditions on the surfaces of the cylinder will be presented in the following way:

$$\sigma_{rr}(R, z) = 0, \quad \tau_{rz}(R, z) = \begin{cases} \tau_0, & 0 \leq z \leq l \\ 0, & |z| \geq l \\ -\tau_0, & -l \leq z \leq 0 \end{cases}, \quad (6)$$

where τ_0 — constant shearing stress.

Owing to the axial symmetry the cross shifts of the points on the cylinder axis will be equal to zero, while the longitudinal shifts on the axis will have a minimum along the directions normal to the axis. The corresponding boundary conditions will look like the following:

$$u(0, z) = 0, \quad \frac{\partial w}{\partial r}(0, z) = 0. \quad (7)$$

Thus, system of equations (5) with the boundary conditions (6), (7) represent a formulation of boundary value problem, for solving of which we will use a general idea of the solution of axisymmetric tasks through A. Love function $\Phi(r, z)$ [11]. A. Love function is bi-harmonic, i.e. it meets the differential equation in the partial derivatives of the fourth order, which in the cylindrical coordinates has the following appearance:

$$\Delta^2 \Phi = 0, \quad \Delta = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}. \quad (8)$$

Fields of displacements and stresses are defined by this function as:

$$u(r, z) = -\frac{1}{2\mu} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial r \partial z}, \quad w(r, z) = \frac{1}{2\mu} \left[2(1-\nu)\Delta - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] \Phi,$$

$$\sigma_{rr}(r, z) = \frac{\partial}{\partial z} \left(\nu\Delta - \frac{\partial^2}{\partial r \partial z} \right) \Phi,$$

$$\sigma_{\varphi\varphi}(r, z) = \frac{\partial}{\partial z} \left(\nu\Delta - \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \right) \Phi, \quad (9)$$

$$\sigma_{zz}(r, z) = \frac{\partial}{\partial z} \left[(2-\nu)\Delta - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] \Phi,$$

$$\tau_{rz}(r, z) = \frac{\partial}{\partial r} \left[(1-\nu)\Delta - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] \Phi,$$

$$e(r, z) = \frac{1-2\nu}{2\mu} \frac{\partial}{\partial z} \Delta \Phi.$$

As is known [12], for solving of the equations of the type (8) the integrated transformation of Fourier on the variable, running an infinite interval, can be used, and in this case it is z .

The desired function is A. Love function in the form of Fourier's integral on variable z :

$$\Phi(r, z) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \tilde{\Phi}(r, \alpha) e^{-i\alpha z} d\alpha. \quad (10)$$

By substituting (10) into expression (8) we will get a ordinary differential equation for definition of Fourier's transformant $\tilde{\Phi}(r, \alpha)$:

$$\left(\frac{d^2}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d}{dr} - \alpha^2 \right)^2 \tilde{\Phi}(r, \alpha) = 0.$$

The general solution to this equation looks like the following:

$$\tilde{\Phi}(r, \alpha) = A_1 I_0(\alpha r) + A_2 \alpha r I_1(\alpha r) + B_1 K_0(\alpha r) + B_2 \alpha r K_1(\alpha r), \quad (11)$$

where A_n, B_n ($n = 1, 2$) — functions of α ; $I_n(x), K_n(x)$ — cylindrical functions of an imaginary argument or the modified Bessel functions (see, for example, [13]).

By substituting expressions (10) and (11) into (9), we will get the following expressions for components $u(r, z)$ and $w(r, z)$ of the vector of displacements, nonzero components of the stress tensor and $e(r, z)$ — coefficient of the volume compression:

$$u(r, z) = \frac{i}{4\pi\mu} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^2 [A_1 I_1(\alpha r) + A_2 \alpha r I_0(\alpha r) - B_1 K_1(\alpha r) - B_2 \alpha r K_0(\alpha r)] e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$w(r, z) = \frac{1}{4\pi\mu} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^2 \{ A_1 I_0(\alpha r) + A_2 [4(1-\nu)I_0(\alpha r) + \alpha r I_1(\alpha r)] + B_1 K_0(\alpha r) + B_2 [-4(1-\nu)K_0(\alpha r) + \alpha r K_1(\alpha r)] \} e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$\sigma_{rr}(r, z) = \frac{i}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 \left\{ A_1 \left[I_0(\alpha r) - \frac{I_1(\alpha r)}{\alpha r} \right] + A_2 [(1-2\nu)I_0(\alpha r) + \alpha r I_1(\alpha r)] + B_1 \left[K_0(\alpha r) + \frac{K_1(\alpha r)}{\alpha r} \right] + B_2 [-(1-2\nu)K_0(\alpha r) + \alpha r K_1(\alpha r)] \right\} e^{-i\alpha z} d\alpha, \quad (12)$$

$$\sigma_{zz}(r, z) = -\frac{i}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 \{ A_1 I_0(\alpha r) + A_2 [2(2-\nu)I_0(\alpha r) + \alpha r I_1(\alpha r)] + B_1 K_0(\alpha r) - B_2 [2(2-\nu)K_0(\alpha r) - \alpha r K_1(\alpha r)] \} e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$\tau_{rz}(r, z) = -\frac{i}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 \{ A_1 I_1(\alpha r) + A_2 [\alpha r I_0(\alpha r) + 2(1-\nu)I_1(\alpha r) - B_1 K_1(\alpha r) - B_2 [\alpha r K_0(\alpha r) - 2(1-\nu)K_1(\alpha r)]] \} e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

$$e(r, z) = -\frac{i2(1-2\nu)}{4\pi\mu} \int_{-\infty}^{\infty} \alpha^3 [A_2 I_0(\alpha r) - B_2 K_2(\alpha r)] \times e^{-i\alpha z} d\alpha.$$

The functions of $\alpha A_n, B_n$ ($n = 1, 2$) are defined from the boundary statements of the problem (6), (7). In particular, since the modified Bessel functions $K_0(\alpha r), K_1(\alpha r)$ at $r = 0$ are not limited [13], from the condition (7) we will get:

$$B_1 = 0, \quad B_2 = 0. \quad (13)$$

Let us present the function describing the shearing stress in condition (6) through the Fourier integral:

$$\tau(R, z) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} T(\alpha) e^{-i\alpha z} d\alpha,$$

where $T(\alpha)$ — Fourier transformant, which for this selection of stress is defined by the following formula:

$$T(\alpha) = -\int_{-l}^0 \tau_0 e^{i\alpha z} dz + \int_0^l \tau_0 e^{i\alpha z} dz = \frac{2\tau_0}{\alpha} i[1 - \cos(\alpha l)].$$

The boundary conditions (6) at $r = R$ provide a system of the linear equations for definition of the coefficient functions:

$$A_1 I_1(\alpha R) + A_2 [\alpha R I_0(\alpha R) + 2(1-\nu)I_1(\alpha R)] = \frac{T(\alpha)}{\alpha^3},$$

$$A_1 \left[I_0(\alpha R) - \frac{I_1(\alpha R)}{\alpha R} \right] + A_2 [(1-2\nu)I_0(\alpha R) + \alpha R I_1(\alpha R)] = 0.$$

The solution to the received system is the following:

$$\left. \begin{aligned} A_1 &= \frac{RT(\alpha)}{\alpha^2} \times \\ &\times \frac{[(1-2\nu)I_0(\alpha R) + \alpha R I_1(\alpha R)]}{[(\alpha R)^2 (I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}, \\ A_2 &= -\frac{T(\alpha)}{\alpha^3} \times \\ &\times \frac{[\alpha R I_0(\alpha R) - I_1(\alpha R)]}{[(\alpha R)^2 (I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}. \end{aligned} \right\} (14)$$

Formulas (12)—(14) give the solution to the boundary problem (5)—(7), i.e. expressions for components $u(r, z)$ and $w(r, z)$ of the vector of displacements, components of the stress tensor for the internal points of the cylinder and coefficient of volume expansion $e(r, z)$ in the form of Fourier integrals.

At the numerical assessment of the results the calculations were carried out for the following values of the parameters: $E = 0.6 \cdot 10^9$ H/M²; $\nu = 0.25$; $R = 0.1$ мм; $l = 5$ мм; $\tau_0 = 10^6$ H/M².

Fig. 3 presents the dependence of the longitudinal component of the vector of displacements w on the longitudinal coordinate z at the fixed value of radius r . Fig. 4 presents the dependence of the longitudinal displacement of w on the cross coordinate r at various values of the longitudinal coordinate z .

Now let us consider the case of a normal surface stress of the constant intensity in the segment $-l < z < l$ of the cylinder surface at the shearing stress equal to zero. In this case the boundary conditions are written in the following way (compare with conditions (6), (7)):

$$\begin{aligned} \tau_{rz}(R, z) = 0, \quad \sigma_{rr}(R, z) = \begin{cases} -g_0, & |z| \leq l \\ 0, & z > l \end{cases}, \\ u(0, z) = 0, \quad \frac{\partial w}{\partial r}(0, z) = 0, \end{aligned} \quad (15)$$

where g_0 — constant normal stress.

The problem is solved in a way, absolutely similar to the case of the longitudinal stress (5)—(7). So, the boundary conditions (15) at $r = R$ give the following expressions for the coefficient functions in formulas (9):

$$\begin{aligned} A_1 &= i \frac{RG(\alpha)}{\alpha^2} \times \\ &\times \frac{[\alpha RI_0(\alpha R) + 2(1-\nu)I_1(\alpha R)]}{[(\alpha R)^2(I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}, \\ A_2 &= -i \frac{G(\alpha)R}{\alpha^2} \times \\ &\times \frac{I_1(\alpha R)}{[(\alpha R)^2(I_1^2(\alpha R) - I_0^2(\alpha R)) + 2(1-\nu)I_1^2(\alpha R)]}, \end{aligned} \quad (16)$$

where $G(\alpha)$ — Fourier image of function $\sigma_{rr}(R, z)$ from expression (15):

$$G(\alpha) = -\frac{2g_0}{\alpha} i \sin \alpha l.$$

For receiving obvious expressions for the components of the vector of displacements, stress tensor, coefficient of volume expansion in case of a cross stressing, it is necessary to use formulas (12), in which we should replace the coefficient functions (14) with the coefficient functions (16). In case of simultaneous longitudinal and cross stressings the solution is given by a superposition of solutions (12) with the coefficient functions (14) and (16), respectively.

It should be noted that the formulated model allows an exact solution for the case of application of the surface stress through a multilayered connection of the measured body with the surface of OF, which in the axial-symmetric case can be represented by a multilayered infinite cylinder.

Conclusion

In the work on the basis of the fundamental equations of the continuum mechanics a mathematical model of deformation of the segment of OF was formulated at the surface stresses. In case of the considered axial-symmetric surface stresses the model makes possible an exact solution for the components of the vectors of displacements of the OF points. The model allows us to describe a big set of practically important cases of the OF deformation and to formulate the requirements to the characteristics of the applied materials, besides it also allows us to estimate at the fundamental level the limits for increasing of accuracy of a wide range of the fiber-optical sensors and devices. The proposed analytical approach allows us to construct models also with the other types of stressings (unilateral, sector, functional, etc.), which will be considered in the subsequent publications.

References

1. Leonovich G. I., Paranin V. D., Karpeev S. V. Correction of parameters of fiber-optical systems on the basis of the magneto tunable gradient elements, *CEUR Workshop Proceedings*, Samara, 2015, vol. 1490, pp. 133—137.
2. Leonovich G. I., Oleshkevich S. V. Hybrid Sensors on Fiber-optic Bragg Grating, *Izvestia of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2016, vol. 18, p. 1340.
3. Leonovich G. I., Oleshkevich S. V., Krutov A. F., Krutov A. A. Digital fiber optic sensor of displacement. Patent RU № 2674574.
4. Verner V. D., Maltsev P. P., Reznev A. A., Saurov A. N., Chaplygin Yu. A. Modern trends of development in micro-system technics, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2008, no. 8. pp. 2—6 (in Russian).
5. Kanopoulos P. P. Development of a Fibre Bragg Grating Sensor for Rock Deformation Monitoring, University of Toronto, 2014. 74 p.
6. Her S.-C., Tsai C.-Y. Strain measurement of fiber optic sensor surface bonding on host material, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2009, vol. 19, no. 1. Suppl., pp. 143—149.
7. Hong Li, Zhu L., Dong M. et al. Analysis on strain transfer of surface-bonding FBG on Al 7075-T6 alloy host, *Optik*, 2016, vol. 127, no. 3, pp. 1233—1236.
8. Wan K. T. Quantitative Sensitivity Analysis of Surface Attached Optical Fiber Strain Sensor, *IEEE Sensors Journal*, 2014, vol. 14, no. 6, pp. 1805—1812.
9. Her S.-C., Tsai C.-Y. Experimental measurement of fiber-optic strain sensor, *SPIE Proceedings*, 2006, vol. 6167, pp. 1—12.
10. Khalid K. S., Zafrullah M., Bilal S. M., Mirza M. A. Simulation and Analysis of Gaussian Apodized Fiber Bragg Grating Strain Sensor, *Journal of Optical Technology*, 2012, vol. 79, no. 10, pp. 667—673.
11. Nowacki W. *Theory of elasticity*, Moscow, Mir, 1975, 872 p. (in Russian).
12. Tolstov G. P. *Fourier series*, Moscow, Nauka, 1980, 384 p. (in Russian).
13. Gradshteyn I. S., Ryzhik I. M. *Tables of integrals, sums, series and products*, Moscow, Nauka, 1971, 1108 p. (in Russian).

С. И. Торгашин¹, канд. техн. наук, зам. ген. директора по производству, А. А. Папко¹, д-р техн. наук, гл. конструктор направления гироскопии, В. Е. Пауткин¹, канд. техн. наук, гл. специалист,

Б. В. Цыпин², д-р техн. наук, проф. кафедры

¹ АО "НИИФИ", г. Пенза, e-mail: inercial@niifi.ru,

² Пензенский государственный университет

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ФОРМИРОВАНИЯ ПЕРВИЧНЫХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ АКСЕЛЕРОМЕТРОВ

Поступила в редакцию 31.01.2019

Рассмотрены технологические вопросы формирования первичных измерительных преобразователей (чувствительных элементов) микромеханических акселерометров. Основными технологиями изготовления, определяющими параметры чувствительных элементов, являются технологии микропрофилирования кремния, технологии формирования металлизации на поверхности стеклянных пластин, технологии электростатического соединения деталей.

Ключевые слова: чувствительный элемент, микропрофилирование кремния, напыление, металлизация, электростатическое соединение, микромеханический акселерометр

Введение

Изделия микросистемной техники, служащие для контроля параметров движения объектов, в настоящее время получили широкое распространение в связи с развитием технологий объемной и поверхностной кремниевой микромеханики [1–3]. К числу таких изделий относятся кремниевые микромеханические акселерометры, применение которых обусловлено необходимостью получения информации об ускорении подвижных объектов для создания на их основе систем управления [4, 5]. Важным элементом микромеханических акселерометров является первичный измерительный преобразователь, также известный как чувствительный элемент.

Конструктивно такие чувствительные элементы представляют собой многослойную конструкцию, состоящую из нескольких слоев кремния и стекла (рис. 1). В таких конструкциях дифференциальный конденсатор с емкостями C_1 , C_2 , необходимый для функционирования прибора, образован подвижной кремниевой пластиной и неподвижными стеклянными пластинами с металлизацией.

Несмотря на кажущуюся простоту конструкции, формирование чувствительных элементов микромеханических акселерометров с приемлемым процентом выхода годных представляет собой значительную проблему. Это связано с применением различных технологий формирования деталей, так как каждая используемая технология в различной

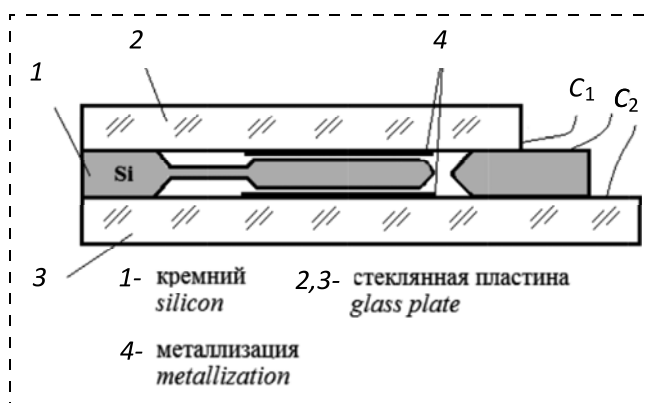


Рис. 1. Чувствительный элемент микромеханического акселерометра

Fig. 1. Sensitive element of a micromechanical accelerometer

степени влияет на получение годных изделий, приводя к возникновению технологического отхода с различными механическими, физическими и химическими свойствами. При этом важнейшими технологическими операциями являются микропрофилирование кремниевой пластины, выполнение металлизации на поверхности стеклянных деталей и электростатическое соединение кремневых и стеклянных деталей.

Микропрофилирование кремниевой пластины

Микропрофилирование исходной кремниевой пластины является одним из важных технологических аспектов создания первичных измерительных преобразователей микромеханических акселерометров, с помощью которого получают подвижную массу, гибкие упругие переемычки, емкостной зазор. Чаще всего микропрофилирование осуществляется в водном растворе гидроксида калия КОН, имеющем концентрацию 25...33 % при температуре 96 ± 2 °С. Несмотря на отработанность технологии, до настоящего времени не существует единой теории, до конца объясняющей механизм глубокого анизотропного травления, о чем сообщается рядом авторов [6]. Это приводит к тому, что воспроизводимость технологического процесса микропрофилирования кремния прежде всего зависит от опыта и квалификации операторов, проводящих процесс, в то время как состав, концентрация и температура травителей, материалы защитных масок, а также влияние различных модифицирующих добавок в травителе на качество травленной поверхности достаточно хорошо известны и описаны в различных литературных источниках [7, 8].

Другой существенной проблемой является необходимость обеспечения контроля геометрических размеров кремневых структур при их формировании. При наличии множества методов контроля каждому из них свойственны свои несовершенства и ограничения. Например, ряд методов может носить разрушающий характер. Несмотря на то что в технологии интегральных микросхем ИМС наличие тестовых областей для контроля параметров формируемых структур известно давно [9], в технологии кремниевой микромеханики на пластинах оно пока не получило широкого распространения. Учитывая значимость процесса контроля размеров получаемых микромеханических структур для создания работоспособных приборов, представляется актуальной задачей развитие методов контроля, являющихся технологичными и не приводящими дефекты в формируемые структуры [10].

Изготовление стеклянных деталей

Помимо механической обработки стекла для получения деталей заданной формы с заданной шероховатостью поверхности, что само по себе является нетривиальной задачей, для получения дифференциального конденсатора в конструкции чувствительного элемента стеклянные детали должны содержать металлизированные обкладки.

В качестве металлизации стеклянных пластин используется алюминий в силу его технологичности — способности к нанесению на поверхность диэлектрических и проводящих подложек либо методом вакуумного напыления, либо магнетронным распылением, а также возможности формирования топологии произвольной формы фотолитографическими методами. В данном случае актуальной задачей является обеспечение адгезионной способности сформированных алюминиевых пленок к стеклянной подложке.

Известно, что в напряженном состоянии (растяжения или сжатия) находятся все пленки независимо от способа их получения [11]. Прочно сцепленные с подложкой пленки могут приводить к растрескиванию или разрушению подложек, если значение механических напряжений превышает пределы прочности материала. Наоборот, при недостаточной адгезии напряжения вызывают отслаивание пленок без разрушения подложек.

Механическое напряжение в пленках при условии, что возникающие деформации не превышают предел прочности материала подложки, определяется как

$$\sigma_T = \frac{E}{1 - \mu} \Delta\alpha \cdot \Delta T, \quad (1)$$

где E — модуль Юнга сформированной пленки, Па; μ — коэффициент Пуассона сформированной пленки; $\Delta\alpha$ — разность значений температурного коэффициента линейного расширения пленки и подложки, K^{-1} ; ΔT — разность между температурой во время конденсации пленки и температурой окружающей среды, К.

Разница коэффициентов термического линейного расширения $\Delta\alpha$ в выражении (1) также может быть связана с физическим состоянием стеклянной подложки, как показано на рис. 2 [12].

На рис. 3 (см. третью сторону обложки) представлены фотографии поверхности стеклянной подложки с нарушенной алюминиевой металлизацией, полученные на инспекционном микроскопе *Nicon Eclipse L200N*.

Адгезионная способность пленок также зависит от химической и механической совместимости с материалом подложки, от температурных циклов работы изготовленных приборов, что подтверждает

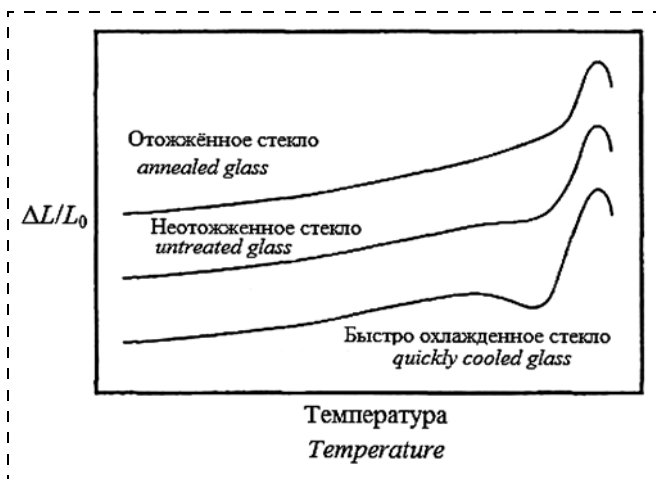


Рис. 2. Кривые термического расширения отожженных и быстро охлажденных стекол

Fig. 2. Curves of the thermal expansion of the annealed and quickly cooled glasses

ет сложность изготовления деталей чувствительных элементов микромеханических датчиков.

Электростатическое соединение

Электростатическое соединение стеклянных и кремниевых пластин является основной сборочной операцией при изготовлении чувствительных элементов микромеханических акселерометров. Известно, что в их конструкциях необходимо использовать щелочное стекло, например марок ЛК или Vorofloat. Это связано с наличием в их составе ионов натрия, которые, высвобождаясь из структурной сетки стекла при высоких температурах, обеспечивают ионный ток в стекле при его соединении с кремнием. Обычно процесс электростатического соединения проходит при температурах 420...450 °С и подаче на соединяемые детали постоянного тока напряжением 300...600 В в течение 5...20 мин. Параметры процесса зависят от марки стекла и толщины соединяемых деталей [13–15].

Стеклянные и кремниевые детали должны быть прочно связаны между собой с минимальными значениями контактных напряжений для минимизации нестабильности смещения нуля микромеханического акселерометра [2]. Кроме того, между поверхностью подвижной кремниевой пластины и напыленной металлизацией на поверхностях стеклянных пластин должен быть обеспечен емкостной зазор порядка 5...10 мкм. Перечисленные условия предъявляют жесткие требования к точности совмещения соединяемых деталей в специальной технологической оснастке при проведении процесса электростатического соединения. Наряду с этим процесс соединения должен исключать возможность попадания посторонних частиц, а также частиц пыли в емкостной зазор и в зону соединения деталей. Попадание частиц в емкостной зазор мо-

жет вызвать неработоспособность чувствительного элемента, наличие частиц в зоне соединения приводит к локальному несоединению деталей. Учитывая симметричность обеих стеклянных деталей, данное обстоятельство может привести к ухудшению метрологических характеристик изготавливаемых приборов вследствие неравномерного распределения контактных деформаций с двух сторон чувствительного элемента. На рис. 4 (см. третью сторону обложки) представлены фотографии зон соединения "кремний—стекло" чувствительного элемента микромеханического акселерометра (инспекционный микроскоп *Nicon Eclipse L200N*).

На рисунках отчетливо видны интерференционные полосы, свидетельствующие о наличии посторонних частиц в зоне соединений "кремний—стекло", что привело к нарушению плоскостности зоны соединения. Кроме того, в процессе сборки чувствительного элемента возможно появление такого эффекта, как эффект прилипания, связанный с электростатической природой поверхности контактирующих тел и подробно рассмотренный в работе [2].

Заключение

Таким образом, перечисленные основные технологии изготовления чувствительных элементов являются определяющими для получения годных изделий. Все технологии изготовления деталей чувствительных элементов, как и сборочные операции, являются взаимосвязанными. Например, технология формирования металлизации на поверхности стеклянных деталей может влиять на процент выхода годных изделий после операции электростатического соединения посредством устранения напряженного состояния металлическая пленка — стеклянная подложка. Освоение комплекса технологий создания чувствительных элементов позволяет создавать микромеханические акселерометры, в том числе навигационного класса, с улучшенными метрологическими характеристиками для различных областей техники [2, 16].

Список литературы

1. Zotov S. A., Montgomery C. Rivers, Trusov A. A., Shkel A. M. Folded MEMS Pyramid Inertial Measurement Unit // IEEE Sensors Journal. 2011. Vol. 11, N. 11. P. 2780–2789.
2. Мокров Е. А., Папко А. А. Акселерометры НИИ физических измерений — элементы микросистемотехники // Микросистемная техника. 2002. № 1. С. 3–9.
3. Said Emre Alper, Yuksel Temiz, Tayfun Akin. A Compact Angular Rate Sensor System Using a Fully Decoupled Silicon-Glass MEMS Gyroscope // Journal of Microelectromechanical Systems. 2008. Vol. 17, N. 6. P. 1418–1429.
4. Дмитриенко А. Г., Папко А. А., Торгашин С. И., Кирянина И. В. Об исследовании возможности создания инерциальных модулей на основе отечественных технологий объемной микромеханики // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2013. № 3 (5). С. 45–53.

5. Ачильдиев В. М., Грузевич Ю. К., Солдатенков В. А., Рязанов С. С. Микроминиатюрные системы позиционирования на основе микромеханических акселерометров и гироскопов для нашиваемых систем целеуказаний и индикации // Вестник МГТУ им. Н. Э. Баумана. Сер. "Приборостроение". 2008. № 4. С. 56–64.
6. Соколов Л. В., Парфенов Н. М. Технологические особенности формирования трехмерных МЭМС // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 11. С. 19–26.
7. Gosalvez M. A., Nieminen R. M. Surface morphology during anisotropic wet chemical etching of crystalline silicon // New Journal of Physics. 2003. N. 5. P. 100.1–100.28.
8. Di C., Gosalvez M. A., Hori T., Sato K., Shikida M. Improvements in Smoothness of Anisotropically Etched Silicon Surfaces: Effects of Surfactant and TMAH Concentrations // Sensors and Actuators A. 2006. Vol. 125. P. 415–421.
9. Чернышев А. А. Основы надежности полупроводниковых приборов и интегральных микросхем. М.: Радио и связь, 1988. 256 с.
10. Пауткин В. Е. Методы контроля геометрических размеров микромеханических структур при анизотропном травлении кремния // Приборы. 2017. № 11 (209). С. 36–39.
11. Майссел Л. Технология тонких пленок (справочник) / Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. под ред. М. И. Елинсона, Г. Г. Смолко. Т. 1. М.: Сов. радио, 1977. 664 с.
12. Шелби Дж. Структура, свойства и технология стекла: Пер. с англ. Е. Ф. Медведева. М.: Мир, 2006. 288 с.
13. Синев Л. С., Рябов В. Т. Расчет коэффициентных напряжений в соединениях кремния со стеклом // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 9. С. 32–37.
14. Li G. Y., Wang L. Influence of bonding parameters on electrostatic force in anodic wafer bonding // Thin Solid Films. 2004. N. 462–463. P. 334–338.
15. Thoma F., Goldschmidtboing F., Cobry K., Woias P. Stress-Free Bonding Technology with Pyrex for Highly Integrated 3D Fluidic Microsystems / Micromachines. 2014. № 5. P. 783–796. doi: 10.3390/mi5030783.
16. Дмитриенко А. Г., Папко А. А. Оптимизация информационных параметров микромеханических акселерометров по результатам моделирования влияния паразитных МДП-структур // XXI век: итоги прошлого и проблемы настоящего плюс. 2013. № 12 (16). С. 259–263.

S. I. Torgashin, Ph. D., Deputy Director General for Production, A. A. Papko, D. Sc., Chief Designer, Gyroscopic Direction, V. E. Pautkin, Ph. D., Chief Specialist, Scientific Research Institute of Physical Measurements, Penza, 440026, Russian Federation, inercial@niifi.ru,
 B. V. Tsy-pin, D. Sc.,
 Penza State University, Penza, 440026, Russian Federation

Corresponding author:

Pautkin Valery E., Ph. D., Chief Specialist, Scientific Research Institute of Physical Measurements, Penza, 440026, Russian Federation, PVE1976@yandex.ru

Technological Aspects of Formation of the Primary Measuring Transducers for the Micromechanical Accelerometers

Received on January 31, 2019
 Accepted on February 26, 2019

The article is devoted to the technological aspects of formation of the primary transducers (sensitive elements) for the micro-mechanical accelerometers. The main manufacturing technologies, which determine parameters of the sensitive elements, are the silicon microp profiling technologies, the technologies for formation of metallization on the surface of the glass plates, and the technologies of electrostatic connection of parts.

Keywords: sensitive element, silicon microp profiling, deposition of metallization, electrostatic connection, micromechanical accelerometer

For citation:

Torgashin S. I., Papko A. A., Pautkin V. E., Tsy-pin B. V. Technological Aspects of Formation of the Primary Measuring Transducers for the Micromechanical Accelerometers, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 341–346.

DOI: 10.17587/nmst.21.341-346

Introduction

The microsystem products intended for control of the parameters of the objects' movement are widely applied due to development of the technologies of the volume and surface silicon micromechanics [1–3]. Among them are the silicon micromechanical accelerometers, the use of which is explained by the demand for information concerning acceleration of the mobile

objects and development of the control systems on their basis [4, 5]. An important element of the micromechanical accelerometers is the primary measuring transducer, also known as the sensitive element.

Structurally, such sensitive elements represent a multilayered design consisting of several layers of silicon and glass (fig. 1). In such designs the differential condenser with C_1 , C_2 capacities, necessary for func-

tioning of the device, is formed by a movable silicon plate and immovable glass plates with metallization.

Despite the seeming simplicity of the design, formation of the sensitive elements of the micromechanical accelerometers with the admissible percent of yield is a considerable problem. This is connected with the use of various technologies for formation of parts, because each of the applied technologies to a various degree influences receiving of yield, resulting in a technological waste with various mechanical, physical and chemical properties. At that, the major technological operations are microprofiling of a silicon plate, formation of metallization on the surfaces of the glass parts and electrostatic connection of the silicon and the glass parts.

Microprofiling of a silicon plate

Microprofiling of a silicon plate is an important technological aspect of development of primary measuring transducers of the micromechanical accelerometers, by means of which we receive movable mass, flexible elastic crossing points, and a capacitor gap. Most often, microprofiling is carried out in KOH water solution with the potassium hydroxide concentration of 25...33 % at 96 ± 2 °C. Despite the fact that the technology is well elaborated, there is no uniform theory, explaining to the end the mechanism of a deep anisotropic etching, which is reported by a number of authors [6]. This leads to the fact that the reproducibility of the technological process of the microprofiling of silicon depends on the experience and qualification of the operators, who control the process, while the composition, concentration and temperature of the etchants, materials of the protective masks and also the influence of various modifying additives in an etchant on the quality of the etched surface are well-known and described in various sources [7, 8].

Another important question is the need to ensure control of the geometrical sizes of the silicon structures during their formation. When numerous control methods are available, each of them has its own imperfections and the restrictions peculiar to it. For example, a number of methods can have a destroying character. Despite the fact that in the technology of the integrated circuits the existence of the test areas for control of the parameters of the formed structures has been known for a long [9], in the technology of the silicon micromechanics on the plates it is not yet widely adopted. Considering the importance of the process of control of the sizes of the received micromechanical structures for creation of the efficient devices, an urgent task is development of the control methods which are technological and do not introduce defects in the formed structures [10].

Production of the glass parts

Besides the mechanical processing of the glass for receiving parts of the set forms and the set surface roughness, which is not an easy task itself, for obtaining of the differential condenser of the sensitive element, the glass parts should contain metallized facings.

For metallization of the glass plates the aluminum is used owing to its technological effectiveness — ability for deposition on the surface of the dielectric and the conducting substrates by the method of either vacuum deposition, or magnetron sputtering, and also due to a possibility of formation of the topology of any form by the photolithographic methods. In this case an important task is to ensure the adhesive ability of the created aluminum films to the glass substrates.

As is known, all the films irrespective of the way for their obtaining, are in a stressed state (stretching or compression) [11]. The films strongly linked to a substrate can lead to cracking or destruction of the substrates, if the value of the mechanical stress exceeds the strength limit of a material. And, on the contrary, in case of an insufficient mechanical stress in the films, provided that the arising deformations do not exceed the strength limit of the substrate material, is defined as

$$\sigma_T = \frac{E}{1 - \mu} \Delta\alpha \cdot \Delta T, \quad (1)$$

where E (Pa) Young modulus of the created film; μ — Poisson ratio of the created film; $\Delta\alpha$ (K^{-1}) — difference of values of the temperature coefficient of the linear expansion of the film and the substrate; ΔT (K) — difference of the temperatures of the film and the ambient temperature during condensation.

The difference of coefficients of the thermal linear expansion $\Delta\alpha$ in expression (1) can also be connected with the physical state of the glass substrate, as is shown in fig. 2 [12].

Fig. 3 (see the 3-rd side of cover) presents photos of the surface of the glass substrate with broken aluminum metallization received on *Nikon Eclipse L200N* inspection microscope.

The adhesive ability of the films also depends on the chemical and mechanical compatibility with the substrate material, on the temperature cycles of operation of the manufactured devices, which confirms the complexity of production of the parts of the sensitive elements of the micromechanical sensors.

Electrostatic connection

The electrostatic connection of the glass and the silicon plates is the main assembly operation during manufacturing of the sensitive elements of the micromechanical accelerometers. As is known, their designs require the use of the alkaline glass, LK or Borofloat, for example. This is connected with the existence in

their compositions of the ions of sodium, which, being released from the structural grid of the glass at high temperatures, create an ionic current in the glass at its contact with silicon. Usually, the process of the electrostatic connection takes place at temperatures of 420...450 °C, if the direct current with voltage of 300...600 V is supplied to the connected parts during 5...20 min. The parameters of the process depend on the brand of the glass and thickness of the connected parts [13–15].

The glass and the silicon parts must be strongly connected among themselves with the minimal values of the contact stress for minimization of the instability of the zero shift of the micromechanical accelerometer [2]. Besides that, between the surface of the movable silicon plate and the metallization deposited on the surfaces of the glass plates, there should be a capacitor gap of about 5...10 μ. The enumerated conditions present strict requirements to the accuracy of the combination of the connected parts in the special industrial equipment when carrying out the process of the electrostatic connection. Alongside with this, the process of connection should exclude a possibility of appearance of foreign particles and the dust particles in the capacitor gap and in the zone of connection of parts. Appearance of the particles in the capacitor gap can cause inoperability of the sensitive element, and their presence in the zone of connection leads to a local disconnection of parts. Considering the symmetry of both glass parts, this circumstance can lead to a deterioration of the metrological characteristics of the manufactured devices due to an uneven distribution of the contact deformations from the two sides of the sensitive element. Fig. 4 (see the 3-rd side of cover) presents photos of the zones of the silicon-glass connection of the sensitive element of the micromechanical accelerometer (Nicon Eclipse L200N inspection microscope).

In the figures the interferential strips are clearly visible demonstrating the presence of the foreign particles in the zone of the silicon-glass connections, which led to a violation of the planeness of the zone of connection. Besides, in the course of the assembly of the sensitive element the emergence of such effect is possible as the effect of sticking, connected with the electrostatic nature of the surface of the contacting bodies considered in [2].

Conclusion

Thus, the above enumerated main technologies for manufacturing of the sensitive elements are crucial for obtaining of yield. All the technologies for manufacturing of parts of the sensitive elements, as well as the assembly operations, are interconnected. For example, the technology for formation of metallization on the surface of the glass parts can influence the percent of output of yield after the operation of the electrostatic

connection by means of elimination of the stress state of the metal film — glass substrate. Mastering of a complex of technologies for creation of the sensitive elements allows us to develop the micromechanical accelerometers, including ones of the navigation class, with the improved metrological characteristics for various technological areas [2, 16].

References

1. **Zotov S. A., Montgomery C. Rivers, Trusov A. A., Shkel A. M.** Folded MEMS Pyramid Inertial Measurement Unit, *IEEE Sensors Journal*, 2011, vol. 11, no. 11, pp. 2780–2789.
2. **Mokrov Ye. A., Papko A. A.** Akselerometry NII Fizicheskikh Izmereniy — elementy mikrosistemotekhniki, *Mikrosistemnaya tekhnika*. 2002, no. 1, pp. 3–9 (in Russian).
3. **Said Emre Alper, Yuksel Temiz, Tayfun Akin.** A Compact Angular Rate Sensor System Using a Fully Decoupled Silicon-on-Glass MEMS Gyroscope, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2008, vol. 17, no. 6, pp. 1418–1429.
4. **Dmitriyenko A. G., Papko A. A., Torgashin S. I., Kiryanina I. V.** Ob issledovanii vozmozhnosti sozdaniya inertsiyal'nykh moduley na osnove otechestvennykh tekhnologiy ob'yemnykh mikromekhaniki, *Izmereniye. Monitoring. Upravleniye. Kontrol'*. 2013, no. 3 (5), pp. 45–53 (in Russian).
5. **Achil'diyev V. M., Gruzevich Yu. K., Soldatenkov V. A., Ryazanov S. S.** Mikrominiatyurnyye sistemy pozitsionirovaniya na osnove mikromekhanicheskikh akselerometrov i giroskopov dlya nashlemnykh sistem tseleukazaniy i indikatsii, *Vestnik MGTU im. N. E. Baumana. Ser. "Priborostroyeniye"*, 2008, no. 4, pp. 56–64 (in Russian).
6. **Sokolov L. V., Parfenov N. M.** Tekhnologicheskiye osobennosti formirovaniya trekhmernykh MEMS, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2011, no. 11, pp. 19–26 (in Russian).
7. **Gosalvez M. A., Nieminen R. M.** Surface morphology during anisotropic wet chemical etching of crystalline silicon, *New Journal of Physics*, 2003, no. 5, pp. 100.1–100.28.
8. **Di C., Gosalvez M. A., Hori T., Sato K., Shikida M.** Improvements in Smoothness of Anisotropically Etched Silicon Surfaces: Effects of Surfactant and TMAH Concentrations, *Sensors and Actuators A*, 2006, vol. 125, pp. 415–421.
9. **Chernyshev A. A.** Osnovy nadezhnosti poluprovodnikovyykh priborov i integral'nykh mikroskhem. Moscow: Radio i svyaz', 1988. 256 p. (in Russian).
10. **Pautkin V. Ye.** Metody kontrolya geometricheskikh razmerov mikromekhanicheskikh struktur pri anizotropnom travlenii kremniya, *Pribory*, 2017, no. 11 (209), pp. 36–39 (in Russian).
11. **Mayssel L.** Tekhnologiya tonkikh plenok (spravochnik). Eds. L. Maysela, R. Glenga. N'yu-York. 1970. Per. s angl. Eds. M. I. Yelinsona, G. G. Smolko. T. 1. Moscow, Sov. radio, 1977, 664 p. (in Russian).
12. **Shelbi Dzh.** Struktura, svoystva i tekhnologiya stekla: Per. s angl. Ye. F. Medvedeva. Moscow, Mir, 2006, 288 p. (in Russian).
13. **Sinev L. S., Ryabov V. T.** Raschet koeffitsiyentnykh napryazheniy v soyedineniyakh kremniya so steklom, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2014, no. 9, pp. 32–37 (in Russian).
14. **Li G. Y., Wang L.** Influence of bonding parameters on electrostatic force in anodic wafer bonding, *Thin Solid Films*, 2004, no. 462–463, pp. 334–338.
15. **Thoma F., Goldschmidtboing F., Cobry K., Woias P.** Stress-Free Bonding Technology with Pyrex for Highly Integrated 3D Fluidic Microsystems, *Micromachines*, 2014, no. 5, pp. 783–796. doi: 10.3390/mi5030783.
16. **Dmitriyenko A. G., Papko A. A.** Optimizatsiya informatsionnykh parametrov mikromekhanicheskikh akselerometrov po rezul'tatam modelirovaniya vliyaniya parazitnykh MDP-struktur, *XXI vek: itogi proshlogo i problemy nastoyashchego plyus*, 2013, no. 12 (16), pp. 259–263 (in Russian).

В. М. Юров, канд. физ.-мат. наук, доц., директор НИЦ, e-mail: exciton@list.ru,
В. Ч. Лауринас, канд. физ.-мат. наук, проф., e-mail: vitas-laurinas@rambler.ru,
С. А. Гученко, докторант Ph. D., e-mail: guchen@mail.ru,
 Карагандинский государственный университет им. Е. А. Букетова, Караганда, Казахстан

ТОЛЩИНА ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ АТОМАРНО-ГЛАДКИХ МАГНИТНЫХ НАНОСТРУКТУР

Поступила в редакцию 11.01.2019

Предлагается метод определения поверхностной энергии твердого тела по размерной зависимости его физического свойства. На основе этого метода вводится представление о поверхностном слое магнитных наноструктур. Этот слой состоит из двух частей: слой $d(I)$ содержит небольшое число (до 10) монослоев кристаллической решетки; слой $d(II)$ простирается на расстояние порядка $10d$ (до 100 нм). Начиная с этого расстояния проявляются размерные эффекты.

Ключевые слова: размерный эффект, наноструктура, магнетизм, атомарно-гладкий кристалл, поверхностный слой

Введение

Вопросы магнетизма малых ферромагнитных частиц исследуют уже давно [1]. Основным механизмом, приводящим к зависимости магнитной восприимчивости от размера частиц ферромагнетика, считается переход многодоменных частиц в однодоменные [1, 2]. В последние годы интенсивно исследуют как классические магнитные наноструктуры, например Fe_3O_4 [3–11], так и новые, например CoFe_2B_4 [12–17]. Однако многие вопросы остаются пока дискуссионными. Среди них вопрос о толщине поверхностного слоя. Гиббс [18] рассматривал поверхностный слой как геометрическую, не имеющую толщины поверхность. Ван-дер-Ваальс, Гуггенгейм и Русанов рассматривали поверхностный слой как слой конечной толщины [19]. По современным представлениям [20] под поверхностным слоем понимают сверхтонкую пленку, находящуюся в термодинамическом равновесии с кристаллической подложкой, свойства, структура и состав которой отличны от объемных.

В представленной работе мы рассматриваем вопрос о толщине поверхностного слоя атомарно-гладких магнитных структур [21] в отличие от реальной шероховатой поверхности [22, 23].

Методика эксперимента и его результаты

Для размерной зависимости некоторого физического свойства твердого тела $A(r)$ нами получены следующие соотношения [24]:

$$\begin{aligned} A(r) &= A_0 \left(1 - \frac{d}{r}\right), \quad r \gg d, \\ A(r) &= A_0 \left(1 - \frac{d}{d+r}\right), \quad r \leq d. \end{aligned} \quad (1)$$

Параметр d (м), который мы отождествляем с поверхностным слоем атомарно-гладкого кристалла, связан с поверхностным натяжением σ формулой

$$d = \frac{2\sigma v}{RT}, \quad (2)$$

где σ — поверхностное натяжение массивного образца, Дж/м²; v — молярный (атомный) объем, см³/моль; R — газовая постоянная, Дж/кг · К; T — температура, К.

Удельную намагниченность магнетитов χ исследовали на вибрационном магнитометре. Размер зерна магнетита определяли с помощью микроскопа МИМ-8. Результаты приведены нами в работе [25]. В координатах $\chi/\chi_0 \sim 1/r$ экспериментальная кривая спрямляется в соответствии с (1), давая значение $d = 7,7$ нм. Для магнетита $v = 44,5$ см³/моль, и из соотношения (2) для поверхностного натяжения получаем $\sigma = 1,561$ Дж/м². Расчеты по формулам работы [2] с использованием экспериментальных значений намагниченности дали значение $\sigma = 1,55$ Дж/м², что совпадает с приведенным выше. Уравнение (1) дает изображение поверхностного слоя (рис. 1).

В работе [24] нами показано, что с большой точностью (~3 %) выполняются следующие соотношения:

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,7 \cdot 10^{-3} T_m \text{ (Дж/м}^2\text{)}, \\ d &= 0,17 \cdot 10^{-3} v \text{ (нм)}, \end{aligned} \quad (3)$$

где T_m — температура плавления твердого тела, К; v — молярный (атомный) объем = M/ρ (M — молярная масса; ρ — плотность твердого тела).

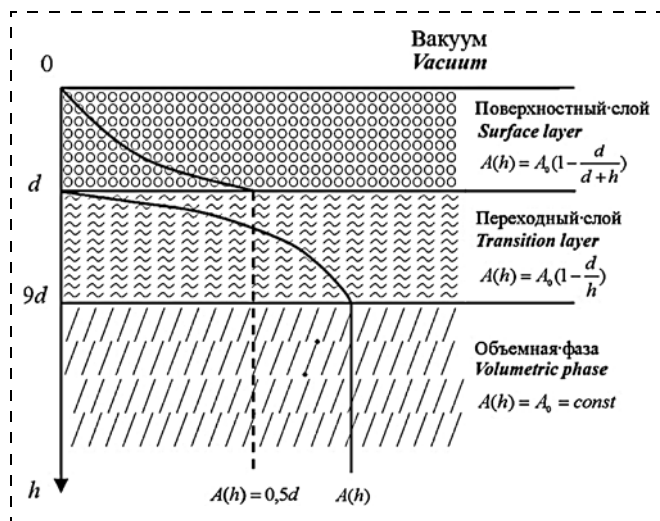


Рис. 1. Схематическое изображение поверхностного слоя [24]
Fig. 1. Schematic representation of the surface layer [24]

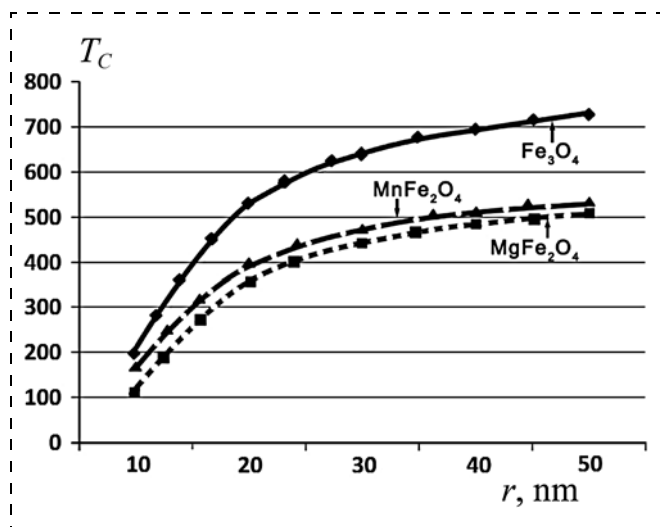


Рис. 2. Размерная зависимость температуры Кюри T_C
Fig. 2. Size dependence of the Curie temperature T_C

Слой толщиной $h = d$ назовем слоем (I), а слой при $h \approx 10 d$ — слоем (II) атомарно-гладкого кристалла (рис. 1). При $h \approx 10 d$ начинает проявляться размерная зависимость физических свойств кристалла и такая структура называется наноструктурой. В таблице представлены толщины поверхностного слоя некоторых магнитных структур.

Здесь же представлено значение $d(I)$ и $d(II)$ для чистого железа, которое в 3 раза меньше. Поскольку параметр решетки у железа $a = 0,287$ нм, то слой $d(I)$ содержит ~ 8 атомных слоев. Для магнетита $a = 0,8397$ нм и слой $d(I)$ содержит ~ 9 атомных слоев Fe_3O_4 , что практически совпадает с чистым железом. Для других магнитных структур из таблицы толщины $d(I)$ и $d(II)$ испытывают небольшой разброс. В работе [26] отмечаются особые магнит-

ные свойства пленок никеля с 4–6 монослоями, т. е. при толщине слоя $d(I)$.

Размерные эффекты в магнитных структурах

Размерные эффекты проявляются в температуре Кюри, в сильном увеличении коэрцитивной силы и магнитного момента, в сдвиге петель гистерезиса, в необратимости кривых намагничивания и т. д. [27, 28]. На рис. 2 приведена размерная зависимость температуры Кюри некоторых магнитных структур по первой формуле уравнения (1).

Создание магнитных наночастиц с температурой Кюри в интервале 300...340 К позволяет добиться саморегулирующегося нагрева опухолевых тканей в переменном магнитном поле [29]. Для магнетита это соответствует частицам ≈ 15 нм (рис. 2).

Фазовые переходы в магнитных структурах

При $h = d$ происходит структурный фазовый переход (см. рис. 1) геометрического типа [30]. В работе [31] приведена простая формула для критического размера кластера, менее которого магнитный кластер теряет магнитное упорядочение и переходит в магнитное неупорядоченное (например, парамагнитное) состояние при любой температуре:

$$d_{cr} \approx 2 \cdot 10^{-8} T_C^{-1/2}, \quad (4)$$

где T_C — температура Кюри массивного образца.

Из формулы (4) определяем нижний предел для магнетита: $d_{cr} \approx 1$ нм, а верхний предел в работе [31] оценивается как $d_{cr} \approx 10$ нм. Эти оценки попадают в диапазон $d(I) = 7,7$ нм (см. таблицу).

Из рис. 1 и таблицы следует, что для намагниченности магнетита скачок $\Delta M = 0,5 M_0$, где M_0 — намагниченность насыщения объемного образца магнетита ($83 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{кг}$). В работе [32] для кубических наночастиц с диагональю 6,5 нм (т. е. близкое к 7,7 нм) намагниченность насыщения равна $39,5 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{кг}$. Таким образом, скачок $\Delta M \approx 0,48 M_0$, что также близко к полученному нами результату.

Толщина поверхностного слоя магнитных наноструктур

The thickness of the surface layer of magnetic nanostructures

Минерал Mineral	T_m , К	σ , Дж/м ² σ , J/m ²	$d(I)$, нм $d(I)$, nm	$d(II)$, нм $d(II)$, nm
Fe	1811	1,268	2,2	22
Fe ₃ O ₄	2230	1,561	7,7	77
Fe ₂ TiO ₄	1648	1,156	7,8	78
MnFe ₂ O ₄	1773	1,241	8,4	84
MgFe ₂ O ₄	2023	1,416	7,3	73

К сожалению, подобного рода работ не так много, чтобы сделать обобщающие выводы.

Заключение

Исследуя размерную зависимость физических свойств магнитных наноструктур, можно определить толщину поверхностного слоя атомарно-гладкого кристалла. Это справедливо и в случае полидисперсных систем. При этом размер этого слоя определяется одним фундаментальным параметром — атомным объемом вещества.

Работа выполнена при финансовой поддержке МОН РК. Гранты № 0118PK000063 и № Ф.0780.

Список литературы

1. Nagata T. Rock Magnetism. Maruzen Company, 1961. 350 p.
2. Вонсовский С. В. Магнетизм. М.: Наука, 1971. 1032 с.
3. Tan W. L., Bakar M. A. The Effect of Additives on the Size of Fe_3O_4 Particles // Journal of Physical Science. 2006. Vol. 17 (2). P. 37–50.
4. Gorski Ch. A., Scherer M. M. Determination of nanoparticulate magnetite stoichiometry by Mossbauer spectroscopy, acidic dissolution, and powder X-ray diffraction: A critical review // American Mineralogist. 2010. Vol. 95. P. 1017–1026.
5. Ghandoor H. E., Zidan H. M., Khalil M. M. H., Ismail M. I. M. Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles // Int. J. Electrochem. Sci. 2012. Vol. 7. P. 5734–5745.
6. Lim Y. S., Lai C. W., Hamid S. B. A. et al. A study on growth formation of nano-sized magnetite Fe_3O_4 via co-precipitation method // Materials Research Innovations. 2014. Vol. 18. P. 456–461.
7. Ma J., Wang L., Wu Y. et al. Facile Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles with a High Specific Surface Area // Materials Transactions. 2014. Vol. 55, N. 12. P. 1900–1902.
8. Saranya T., Parasuraman K., Anbarasu M., Balamurugan K. XRD, FT-IR and SEM Study of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles Prepared by Hydrothermal Method // Nano Vision. 2015. Vol. 5, N. 4–6. P. 149–154.
9. Ali Sh. M., Galal A., Atta N. F., Shammakh Y. Toxic Heavy Metal Ions Removal from Wastewater by Nano-Magnetite: Case Study Nile River Water // Egypt, J. Chem. 2017. Vol. 60, N. 4. P. 601–612.
10. Salviano L. B., Cardoso Th. M. S., Silva G. C. et al. Microstructural Assessment of Magnetite Nanoparticles (Fe_3O_4) Obtained by Chemical Precipitation Under Different Synthesis Conditions // Materials Research. 2018. Vol. 21 (2). 7 p.
11. Santos-Durndell V. C., Peruzzolo T. M., Ucoski G. M., Ramos L. P., Nakagak S. Magnetically recyclable nanocatalysts based on magnetite: an environmentally friendly and recyclable catalyst for esterification reactions // Biofuel Research J. 2018. Vol. 18. P. 806–812.
12. Himpfel F. J., Ortega J. E., Mankey G. J., Willis R. F. Magnetic nanostructures // Advances in Physics. 1998. Vol. 47, N. 4. P. 511–597.
13. Ventura J. O. Magnetic Nanostructures. — Department of Physics Faculty of Sciences of the University of Porto, 2006. 242 p.
14. Enders A., Skomski R., Honolka J. Magnetic surface nanostructures // J. Phys. Condens. Matter. 2010. Vol. 22. 32 p.
15. Bennemann K. Magnetic Nanostructures. — Institute of Theoretical Physics FU-Berlin, 2010. 67 p.
16. Levy J.-C. Magnetic Structures of 2D and 3D Nanoparticles: Properties and Applications. — Pan Stanford Publishing Pte. Ltd., 2016. 19 p.
17. Korostil A., Krupa M. Spin Transport and Dynamics in Multilayer Magnetic Nanostructures // American Journal of Nano Research and Applications. 2018. Vol. 6 (1). P. 21–33.
18. Гиббс Дж. В. Термодинамические работы. М.-Л.: ГИТТЛ, 1950. 492 с.
19. Русанов А. И. Фазовые равновесия и поверхностные явления. Л.: Химия, 1967. 346 с.
20. Оура К., Лифшиц В. Г., Саранин А. А. и др. Введение в физику поверхности. М.: Наука, 2006. 490 с.
21. Чеботкевич Л. А., Ермаков К. С., Огнев А. В., Пустовалов Е. В. Магнитные свойства массивов эпитаксиальных нанодисков Co, упакованных на атомарно-гладких и vicinalных подложках Si // Физика твердого тела. 2011. Т. 53, вып. 11. С. 2152–2156.
22. Аракелян С. М., Кутровская С. В., Кучерик А. О. и др. Использование методов фрактальной геометрии для анализа морфологических свойств и управления качеством получаемого информационного массива по результатам измерений наноразмерных объектов с использованием атомно-силового микроскопа // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 4 (129). С. 8–13.
23. Каргашев В. А. Визуализация рельефа поверхности в зондовой микроскопии // Нано- и микросистемная техника. 2012. № 10 (147). С. 2–5.
24. Юров В. М., Гученко С. А., Лауринас В. Ч. Толщина поверхностного слоя, поверхностная энергия и атомный объем элемента // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов, Тверь: Твер. гос. ун-т, 2018. Вып. 10. С. 691–699.
25. Юров В. М., Ибраев Н. Х., Гученко С. А. Экспериментальное определение поверхностного натяжения наночастиц и нанопленок // Известия ВУЗов. Физика. 2011. № 1/3. С. 334–338.
26. Li Y., Baberschke K. Dimensional crossover in ultrathin Ni(111) films on W(110) // Phys. Rev. Lett. 1992. Vol. 68. P. 1208–1211.
27. Арбузова Т. И., Наумов С. В., Арбузов В. Л. и др. Поверхностный магнетизм нанокристаллического монооксида меди // ФТТ. 2003. Т. 45, вып. 2. С. 290–295.
28. Никифоров В. Н., Игнатенко А. Н., Ирхин В. Ю. Влияние размеров и поверхности на магнетизм наночастиц магнетита и маггемита // ЖЭТФ. 2017. Т. 151, вып. 2. С. 356–363.
29. Kan-Dapaah K., Rahbar N., Soboyejo W. Implantable magnetic nanocomposites for the localized treatment of breast cancer // J. Appl. Phys. 2014. Vol. 116. P. 233505-1-11.
30. Sloika M. I., Sheka D. D., Kravchuk V. P. et al. Geometry induced phase transitions in magnetic spherical shell // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017. Vol. 443. P. 404–412.
31. Суздалев И. П. Магнитные фазовые переходы в нанокластерах и наноструктурах // Российские нанотехнологии. 2006. Том. 1, № 1–2. С. 46–57.
32. Yang H., Hasegawa D., Takahashi M., Ogawa T. Facile Synthesis Phase Transfer, and Magnetic Properties of Monodisperse Magnetite Nanocubes // IEEE Trans. Magn. 2008. Vol. 44. P. 3895–3898.

Corresponding author:

Yurov Viktor M., Associate Professor, Karaganda State University named after E. A. Buketov, Karaganda, 100028,
Kazakhstan, exciton@list.ru

Thickness of Surface Layer of Atomically Smooth Magnetic Nanostructures

Received on January 11, 2019

Accepted on February 18, 2019

The paper proposes a method for determining the surface energy of a solid by the size dependence of its physical property. On the basis of this method, an idea of the surface layer of magnetic nanostructures is introduced. This layer consists of two parts. The $d(I)$ layer consists of a small number (up to 10) of monolayers of the crystal lattice. The $d(II)$ layer extends over a distance of the order of $10d$ (up to 100 nm). From this distance, dimensional effects appear.

Keywords: size effect, nanostructure, magnetism, atomically smooth crystal, surface layer

For citation:

Yurov V. M., Laurinas V. Ch., Guchenko S. A. Thickness of Surface Layer of Atomically Smooth Magnetic Nanostructures, *Nano- i microsystemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 347–352.

DOI: 10.17587/nmst. 21.347-352

Introduction

The magnetism of small ferromagnetic particles has been studied for a long time [1]. The main mechanism leading to the dependence of the magnetic susceptibility on the particle size of a ferromagnet is considered to be the transition of multidomain particles into single domain particles [1, 2]. In recent years, both classical magnetic nanostructures (for example, Fe_3O_4) [3–11] and new (for example, CoFe_2B_4) [12–17] have been intensively studied. However, many questions remain debatable. Among them is the question of the thickness of the surface layer. Gibbs [18] considered the surface layer as a geometric, non-thick surface. Van der Waals, Guggenheim, and Rusanov considered the surface layer as a layer of finite thickness [19]. According to modern concepts [20], the surface layer is understood to be an ultrathin film, which is in thermodynamic equilibrium with a crystal substrate, whose properties, structure and composition are different from bulk ones.

In the present paper, we consider the question of the thickness of the surface layer of atomically smooth magnetic structures [21], in contrast to the real rough surface [22, 23].

Experimental method and its results

For the dimensional dependence of a certain physical property of a solid $A(r)$, we obtained relations [24]:

$$\begin{aligned} A(r) &= A_0 \left(1 - \frac{d}{r}\right), \quad r \gg d, \\ A(r) &= A_0 \left(1 - \frac{d}{d+r}\right), \quad r \leq d. \end{aligned} \quad (1)$$

The parameter d , which we identify with the surface layer of an atomically smooth crystal, is associated with the surface tension σ by the formula:

$$d = \frac{2\sigma v}{RT}, \quad (2)$$

Here, σ is the surface tension of the bulk sample; v — atomic volume; R is the gas constant; T is temperature.

The specific magnetization of magnetites χ was studied on a vibrating magnetometer. The magnetite grain size was determined on an MIM-8 microscope. The results are presented by us in [25]. In the coordinates $\chi/\chi_0 \approx 1/r$, the experimental curve is rectified in accordance with (1), giving the value $d = 7.7$ nm. For magnetite, $v = 44.5 \text{ cm}^3/\text{mol}$, and from relation (2) for the surface tension we obtain: $\sigma = 1,561 \text{ J/m}^2$. Calculations by the formulas [2] using the experimental values of the magnetization gave a value of $\sigma = 1,55 \text{ J/m}^2$, which coincides with the above. Equation (1) gives the image of the surface layer (fig. 1).

In [24] we showed that with great accuracy ($\approx 3\%$) the following relations hold:

$$\begin{aligned} \sigma &= 0.7 \cdot 10^{-3} T_m \text{ (J/m}^2\text{)}, \\ d &= 0,17 \cdot 10^{-3} v \text{ (nm)}, \end{aligned} \quad (3)$$

where T_m is the melting point of the solid (K), v is the atomic volume = M/ρ (M is the molar mass, ρ is the density of the solid).

A layer with thickness $h = d$ is called a layer (I), and a layer at $h \approx 10d$ is called a layer (II) of an atomically smooth crystal (fig. 1). At $h \approx 10d$, the size dependence of the physical properties of the crystal begins to manifest itself, and such a structure is called a nanostructure.

ture. In table shows the thickness of the surface layer of some magnetic structures.

It also presents the value of $d(I)$ and $d(II)$ for pure iron, which is 3 times less. Since the lattice parameter of iron is $a = 0.287$ nm, the $d(I)$ layer contains ≈ 8 atomic layers. For magnetite, $a = 0.8397$ nm and the $d(I)$ layer contains ≈ 9 atomic layers of Fe_3O_4 , which practically coincides with pure iron. For other magnetic structures from table. 1, $d(I)$ and $d(II)$ thicknesses have a small scatter. In work [26], special magnetic properties of nickel films with 4–6 monolayers are noted; at the layer thickness $d(I)$.

Size effects in magnetic structures

Size effects appear in the Curie temperature, in a strong increase in the coercive force and magnetic moment, in the shift of the hysteresis loops, in the irreversibility of the magnetization curves, etc. [27, 28]. In fig. 2 shows the dimensional dependence of the Curie temperature of some magnetic structures using formula (1) of equation 1.

The creation of magnetic nanoparticles with a Curie temperature in the interval 300...340 K makes it possible to achieve self-regulating heating of tumor tissues in an alternating magnetic field [29]. For magnetite, this corresponds to particles ≈ 15 nm (fig. 2).

Phase transitions in magnetic structures

At $h = d$, a structural phase transition (fig. 1) of a geometric type occurs [30]. A simple formula is given in [31] for the critical cluster size, less than which a magnetic cluster loses magnetic ordering and becomes a disordered magnetic (for example, paramagnetic) state at any temperature:

$$d_{cr} \approx 2 \cdot 10^{-8} T_C^{-1/2}, \quad (4)$$

where T_C is the Curie temperature of the bulk sample.

From (4), the lower limit for magnetite is $d_{cr} \approx 1$ nm, and the upper limit in [31] is estimated as $d_{cr} \approx 10$ nm. These estimates fall in the range $d(I) = 7.7$ nm (table).

From fig. 1 and table it follows that for the magnetism of magnetite a jump $\Delta M = 0.5 M_0$, where M_0 is the saturation magnetization of a bulk sample of magnetite ($83 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$). In [32], for cubic nanoparticles with a diagonal of 6.5 nm (that is, close to 7.7 nm), the saturation magnetization is $39.5 \text{ A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$. Thus, the jump $\Delta M \approx 0.48 M_0$, which is also close to the result obtained by us. Unfortunately, this kind of work is not so much to draw general conclusions.

Conclusion

Studying the size dependence of the physical properties of magnetic nanostructures, it is possible to determine the thickness of the surface layer of an atomically smooth crystal. This is true in the case of polydis-

perse systems. The size of this layer is determined by one fundamental parameter — the atomic volume of the substance.

This work was supported by the MES RK. Grants № 0118PK000063 and № Ф.0780.

References

1. Nagata T. *Rock Magnetism*, Maruzen Company, 1961. 350 p.
2. Vonsovskii S. V. *Magnetizm*, Moscow, Nauka, 1971. 1032 p. [in Russian].
3. Tan W. L., Bakar M. A. The Effect of Additives on the Size of Fe_3O_4 Particles, *Journal of Physical Science*, 2006, vol. 17 (2), pp. 37–50.
4. Gorski Ch. A., Scherer M. M. Determination of nanoparticulate magnetite stoichiometry by Mossbauer spectroscopy, acidic dissolution, and powder X-ray diffraction: A critical review, *American Mineralogist*, 2010, vol. 95, pp. 1017–1026.
5. Ghandoor H. E., Zidan H. M., Khalil M. M. H., Ismail M. I. M. Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 2012, vol. 7, pp. 5734–5745.
6. Lim Y. S., Lai C. W., Hamid S. B. A., et al. A study on growth formation of nano-sized magnetite Fe_3O_4 via co-precipitation method, *Materials Research Innovations*, 2014, vol. 18, pp. 456–461.
7. Ma J., Wang L., Wu Y. et al. Facile Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles with a High Specific Surface Area, *Materials Transactions*, 2014, vol. 55, no. 12, pp. 1900–1902.
8. Saranya T., Parasuraman K., Anbarasu M., Balamurugan K. XRD, FT-IR and SEM Study of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles Prepared by Hydrothermal Method, *Nano Vision*, 2015, vol. 5, no. 4–6, pp. 149–154.
9. Ali Sh. M., Galal A., Atta N. F., Shammakh Y. Toxic Heavy Metal Ions Removal from Wastewater by Nano-Magnetite: Case Study Nile River Water, *Egypt, J. Chem.*, 2017, vol. 60, no. 4, pp. 601–612.
10. Salviano L. B., Cardoso Th. M. S., Silva G. C. et al. Microstructural Assessment of Magnetite Nanoparticles (Fe_3O_4) Obtained by Chemical Precipitation Under Different Synthesis Conditions, *Materials Research*, 2018, vol. 21 (2). 7 p.
11. Santos-Durndell V. C., Peruzzolo T. M., Ucoski G. M., Ramos L. P., Nakagak S. Magnetically recyclable nanocatalysts based on magnetite: an environmentally friendly and recyclable catalyst for esterification reactions, *Biofuel Research J.*, 2018, vol. 18, pp. 806–812.
12. Himpel F. J., Ortega J. E., Mankey G. J., Willis R. F. Magnetic nanostructures, *Advances in Physics*, 1998, vol. 47, no. 4, pp. 511–597.
13. Ventura J. O. *Magnetic Nanostructures*, Department of Physics Faculty of Sciences of the University of Porto, 2006. 242 p.
14. Enders A., Skomski R., Honolka J. Magnetic surface nanostructures, *J. Phys. Condens. Matter*, 2010, vol. 22, 32 p.
15. Bennemann K. *Magnetic Nanostructures*. Institute of Theoretical Physics FU-Berlin, 2010. 67 p.
16. Levy J.-C. *Magnetic Structures of 2D and 3D Nanoparticles: Properties and Applications*. Pan Stanford Publishing Pte. Ltd., 2016. 19 p.
17. Korostil A., Krupa M. Spin Transport and Dynamics in Multilayer Magnetic Nanostructures, *American Journal of Nano Research and Applications*, 2018, vol. 6 (1), pp. 21–33.
18. Gibbs D.J. V. *Termodinamicheskie raboty*, Moscow, Leningrad: GITTL, 1950. 492 p. [in Russian].
19. Rysanov A. I. *Fazovye ravnovesiia i poverhnostnye iavleniia*. Leningrad: Himia, 1967. 346 p. [in Russian].

20. О́йра К., Lifshits V. G., Saranin A. A. et al. *Vvedenie v fiziký poverhnosti*. Moscow, Nauka, 2006. 490 p. [in Russian].
21. Chebotkevich L. A., Ermakov K. S., Ognov A. V., Pýstovalov E. V. Magnitnye svoystva massivov epitaksialnykh nanodiskov Co úpravannykh na atomarno-gladikih i vitsinalnykh podlojках Si, *Fizika tverdogo tela*, 2011, vol. 53, issue. 11, pp. 2152—2156. [in Russian].
22. Apakelian S. M., Kýtpovskaia S. V., Kýchepik A. O. et al. Spolzovanie metodov fraktalnoi geometrii dlia analiza morfologicheskikh svoystv i úpravleniia kachestvom polýchaemogo informatsionnogo massiva po rezýltatam izmerenii nanorazmernykh obektov s ispolzovaniem atomno-silovogo mikroskopa, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2011, № 4 (129), pp. 8—13 [in Russian].
23. Kartashev V. A. Vizýalizatsiia relefa poverhnosti v zondovoi mikroskopii, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2012, no. 10 (147), pp. 2—5 [in Russian].
24. Iýrov V. M., Gýchenko S. A., Laýrinas V. Ch. Tolina poverhnostnogo sloia, poverhnostnaia energiia i atomnyi obem elementa, *Fiziko-himicheskie aspekty izýcheniia klasterov, nanostrýktýr i nanomaterialov*, Tver: Tver. gos. ún-t, 2018, vyp. 10, pp. 691—699 [in Russian].
25. Iýrov V. M., Ibraev N. H., Gýchenko S. A. Eksperimentalnoe opredelenie poverhnostnogo natiajeniia nanochastits i nanoplenok, *Izvestiia vuzov. Fizika*, 2011, no. 1/3, pp. 334—338 [in Russian].
26. Li Y., Baberschke K. Dimensional crossover in ultrathin Ni(111) films on W(110), *Phys. Rev. Lett.*, 1992, vol. 68, pp. 1208—1211.
27. Arbýzova T. I., Naýmov S. V., Arbýzov V. L. i dr. Poverhnostny magnetizm nanokristallicheskogo monooksida medi, *Fizika tverdogo tela*, 2003, vol. 45, issue. 2, pp. 290—295 [in Russian].
28. Nikiforov V. N., Ignatenko A. N., Irhin V. Iý. Vliianie razmerov i poverhnosti na magnetizm nanochastits magnetita i maggemita, *JETF*, 2017, vol. 151, issue. 2, pp. 356—363 [in Russian].
29. Kan-Dapaah K., Rahbar N., Soboyejo W. Implantable magnetic nanocomposites for the localized treatment of breast cancer, *J. Appl. Phys.*, 2014, vol. 116, pp. 233505-1-11.
30. Sloika M. I., Sheka D. D., Kravchuk V. P. et al. Geometry induced phase transitions in magnetic spherical shel, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017, vol. 443, pp. 404—412.
31. Sýzdalev I. P. Magnitnye fazovye perehodia v nanoklasterah i nanostrýktýrah, *Rossiiskie nanotehnologii*, 2006, vol. 1, no. 1—2, pp. 46—57 [in Russian].
32. Yang H., Hasegawa D., Takahashi M., Ogawa T. Facile Synthesis Phase Transfer, and Magnetic Properties of Monodisperse Magnetite Nanocubes, *IEEE Trans. Magn.*, 2008, vol. 44, pp. 3895—3898.

УДК 661.571.1 + 539.23 + 621.3.049.771 + 681.586

DOI: 10.17587/nmst.21.352-367

В. Ю. Васильев, д-р хим. наук, проф., e-mail: vasilev@corp.nstu.ru,
Новосибирский государственный технический университет, зам. ген. директора, ООО "СибИС",
г. Новосибирск, Россия

ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК НИТРИДА КРЕМНИЯ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И МИКРОСИСТЕМНОЙ ТЕХНИКИ. ЧАСТЬ 8. ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА В ПЛЕНКАХ НА ИХ СВОЙСТВА

Поступила в редакцию 06.02.2019

Рассмотрено влияние водорода в составе тонких пленок нитрида кремния (ТПНК) на их свойства. Приведены количественные температурные зависимости концентрации водорода с концентрациями в ТПНК от 5 до 40 ат. % в зависимости от метода получения. Проанализированы данные о влиянии последующих за получением ТПНК термических обработок при длительном и быстром термических отжигах на концентрацию водорода и основные свойства ТПНК. Рассмотрены технологические подходы по управлению концентрацией водорода в пленках, получаемых методом плазмохимического осаждения с участием моносилана, аммиака и азота при низких температурах. При термообработках выделение молекулярного водорода из таких пленок происходит в интервале 400...800 °С как в окружающую среду, так и в никележащие материалы. С понижением содержания водорода в ТПНК начало его выделения происходит при более высоких температурах. Термообработки ТПНК приводят к изменениям структуры и физико-химических свойств пленок, в том числе показателя преломления и плотности пленок, скорости растворения в жидкостных травителях.

Ключевые слова: нитрид кремния, тонкие пленки, присутствие водорода, выделение водорода при нагревании, интегральные микросхемы, микросистемная техника

Введение

Тонкие пленки нитрида кремния (ТПНК) успешно применяют в технологиях полупроводниковых приборов, интегральных микросхем (ИМС) и микроэлектромеханических систем (МЭМС) [1—3]. В работе [4] систематизированы данные о шести основных методах получения ТПНК (далее в тексте они обозначаются цифрами 1—6, соответственно):

1) в реакторах проточного типа при химическом осаждении из газовой фазы (ХОГФ) с термической активацией [5];

2) в реакторах циклического действия при термически активированном атомно-слоевом осаждении (ТА-АСО) [6];

3) в реакторах проточного типа при плазмохимическом осаждении (ПХО) [7];

4) в реакторах проточного типа при плазмохимическом осаждении с активацией плазмой высокой плотности (ПХО с ПВП) [8];

5) в реакторах циклического действия при плазменной активации АСО (ПА-АСО) [9];

6) в реакторах проточного типа с каталитическим осаждением (К-ХОГФ) [10] при использовании термической реакции гидридов кремния и азота на раскаленной вольфрамовой нити.

Методы 1, 2 реализуются при температурах выше 500...800 °С, а методы 3–6 — при температурах подложки менее 400 °С. В настоящий момент времени методы 2, 5 далеки от зрелости и требуют дальнейших исследований, метод 6 имеет достаточно специфическое применение для гибких и прямоугольных подложек большой площади и рулонных материалов. Для практического применения в различных технологиях ИМС и МЭМС используют, в основном, методы 1 и 3 (существенно реже — метод 4, предназначенный для работы преимущественно со сложными рельефами и потому существенно сложнее и дороже).

Достоинством метода 1 является высокая температура осаждения ($T_d > \sim 700$ °С), позволяющая получать ТПНК, близкие по составу и свойствам к стехиометрическому материалу с химической формулой Si_3N_4 (далее С-ТПНК, соотношение $\text{Si}/\text{N} = 0,75$). Однако высокая температура осаждения и длительное время процесса ввиду малой скорости наращивания являются недостатками, так как приводят к значительному термическому бюджету процесса (в простейшем случае выражаемому как произведение температуры (в кельвинах) на длительность термической обработки (в секундах)). Термобюджет для пленок ТПНК толщиной 100 нм достигает значения $\sim 8 \cdot 10^6$ К·с, что приемлемо не для всех приборных технологий. Кроме того, свойства С-ТПНК фиксированы в узких пределах, например, значение растягивающих механических напряжений (σ) максимально и составляет $(1,2...1,8) \cdot 10^9$ Па [4].

При низких температурах осаждения формируются нестехиометричные кремний-азот-водородсодержащие тонкие пленки (далее КАВ-ТП), в которых соотношение Si/N может существенно отличаться от $\text{Si}/\text{N} = 0,75$ в обе стороны, а содержание водорода составляет десятки атомных процентов. Оценки термобюджета для методов 3 и 4 по данным [7, 8] дают порядок величин $\sim 4 \cdot 10^4$ К·с, что на несколько порядков меньше, чем для метода 1. Однако КАВ-ТП фактически не являются "нитридом кремния" в его классическом понимании (Si_3N_4) и, следовательно, сильно отличаются от него по свойствам. Варьированием условий получения КАВ-ТП по методу 3 возможно получать КАВ-ТП в широких диапазонах свойств [4], что делает их очень привлекательными для различных

технологий. Например, этим методом можно получать пленки сжимающего и растягивающего типов механических напряжений в широком диапазоне значений. Ввиду перечисленных преимуществ, а также относительной простоты и меньшей аппаратурной стоимости при реализации, для практического использования метод 3 представляет наибольший интерес среди низкотемпературных методов.

Формулировка проблемы

Обычная характеристика любых типов ТПНК термином "нитрид кремния" (под которым по умолчанию должен пониматься только С-ТПНК, Si_3N_4) не является правильным, поскольку в некоторых из них весьма значительным по концентрации компонентом является водород [1, 2]. Источником водорода являются исходные реагенты: гидриды кремния и азотсодержащие реагенты. Обнаружение водорода в ТПНК проводится неразрушающими методами инфракрасной (ИК) спектроскопии. Например, при ранних исследованиях использовался метод многократного нарушенного полного внутреннего отражения, требующий изготовления специальных призм из кремния [1]. Позднее был предложен метод ИК спектроскопии с преобразованием Фурье (*Fourier Transform Infra Red, FTIR spectroscopy*), позволяющий проводить быстрый анализ концентрации водорода [H] в любых типах ТПНК на стандартных подложках монокристаллического кремния [3, 11, 12]. В настоящее время последний метод рутинно используется в качестве экспресс-метода на полупроводниковых предприятиях.

В ИК спектрах ТПНК (в особенности это выражено для КАВ-ТП) кроме пика связей $\text{Si}-\text{N} \sim 850$ cm^{-1} , имеются пики связей $\text{Si}-\text{H}$ при ~ 2160 cm^{-1} и $\text{N}-\text{H}$ при ~ 3350 cm^{-1} . Обработка ИК спектров дает возможность оценивать связанный водород в виде относительных концентраций связей $[\text{Si}-\text{H}]$ и $[\text{N}-\text{H}]$. При наличии калибровочных данных, полученных разрушающими методами (например, ядерных реакций *Nuclear Reaction Analysis, NRA* [11], вторично-ионной масс-спектрометрии, ВИМС (*Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS*) [13]), возможно количественно оценивать концентрации $[\text{Si}-\text{H}]$, $[\text{N}-\text{H}]$ и, следовательно, суммарную концентрацию связанного водорода [H]. Разрушающими методами также возможно контролировать важное для многих технологий послойное распределение водорода в толще осажденных пленок.

Температура получения ТПНК является важнейшим технологическим параметром, определяющим состав пленок. Общепринятые усредненные значения [H] составляют: метод 1 — $\sim 4...8$ ат. % для $T_d = 700...800$ °С [5], метод 3 — < 40 ат. % для

$T_d = 250...350$ °C [7] и метод 4 — ~5,5...15 ат. % для $T_d = 200$ °C [8]. Построенная по данным публикаций [1, 7, 11—23] обобщенная температурная зависимость концентрации водорода для методов 1, 3, 4 приведена на рис. 1. Общий тренд возрастания концентрации водорода с понижением температуры осаждения очевиден. Разброс экспериментальных точек внутри очерченных пунктиром областей для разных методов осаждения (обозначены M1, M3, M4) обусловлен различием составов газовых смесей и параметрами плазмы (при высокой частоте возбуждения концентрация водорода до полутора раз выше, чем при низкой частоте). Приведенные данные указывают на то, что ввиду значительного содержания водорода в ТПНК для описания его реального состава в общем виде необходимо использовать формулу $Si_xN_yH_z$.

В большинстве приборных технологий тонкопленочные покрытия после получения подвергаются той или иной обработке при повышенных температурах T_a . В силу этого влияние последующих за осаждением ТПНК термических операций было предметом многих исследований. Термические отжиги ТПНК проводились в двух вариантах: при длительном изотермическом отжиге (*Furnace Anneal*, FA) и при быстром термическом отжиге (*Rapid Thermal Anneal*, RTA). Очевидны различия термического бюджета таких отжигов. Эксперименталь-

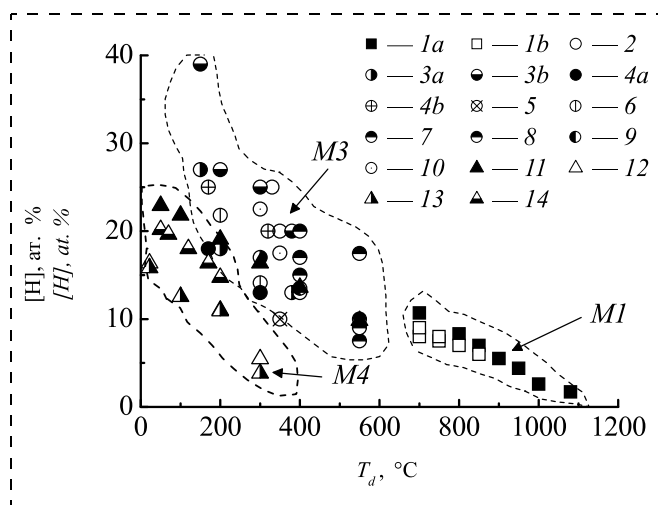


Рис. 1. Температурные зависимости концентрации водорода в ТПНК для различных методов их получения: 1a и 1b — метод 1 (M1, "классический" ХОГФ и "быстрый" термический ХОГФ, соответственно) [1, 14]; 2...10 — метод 3 (M3) [7, 11—19]; 11...14 — метод 4 (M4) [20—23]. Составы смесей по методу 3: 2, 3a, 6 — SiH_4-NH_3 ; 3b, 5 — SiH_4-N_2 ; 4a — SiH_4-H_2-Ar , 4b — SiH_4-H_2-He ; 7—10 — $SiH_4-NH_3-N_2$

Fig. 1. Temperature dependences of the hydrogen concentration in SiNH-TF for various methods of their preparation: 1a and 1b — method 1 (M1, "classical" LPCVD and "rapid" thermal LPCVD, respectively) [1, 14]; 2...10 — method 3 (M3) [7, 11—19]; 11...14 — method 4 (M4) [20—23]. The compositions of the mixtures according to method 3: 2, 3a, 6 — SiH_4-NH_3 ; 3b, 5 — SiH_4-N_2 ; 4a — SiH_4-H_2-Ar , 4b — SiH_4-H_2-He ; 7—10 — $SiH_4-NH_3-N_2$

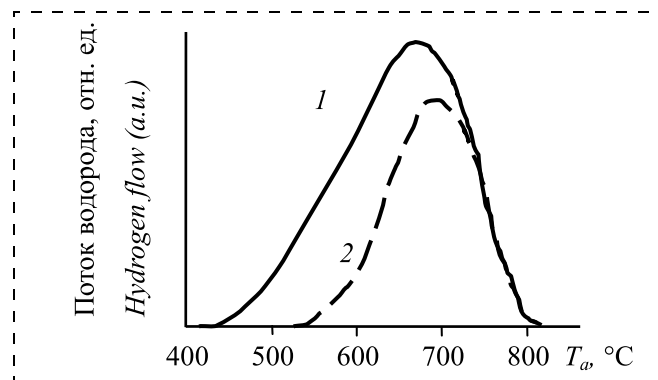


Рис. 2. Температурная зависимость потока водорода, выделяемого из КАВ-ТП, полученных по методу 3, при соотношениях $[N_2]/([N_2] + [NH_3])$ 0,75 (1) и 0,85 (2) (по данным [24])

Fig. 2. Temperature dependence of the flow of hydrogen emitted from SiNH-TF, prepared by method 3, at the correlations $[N_2]/([N_2] + [NH_3])$ of 0.75 (1) and 0.85 (2) (according to data of [24])

но обнаружено, что при термообработках КАВ-ТП происходит выделение водорода из пленок. Например, при масс-спектрометрической регистрации в газовой фазе выделяющегося из нагреваемой КАВ-ТП потока водорода обнаруживается несимметричная куполообразная зависимость (см. пример на рис. 2) [24]. При этом важно, что температуры начала выделения водорода из КАВ-ТП (T_b) обнаружили зависимость от состава используемых газовых смесей, различаясь примерно на 100 °C. В то же время кривые спада выделения водорода совпадают, а полное прекращение выделения водорода происходит при примерно 800 °C.

Постановка задачи

Вопросы присутствия водорода в ТПНК, а также его диффузии наружу в ходе последующих термических обработок привлекали внимание исследователей многие годы. При этом существенно большую значимость имеет возможность проникновения водорода в нижележащие материалы, что может оказывать существенное влияние на характеристики приборов.

Применительно к технологиям ИМС водород рассматривается как нежелательный компонент ТПНК. Рассмотрим несколько примеров. С увеличением концентрации водорода в КАВ-ТП, полученных по методу 3, возрастали деформации алюминиевой металлизации, поверх которой наносился КАВ-ТП с последующим отжигом при 450 °C [25]. Использование КАВ-ТП в качестве стоп-слоев для травления предметаллического диэлектрика (борофосфосиликатного стекла) с пониженной концентрацией водорода (около 8 ат. % вместо ~16 ат. %) [13, 14], а также почти полное исключение связей Si—H путем использования в качестве исходных веществ хлоридов кремния [26] позволило решить проблему сдвига пороговых напря-

жений p -канальных транзисторов за счет проникновения бора от p^+ -электрода затвора в область канала через затворный диоксид кремния. При использовании в многоуровневой системе металлизации ИМС сочетания КАВ-ТП и фторированного диоксида кремния (материала с пониженной диэлектрической постоянной), снижение [Н] в КАВ-ТП снижало возможность образования на границе раздела этих материалов нежелательного фтористого водорода [18]. Как следствие из вышесказанного, применительно к технологиям ИМС концентрацию водорода старались снижать либо выбором соответствующих процессов осаждения, либо оптимизацией характеристик процессов. При этом в качестве эталона служили С-ТПНК, полученные по методу 1. С другой стороны, значительное присутствие водорода в КАВ-ТП, полученных методом 3, использовали, например, для пассивации тонкопленочных транзисторов и солнечных элементов путем отжига покрытий при повышенных температурах [2, 19, 27].

Таким образом, задача контроля и исследования концентрации водорода в ТПНК и его влияния на свойства пленок после осаждения и при последующих термических обработках определенно является актуальной и составляет предмет настоящего обобщения. При этом автор хотел бы отметить, что в проанализированной литературе описаны различные методы анализа концентраций водорода, различные подходы к организации эксперимента и количественной обработке результатов измерений. В силу этого полученные авторами абсолютные величины концентраций водорода представляют скорее факультативный интерес. Основное внимание в работе уделялось сравнительному анализу и выявлению трендов изменения концентрации водорода и оценке их влияния на свойства ТПНК.

Влияние водорода на основные физико-химические свойства ТПНК

Одним из важнейших физических параметров тонких пленок является их плотность, хотя напрямую она и не является предметом постоянного технологического контроля в производстве. Данных по плотности ТПНК в литературе немного. Построенные по данным литературы температурные тренды плотности ТПНК для различных методов их получения приведены на рис. 3; там же показаны принятые усредненными значения плотности по данным обобщений [4, 5, 7, 8]: метод 1 — $\sim 3,0$ г/см³; метод 3 — $\sim 2,6$ г/см³; метод 4 — $\sim 2,9$ г/см³. Можно видеть очевидный тренд возрастания плотности до справочного значения объемного нитрида кремния 3,1 г/см³. Этот тренд в целом является обратным тренду на рис. 1. Анализ литературных данных

по корреляции влияния водорода на плотность пленок приведен на рис. 4 и показывает обратную зависимость плотности от концентрации водорода в ТПНК. Очевидно, что причиной изменений плотности являются изменения состава ТПНК. Отметим, что при анализе плотности КАВ-ТП необходимо принимать во внимание возможность отличия их состава по соотношению Si/N, а обо-

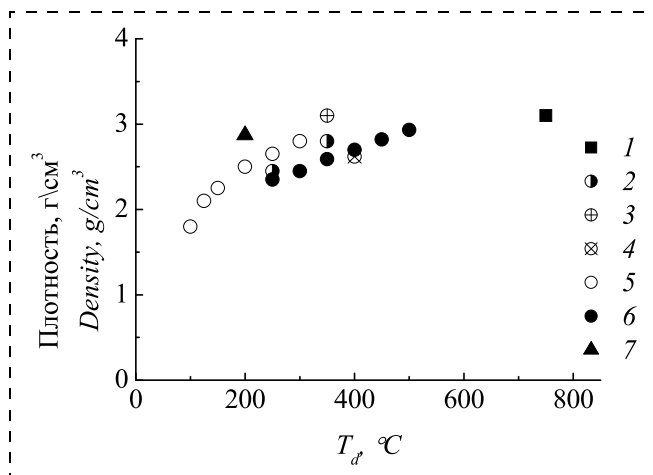


Рис. 3. Температурные зависимости плотности в ТПНК для различных методов их получения: 1 — метод 1 (ХОГФ) [7]; 2...6 — метод 3 (ПХО) [7, 16, 18, 28, 29]; 7 — метод 4 (ПХО с ПВП) [8]. Составы смесей по методу 3: 3 — SiH₄-N₂, 4, 5 — SiH₄-NH₃-N₂, 6 — SiH₄-NH₃

Fig. 3. Temperature dependences of density in SNTF for various methods of their preparation: 1 — method 1 (LPCVD) [7]; 2...6 — method 3 (PECVD) [7, 16, 18, 28, 29]; 7 — method 4 (HDP-CVD) [8]. The compositions of mixtures according to method 3: 3 — SiH₄-N₂, 4, 5 — SiH₄-NH₃-N₂, 6 — SiH₄-NH₃

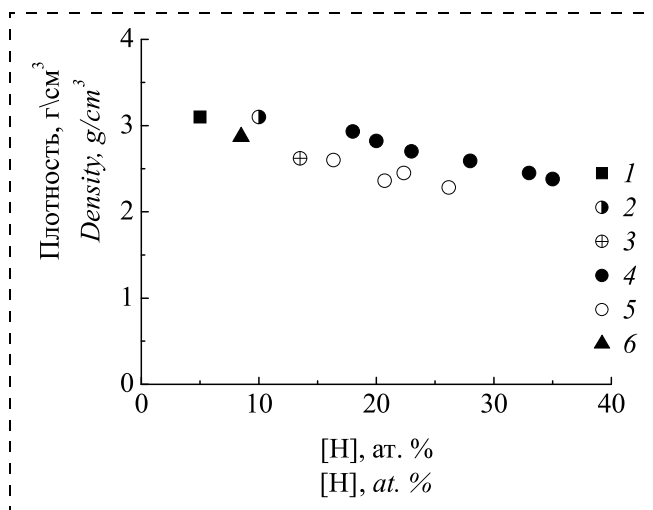


Рис. 4. Корреляция плотности ТПНК и концентрации в них водорода: 1 — метод 1 (ХОГФ) [7]; 2...5 — метод 3 (ПХО) [7, 16, 18, 29, 30]; 6 — метод 4 (ПХО с ПВП) [8]. Составы смесей по методу 3: 2 — SiH₄-N₂; 3, 5 — SiH₄-NH₃-N₂, 4 — SiH₄-NH₃

Fig. 4. Correlation of SNTF density and concentration of hydrogen in them: 1 — method 1 (LPCVD) [7]; 2...5 — method 3 (PECVD) [7, 16, 18, 29, 30]; 6 — method 4 (HDP-CVD) [8]. The compositions of the mixtures according to method 3: 2 — SiH₄-N₂; 3, 5 — SiH₄-NH₃-N₂, 4 — SiH₄-NH₃

гашение пленок по кремнию также приводит к снижению их плотности.

Установлено, что скорость растворения ТПНК в травителях на основе фтористоводородной кислоты (V_{etch}) пропорциональна $[H]$. Поскольку скорость растворения контролировать существенно проще, имеется большое количество опубликованных экспериментальных данных, начиная с самых первых публикаций [11, 15]. Многочисленные опубликованные в работе [15] экспериментальные данные в целом следуют примерному соотношению $V_{etch} \approx 0,99^{0,23[H]}$ [7].

Обнаружено, что механические напряжения в КАВ-ТП радикально отличаются от таковых для С-ТПНК [4]. Для С-ТПНК характерны механические напряжения растяжения порядка нескольких гигапаскалей. Для КАВ-ТП, полученных методом 3, данные [31] показывают возможность изменения механических напряжений в диапазоне от -10^8 Па (сжимающий тип) до $+10^8$ Па (растягивающий тип) путем варьирования параметров процессов осаждения: частоты и мощности плазменного разряда, размера зазора между электродами, температуры осаждения, давления, состава газовой смеси. Сжимающий тип напряжений больше характерен для низких частот плазменного разряда. Надежно многократно подтвержденных данных о корреляции типа и значений механических напряжений с концентрацией водорода в КАВ-ТП в литературе не найдено. В работах [31, 32] отмечалось отсутствие какой-либо подобной взаимосвязи. В [33] отмечался тренд в пределах от $-4 \cdot 10^8$ до $+4 \cdot 10^8$ Па при изменении концентрации водорода в диапазоне 7...12 ат. %, причем этот тренд авторы связали с увеличением $[N-H]$.

Минимизация концентрации водорода при плазменном осаждении КАВ-ТП

Процессы осаждения по методу 3 являются наиболее многофакторными среди рассмотренных в работе (см. табл. 1 в [7]). По совокупности данных проанализированных публикаций для снижения $[H]$ при получении ТПНК целесообразно использовать: максимально допустимую температуру осаждения; газовые смеси с минимальным содержанием аммиака и с максимальным содержанием азота; в качестве газа-разбавителя гелий; низкие частоты генерации плазмы или комбинацию низких и высоких частот; удаленную плазму повышенной мощности. Вариант многослойного осаждения покрытия методом 3 [34] (в том числе с промежуточными обработками каждого тонкого слоя плазменным разрядом или ультрафиолетовым облучением при той же температуре [35]) дал возможность минимизировать содержание водорода и

получить пленки с растягивающими напряжениями большего значения.

Помимо этого, интересным представляется вариант модернизации оборудования для ПХО [18], где были применены расширяющиеся конические по форме отверстия в душевой распределительной системе (showerhead) взамен цилиндрических отверстий. По мнению авторов, это дало существенное улучшение диссоциации аммиака, что предотвращало возможность формирования дисилана из моносилана в ходе плазменной реакции при недостатке диссоциировавшего аммиака. В результате, вместо связей Si—H в пленке формируются группы $Si(NH_2)_4$ и $-Si(NH_2)_3$ только со связями N—H [18, 36].

Поведение водорода при термических отжигах ТПНК

Поведение водорода в ТПНК при высокотемпературных отжигах было исследовано в ряде публикаций, например, в [20, 24, 27, 37—41]. Рассмотрим наиболее информативные из них.

Авторы [20] исследовали пленки, полученные в удаленной микроволновой плазме с использованием смесей SiH_4-NH_3 и SiH_4-ND_3 . В диапазоне температур 50...550 °C концентрация водорода снижалась линейно от $2 \cdot 10^{22}$ до $6 \cdot 10^{21}$ ат./см³. При этом источником 70...80 % связанного в пленке водорода является аммиак. С помощью метода программируемой термодесорбции была установлена температура начала диффузии водорода из пленок, составившая 620 °C.

Авторы [24] исследовали закономерности выделения водорода при термических отжигах КАВ-ТП с помощью масс-спектрометрии и ИК спектроскопии образцов КАВ-ТП, полученных из смесей 1 % $SiH_4/He-NH_3-N_2$ при 350 °C при различных соотношениях $[N_2]/[N_2 + NH_3]$ и $[N_2 + NH_3]/[SiH_4]$. Нагрев до 1000 °C со скоростью 20 °C/мин проводился с помощью встроенного в высоковакуумную масс-спектрометрическую установку нагревателя. Авторы зарегистрировали куполообразные температурные зависимости с началом выделения потока водорода в интервале температур 440...530 °C, максимумами при температурах 670...700 °C и окончанием выделения водорода при 800 °C (см. рис. 2). При этом с ростом концентрации аммиака в смеси концентрация выделяемого водорода возрастала, а начало выделения смещалось в сторону снижения температуры. После отжига часть водорода оставалась в пленке. Авторы отметили, что перед началом диффузии водорода из КАВ-ТП начинала происходить перестройка их структуры, а с понижением концентрации водорода в исходных КАВ-ТП термостабильность пленок возрастала. При отжигах связи Si—H оказались более термо-

стабильными, чем связи N—H, а связи SiH₂ и NH₂ обнаруживали большую стабильность, чем одинарные связи.

В работе [25] проведено исследование выделения водорода из образцов КАВ-ТП при их нанесении на кремний и алюминий методом 3 при температурах около 300 °С. Нагревание проводили до 800 °С (аномально высокая температура для алюминия) в азоте со скоростью 5 °С/мин. Выделение водорода обнаруживалось при температуре выше 400 °С, однако до температур 500 °С отнесено авторами к десорбции молекулярного водорода, поскольку никаких изменений в концентрациях связей Si—H и N—H в КАВ-ТП не наблюдалось. Интенсивное выделение водорода при температурах отжига >500 °С связывали с уменьшением [N—H]. Интересно отметить, что для образцов на алюминии при температурах около 600...650 °С наблюдались резкие пики выделяемого водорода, объясненные авторами образованием в КАВ-ТП пузырей с трещинами, в которых накапливался водород.

Автор [37] исследовал влияние отжигов различных типов ТПНК в форминг-газе. Для образца КАВ-ТП, полученного по методу 3 при 300 °С с начальной концентрацией водорода 21 ат. %, концентрации водорода для температур отжига 400, 600 и 800 °С составляли 19,5, 10 и 3,9 ат. %, соответственно.

По данным [38] минимальные изменения состава и указанных выше основных свойств после отжигов обнаружили С-ТПНК. Уменьшение концентрации водорода в С-ТПНК (классический метод аммонолиза дихлорсилана при $T_d = 700$ °С) после РТА в кислороде при 1000 °С, 30 с, при послойном анализе методом NRA составило минус 15 % от исходного уровня $2,4 \cdot 10^{21}$ ат/см³; при этом в нижележащем слое диоксида кремния водород обнаружен не был. Однако анализ КАВ-ТП (SiH₄—NH₃—Ar, 350 °С) после аналогичного отжига дал снижение концентрации водорода от исходной $\sim 1,8 \cdot 10^{22}$ до $\sim 8 \cdot 10^{21}$ ат/см³, т. е. — более 50 %. При этом обнаруженная в нижележащем слое диоксида кремния концентрация водорода $\sim 7 \cdot 10^{21}$ ат/см³ равномерно распределялась по глубине более 600 нм.

В работе [39] исследовали пленки КАВ-ТП, включая обогащенные по кремнию, на предмет закономерностей выделения водорода при РТА в азоте в течение 30 с. Установлено, что для обогащенного кремнием КАВ-ТП выделение водорода начинается примерно при 600 °С, в то время как для "обычного" КАВ-ТП — при 400 °С. В обогащенных по кремнию составах до начала выделения водорода из пленок при отжиге имело место снижение [N—H] и нарастание [Si—H], что было объяснено авторами переходом N—H-связей в Si—H-связи. При температурах выше 600 °С наблюдалось снижение и тех и других.

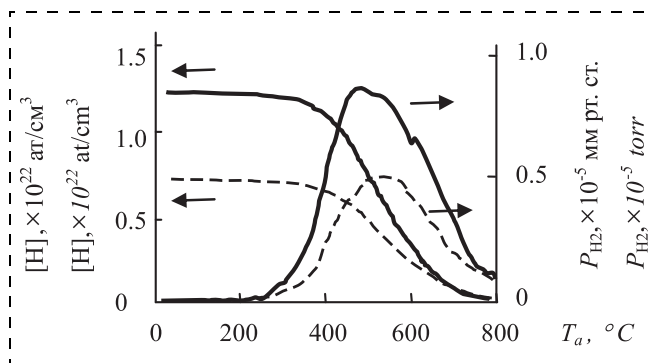


Рис. 5. Спектры термодесорбции водорода (P_{H_2}) и изменения концентрации водорода в пленках ($[H]$) при термическом отжиге для образцов КАВ-ТП, полученных при 300 °С (сплошные линии) и 400 °С (штриховые линии) [41]

Fig. 5. Spectra of the thermal desorption of hydrogen (P_{H_2}) and variations in the concentration of hydrogen in the films ($[H]$) during the thermal annealing for the SiNH-TF samples prepared at 300 °С (solid lines) and 400 °С (dashed lines) [41]

Авторы работы [40] для образцов КАВ-ТП, полученных при 200 °С в удаленной плазме в избытке аммиака, установили температуру начала выделения водорода при РТА ~ 500 °С, к сожалению, не указав общее содержание водорода в образцах. Показано быстрое выделение водорода из КАВ-ТП при отжиге, что позволяет сопоставлять данные для разных типов отжигов.

В работе [41] исследовали изменения парциального давления водорода (P_{H_2} , мм рт. ст.) при его термодесорбции из КАВ-ТП при нагревании со скоростью 5 °С/мин и изменение концентрации водорода в этих пленках методом ИК спектроскопии. Образцы получали из смеси SiH₄—NH₃—N₂ при 300 и 400 °С; начальные концентрации водорода в пленках составляли $1,2 \cdot 10^{22}$ и $0,7 \cdot 10^{22}$ ат/см³. Результаты приведены на рис. 5. Десорбция водорода в газовую фазу существенно больше для низкотемпературного образца. Это коррелирует с данными рис. 1 по возрастанию концентрации водорода с понижением температуры осаждения. Максимум на кривой для низкотемпературного образца смещен примерно на 70 °С влево в область низких температур в сравнении с образцом, полученным при 400 °С.

Отметим, что в отличие от приведенных на рис. 2, спектры термодесорбции на рис. 5 обнаружили примерно одинаковую температуру начала процесса десорбции около 300 °С и несовпадение спадающих участков кривых при высоких температурах. В то же время данные рис. 5 подтверждают выделение водорода из КАВ-ТП и падение его концентрации в пленках практически до нуля при температуре около 800 °С.

Анализ динамики изменения кривых концентрации водорода в пленках (левая ось графика на рис. 5) показал отличия от данных по термодесорб-

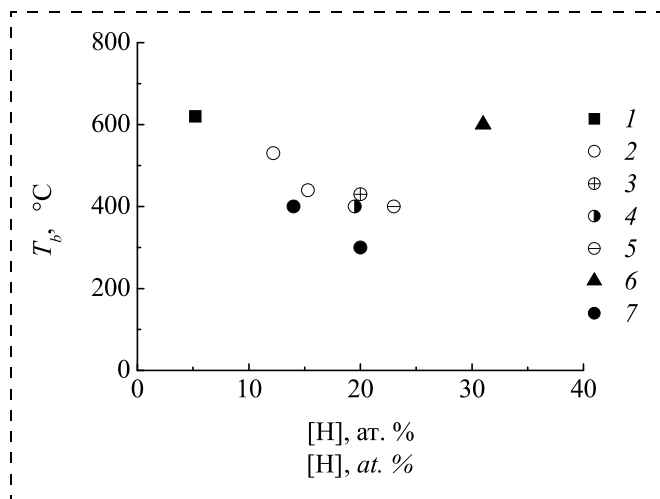


Рис. 6. Взаимосвязь температуры начала выделения водорода из КАВ-ТП (T_b) при продолжительном (FA) или быстром (RTA) термическом отжиге с начальной концентрацией водорода в КАВ-ТП: 1 — FA [20]; 2 — FA [24]; 3 — RTA [27]; 4 — FA [37]; 5, 6 — RTA [39]; 7 — FA [41]. Образец 6, выпадающий из тренда, представляет собой обогащенный кремнием КАВ-ТП [39]

Fig. 6. Interrelation of the temperature of the beginning of emission of hydrogen from SiNH-TF (T_b) at prolonged (FA) or rapid (RTA) thermal annealing with the initial concentration of hydrogen in SiNH-TF: 1 — FA [20], 2 — FA [24], 3 — RTA [27], 4 — FA [37], 5, 6 — RTA [39], 7 — FA [41]. Sample 6, falling out of the trend, is a SiNH-TF enriched with silicon [39]

ции (правая ось графика на рис. 5). Для температур осаждения 300 и 400 °С снижение концентраций водорода начиналось при ~300 и 400 °С, соответственно, т. е. фактически при температурах осаждения. С учетом информации [24] о перестройке пленок в начале выделения водорода это указывает на возможность определения точки начала выделения водорода T_b и по изменениям свойств пленок при отжигах, например по показателю преломления или значению усадки [27].

Совокупность проанализированных данных позволяет оценить взаимосвязь температуры начала выделения водорода из пленки (или изменения каких-либо физических свойств) с суммарной концентрацией водорода в КАВ-ТП (рис. 6). Отметим, что представленные результаты для длительного (FA) и быстрого (RTA) отжига хорошо укладываются в тренд снижения температуры начала выделения водорода при увеличении его концентрации в КАВ-ТП. Действительно, КАВ-ТП с начальной [H] ~20 ат. % начинают выделять водород даже при 400 °С. Логично предполагать, что такие пленки более подвержены структурным преобразованиям даже при очень низкой температуре отжига. Представляется, что это объясняет эффективность использования варианта многослойного осаждения покрытий с промежуточными отжигами тонких слоев при тех же температурах. Напротив, пленки с меньшим содержанием водорода являются более стабильными.

В заключение данного подраздела отметим, что во многих публикациях (см., например, [20, 24, 25, 37, 39, 40, 42, 43]) были предприняты попытки объяснения происходящих при нагревании КАВ-ТП процессов. Ввиду доступности и простоты преимущественно использовался метод FTIR. В ИК спектрах изучали интенсивности пиков (или площади под этими пиками) связей Si—H при ~2160 cm^{-1} и N—H при ~3350 cm^{-1} . Далее проводили сопоставление температурных зависимостей изменения [Si—H] и [N—H] и, на их основании — общей концентрации [H]. В работе [20] также использовали частично дейтерированные КАВ-ТП за счет применения при получении пленок ND_3 ; соответственно, помимо Si—H и N—H исследовали также пики Si—D, N—D при 2480 и 1585 cm^{-1} .

Ввиду многофакторности методов получения КАВ-ТП, режимов отжига и экспериментальных аналитических методик подробный анализ вопроса выходит за рамки настоящей публикации. Краткие итоги исследований могут быть представлены следующим образом: выделение молекулярного водорода при низких температурах отжига лимитируется концентрацией связей [Si—H] и охарактеризовано схемой реакции $\equiv\text{Si}-\text{H} + =\text{N}-\text{H} \rightarrow \equiv\text{Si}-\text{N} + \text{H}_2$; при более высоких температурах этот процесс идет быстрее, и уже в отсутствие связей Si—H выделение молекулярного водорода обусловлено образованием в пленке газообразного аммиака по схеме: $=\text{N}-\text{H} + 2(-\text{H}) \rightarrow \text{NH}_3$.

Влияние термических отжигов на основные физико-химические свойства ТПНК

Авторами работ [27, 44–46] при отжигах FA и RTA отмечено возрастание показателя преломления и усадки в пределах 10...15 %, отмечалось снижение на порядок скоростей растворения в жидких травителях на основе фтористоводородной кислоты. Все это свидетельствовало об уплотнении пленок по ходу отжига, которое в работе [44] в координатах изменения толщины пленки от обратной температуры охарактеризовано энергией активации 0,47 eV.

В работах [18, 25] приведены данные об изменениях механических напряжений при термических отжигах. Примеры температурных зависимостей механических напряжений приведены на рис. 7, а, б для режимов нагрев-охлаждение КАВ-ТП, что показано стрелками вправо-влево, соответственно. Представляется, что приведенные данные указывают, что величины гистерезиса механических напряжений больше для образцов с повышенным содержанием водорода (к ним, в частности, относятся образцы, получаемые в плазме аммиака). При этом на рис. 7, а существенные отклонения обнаруживаются при температурах

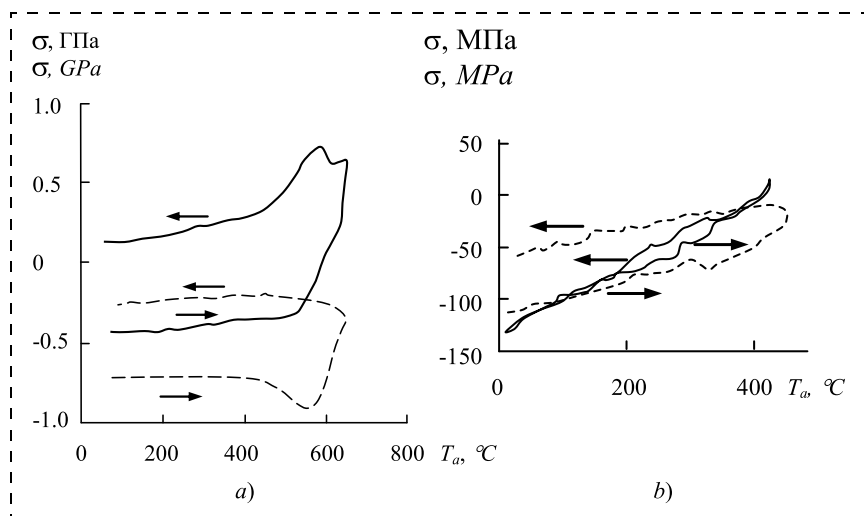


Рис. 7. Температурные зависимости механических напряжений в КАВ-ТП, полученных по методу 3: *a* — по данным [18] для смесей $\text{SiH}_4\text{—NH}_3\text{—N}_2$ (сплошная линия) и $\text{SiH}_4\text{—N}_2$ (пунктирная линия) и *b* — по данным [25] для КАВ-ТП с концентрациями водорода 13,5 ат. % (сплошная линия) и 19,5 ат. % (штриховая линия)

Fig. 7. Temperature dependences of mechanical stresses in SiNH-TF obtained by method 3: *a* — according to data of [18] for mixtures $\text{SiH}_4\text{—NH}_3\text{—N}_2$ (solid line) and $\text{SiH}_4\text{—N}_2$ (dashed line) and *b* — according to data of [25] for SiNH-TF with the hydrogen concentrations of 13.5 at. % (solid line) and 19.5 at. % (dotted line)

> 500 °С, что очевидно коррелирует с началом выделения водорода из пленок [25].

Заключение

Тонкие пленки, называемые "нитрид кремния", могут содержать значительную концентрацию водорода, которая определяется температурой осаждения и применяемым методом получения. Водород присутствует в пленках в связанном состоянии и обнаруживается с помощью неразрушающего метода ИК спектроскопии в виде связей Si—Н и N—Н. Наименьшие концентрации водорода имеют место для С-ТПНК при ХОГФ (метод 1), а также при получении КАВ-ТП в плазме высокой плотности (метод 4). Максимальные концентрации водорода в ТПНК характерны для метода осаждения по методу 3, который является наиболее многофакторным среди рассмотренных в настоящей работе. Для снижения концентрации водорода при получении по методу 3 целесообразно использовать максимально допустимую температуру осаждения; минимизировать содержание аммиака в газовой смеси, в качестве газа-разбавителя использовать гелий; использовать низкие частоты генерации плазмы или комбинацию низких и высоких частот; применять удаленную плазму повышенной мощности. Снижать концентрацию водорода позволяет прием многослойного осаждения с промежуточными обработками каждого тонкого слоя плазменным разрядом или ультрафиолетовым облучением при той же температуре.

Важным для технологии приборов является выделение водорода из ТПНК при его нагрева-

нии, например, в ходе последующих за осаждением термических обработок при повышенных температурах. Выделение молекулярного водорода из КАВ-ТП, полученных по методу 3, начинается при температуре выше 400 °С и заканчивается при 800 °С. При этом с понижением содержания водорода начало его выделения происходит при более высоких температурах. Выделение водорода происходит как в окружающую среду, так и в нижележащие слои, что может оказывать как негативное, так и позитивное влияние на характеристики приборов. При выделении водорода в ходе термического отжига происходят изменения структуры и физико-химических свойств КАВ-ТП, в том числе показателя преломления пленок, плотности пленок, скорости растворения в жидкостных травителях. Информация о

том, что процессы нагревания КАВ-ТП приводят к существенным изменениям значений (и типа) механических напряжений тонких пленок указывает на необходимость проведения исследований в данном направлении с учетом многофакторности процессов получения пленок ТПНК.

Список литературы

1. Silicon nitride in Electronics / Edited by A. V. Rzhанov. Elsevier Science Publishers B. V., 1988. 263 p.
2. Gmelin Handbook of Inorganic and Organometallic Chemistry. Silicon Supplement. Vol. B 5 c. Silicon Nitride in Microelectronics and Solar Cells / Edited by A. Pebler. 8th Ed., Berlin Heidelberg: Springer-Verlag GmbH, 1991. 401 p.
3. Ting C. H. Inorganic Dielectrics // In Handbook of Multilevel Metallization for Integrated Circuits. Eds. S. R. Wilson, C. J. Tracy, J. L. Freeman. Park Bridge, NJ.: Noyes Publications: 1993. P. 202—273.
4. Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 7. Обобщение информации по методам осаждения и особенностям пленок // Нано- и микросистемная техника. 2019. Т. 21, № 3. С. 131—142.
5. Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 1. Термически активированные процессы в проточных реакторах // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 5. С. 287—296.
6. Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 2. Термически активированные процессы в реакторах циклического действия // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 6. С. 329—339.
7. Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 3. Плазмоактивированные процессы в проточных реакторах // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 9. С. 542—554.

8. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 4. Процессы в проточных реакторах с активацией плазмой высокой плотности // *Нано- и микросистемная техника*. 2018. Т. 20, № 10. С. 585—595.
9. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 5. Плазмоактивированные процессы в реакторах циклического действия // *Нано- и микросистемная техника*. 2018. Т. 20, № 11. С. 659—675.
10. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 6. Каталитическое осаждение в проточных реакторах // *Нано- и микросистемная техника*. 2019. Т. 21, № 1. С. 3—13.
11. **Lanford W. A., Rand M. J.** Hydrogen content of plasma-deposited silicon nitride // *J. Appl. Phys.* 1978. Vol. 49, N. 4. P. 2473—2477.
12. **Jonak-Auer I., Meisels R., Kechar F.** Determination of the hydrogen concentration of silicon nitride layers by Fourier transform infrared spectroscopy // *Infrared Phys. and Technol.* 1997. Vol. 38. P. 223—226.
13. **Wang C. Y., Lim E. H., Vassiliev V. Y., et al.** Hydrogen concentration analysis in sequentially deposited thin films and application of surface charge analysis technique for fast and non-destructive characterization of PECVD silicon nitride // *Proc. 17th Intern. VLSI Multilevel Interconnection Conf. (VMIC)*. Santa Clara, California (USA). June 2000. P. 411—413.
14. **Wang C. Y., Lim E. H., Liu H., et al.** Hydrogen concentration analysis in PECVD and RTCVD silicon nitride thin films and its impact on device performance // *Mat. Res. Soc. Proc.* Vol. 664. 2001. P. A8.5.1—A8.5.6.
15. **Chow R., Lanford W. A., Wang K.-M., et al.** Hydrogen content of a variety of plasma-deposited silicon nitrides // *J. Appl. Phys.* 1982. Vol. 53, N. 8. P. 5630—5633.
16. **Allaert K., Casler A. V., Loos H., et al.** A comparison Between Silicon Nitride Films Made by PCVD N_2 - SiH_4 /Ar and N_2 - SiH_4 -He // *J. Electrochem. Soc.* 1985. Vol. 132, N. 7. P. 1763—1766.
17. **Reynes B., Bruyere J. C.** PECVD silicon nitrides with low hydrogen content // *Sensors and Actuators A*. 1992. Vol. 33, N. 1—2. P. 25—38.
18. **Lee A. S., Rajagopalan M. N., Le M., et al.** Development and Characterization of a PECVD Silicon Nitride for Damascene Applications // *J. Electrochem. Soc.* 2004. Vol. 151, N. 1. P. F7—F9.
19. **Lipinski M.** Silicon nitride for photovoltaic application // *Arch. Mater. Sci. Eng.* 2010. Vol. 46, N. 2. P. 69—87.
20. **Kotecki D. E., Chapple—Sokol J. D.** Hydrogen incorporation in silicon nitride films deposited by remote electron cyclotron resonance chemical vapor deposition // *J. Appl. Phys.* 1995. Vol. 77, N. 3. P. 1284—1293.
21. **Lapeyrate M., Besland M. P., Meva'a C., et al.** Silicon nitride thin films deposited by electron cyclotron resonance plasma-enhanced chemical vapor deposition // *J. Vac. Sci. Technol. A*. 1999. Vol. 17, N. 2. P. 433—444.
22. **Han S.-S., Jun B.-H., No K., et al.** Preparation of a α - SiN_x Thin Film with Low Hydrogen Content by Inductively Coupled Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition // *J. Electrochem. Soc.* 1998. Vol. 145, N. 2. P. 652—658.
23. **Kim H., Lee Y., Ra Y., et al.** Low Temperature Silicon Nitride Deposition by Inductively Coupled Plasma CVD for GaAs Applications // *ECS Trans.* 2007. Vol. 6, N. 3. P. 531—547.
24. **Bruyere J. C., Reynes B., Savall C., et al.** Annealing of silicon nitride thin films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition with helium dilution // *Thin Solid Films*. 1992. Vol. 221. P. 65—71.
25. **Kikkawa T., Endo N.** Influence of hydrogen evolution from plasma-deposited silicon nitride on underlying aluminum deformations // *J. Vac. Sci. Technol. B*. Vol. 11, N. 2. P. 228—233.
26. **Tanaka M., Saida S., Mizushima I., et al.** Suppression of SiN-Induced Boron Penetration by Using SiH-Free Silicon Nitride Films Formed by Tetrachlorosilane and Ammonia // *IEEE Trans. Electron. Dev.* 2002. Vol. 49, N. 9. P. 1526—1531.
27. **Cai L., Rohatgi A., Yang D., et al.** Effect of thermal anneal on refractive index and hydrogen content of plasma-enhanced chemical vapor deposited silicon nitride films // *J. Appl. Phys.* 1996. Vol. 80, N. 6. P. 5384—5388.
28. **Walmsley B. A., Liu Y., Hu X. Z., et al.** Effect of deposition temperature on mechanical and physical properties of silicon nitride films // *J. Appl. Phys.* 2005. Vol. 98. Article ID 044904. P. 1—6.
29. **Dekkers H. F.W., Beaucarne G., Hiller M., et al.** Molecular hydrogen formation in hydrogenated silicon nitride // *Appl. Phys. Lett.* 2006. Vol. 89. Article ID 211914 (3 p.).
30. **Benoit D., Regolini J., Morin P.** Hydrogen desorption and diffusion in PECVD silicon nitride. Application to passivation of CMOS active pixel sensors // *Microelectron. Eng.* 2007. Vol. 84, N. 9—10. P. 2169—2172.
31. **Claassen W. A. P.** Ion Bombardment-Induced Mechanical Stress in Plasma-Enhanced Deposited Silicon Nitride and Oxynitride Films // *Plasma Chem. Plasma Proc.* 1987. Vol. 7, N. 1. P. 109—124.
32. **Taylor J. A.** The mechanical properties and microstructure of plasma enhanced chemical vapor deposited silicon nitride films // *J. Vac. Sci. Technol. A*. 1991. Vol. 9, N. 4. P. 2464—2468.
33. **Colter T., Chapple-Sokol J.** High Quality Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposited Silicon Nitride Films // *J. Electrochem. Soc.* 1993. Vol. 140, N. 7. P. 2071—2075.
34. **Yota J.** Effect of Deposition Method of PECVD Silicon Nitride as MIM Capacitor Dielectric for Gas As HNT Technology // *ECS Trans.* 2011. Vol. 35, N. 4. P. 229—240.
35. **Fisher T., Prager L., Hohage J. et al.** A two-step UV curing process for producing high tensile stressed silicon nitride layers // *Mat. Res. Soc. Proc.* 2012. Vol. 1455. DOI: 10.1557/opl.2012.1348.
36. **Knight T. J., Greve D. W., Cheng X., et al.** Real-Time Multivariable Control of PECVD Silicon Nitride Film Properties // *IEEE Trans. Semicond. Manuf.* 1997. Vol. 10, N. 1. P. 137—146.
37. **Nguyen S. V.** Effect of Si—H and N—H Bonds on Electrical Properties of Plasma Deposited Silicon Nitride and Silicon Oxynitride Films // *J. Electron. Mater.* 1987. Vol. 16, N. 4. P. 275—281.
38. **Xie J. Z., Murarka S. P., Guo X. S., et al.** Stability of hydrogen in silicon nitride films deposited by low-pressure and plasma-enhanced chemical vapor deposition techniques // *J. Vac. Sci. Techn. B*. 1989. Vol. 7, N. 2. P. 150—152.
39. **He S. S., Shannon V. L.** Hydrogen Diffusion and Redistribution in PECVD Si-Rich Silicon Nitride during Rapid Thermal Annealing // *Proc. 4th Int. Conf. on Solid-State and IC Technol.*, 1995. P. 269—271.
40. **Boehme C., Lucovsky G.** Dissociation reactions of hydrogen in remote plasma-enhanced chemical-vapor-deposition silicon nitride // *J. Vac. Sci. Technol. A*. 2001. Vol. 19, N. 5. P. 2622—2628.
41. **Benoit D., Morin P., Regolini J. L.** Study of Hydrogen Desorption from PECVD Silicon Nitride and Induced Defect Formation // *ECS Pros.* Vol. 2005-1. P. 242—252.
42. **Lucovsky G., Parker C. R., Wu Y., et al.** Defect reduction in remote plasma deposited silicon nitride by post-deposition rapid thermal annealing // *Mat. Res. Soc. Proc.* 1998. Vol. 525. P. 187—192.
43. **Martinez F. L., Prado A., Marti I., et al.** Defect structure of $SiN_x:H$ films and its evolution with annealing temperatures // *J. Appl. Phys.* 2000. Vol. 88, N. 4. P. 2149—2151.
44. **Stein H. J., Wells V. A., Hampy R. E.** Properties of Plasma-Deposited Silicon Nitride // *J. Electrochem. Soc.* 1979. Vol. 126, N. 10. P. 1750—1754.
45. **Tang L., Zhu Y., Yang J., et al.** Dependence of wet etch rate on deposition, annealing conditions and etchant for PECVD silicon nitride films // *J. Semicond.*, 2009. Vol. 30, N. 9. Article ID 096005 (4 p.).

V. Yu. Vasilyev, D. Sci., Professor, vasilyev@corp.nstu.ru,
Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, Deputy Director General,
SibIS LLC, Novosibirsk, 630082, Russian Federation

Corresponding author:

Vasilyev Vladislav Yu., D. Sc., Professor, Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, Deputy Director General, SibIS LLC, Novosibirsk, 630082, Russian Federation, vasilyev@corp.nstu.ru

Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystems Technologies. Part 8. Hydrogen Influence on Basic Film Properties

Received on February 06, 2019

Accepted on February 25, 2019

The topic of the article is the influence of hydrogen in the silicon nitride thin films (SNTF) on their properties. The author presents the quantitative temperature dependences of the concentration of hydrogen with the concentrations in SNTF from 5 up to 40 at% depending on the method of preparation. The data are analyzed on the effects of the after SNTF deposition thermal treatments during the long-term and rapid thermal annealings on the hydrogen concentration and the basic properties of SNTF. Technological approaches for control of the concentration of hydrogen in the films obtained by plasma chemical deposition involving monosilane, ammonia and nitrogen at low temperatures are considered. During the thermal treatments, the out-diffusion of the molecular hydrogen from such films occurs in the range of 400...800 °C both into the environment and into the underlying materials. With a decrease of the content of hydrogen in SNTF, the beginning of its out-diffusion occurs at higher temperatures. The thermal treatment of SNTF leads to changes in the structure, physical and chemical properties of the films, including the refractive index and density of the films, and the dissolution rate in liquid etchants.

Keywords: silicon nitride, thin films, presence of hydrogen, out-diffusion of hydrogen during thermal treatment, integrated circuits, microelectromechanical systems

For citation:

Vasilyev V. Yu. Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystems Technologies. Part 8. Hydrogen Influence on Basic Film Properties, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 352–367.

DOI: 10.17587/nmst.21.352-367

Introduction

The Silicon Nitride Thin Films (SNTF) are applied in the technologies of the semiconductor devices, integrated circuits (IC) and microelectromechanical systems (MEMS) [1–3]. In [4] the author systematizes the data concerning six main methods for obtaining of SNTF (further in the text they are designated by numbers 1–6):

1) In the flow type reactors at the chemical vapor deposition (LPCVD) from the gas phase with the thermal activation [5];

2) In the cyclic action reactors at the thermally activated atomic layer deposition (TA-ALD) [6];

3) In the flow type reactors at plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) [7];

4) In the flow type reactors at plasma enhanced chemical vapor deposition with activation by high-density plasma (HDP-CVD) [8];

5) In the cyclic action reactors at plasma activation of ALD (PA-ALD) [9];

6) In the flow type reactors with the catalytic deposition (Cat-LPCVD) [10] and the use of the thermal reaction of the silicon and nitrogen hydrides on a heated tungsten thread.

Methods 1, 2 are realized at the temperatures over 500...800 °C, while methods 3–6 — at the temperatures of the substrate less than 400 °C. At the present

moment of time, methods 2, 5 are far from being mature and demand the further research works, method 6 has a rather specific application for the flexible and rectangular substrates of big area and rolled materials. For practical applications in various technologies, IC and MEMS mainly use, methods 1 and 3 (significantly less frequently — method 4, which is intended for work mainly with complex reliefs and, therefore, is significantly more involved and expensive).

An advantage of method 1 is a high temperature of deposition ($T_d > \sim 700$ °C), allowing us to obtain SNTF close by their composition and properties to a stoichiometric material with the chemical formula Si_3N_4 (further, S-SNTF, Si/N ratio = 0.75). However, the high temperature of deposition and long process (because of the small rate of growth) are its drawbacks, since they lead to a considerable thermal budget of the process (in the elementary case expressed as the product of temperature (in kelvins) by duration of the heat treatment (in seconds)). The thermal budget for SNTF films with thickness of 100 μm reaches the value of $\sim 8 \cdot 10^6$ K · s which is acceptable not for all the instrument technologies. Besides, S-SNTF properties are fixed within narrow limits, for example, the value of the stretching mechanical stresses (σ) is maximal and equals to $(1.2...1.8) \cdot 10^9$ Pa [4].

At low temperatures of deposition, the nonstoichiometric silicon-nitrogen-hydrogen thin films (further, SiNH-TF) are formed, in which the Si/N ratio can differ significantly from $\text{Si/N} = 0.75$ in both sides, while the content of hydrogen can be equal to tens of atomic percent. Thermal budget estimates for methods 3 and 4, according to data [7, 8], give values of about $\sim 4 \cdot 10^4 \text{ K} \cdot \text{s}$, which is by several orders less, than for method 1. However, SiNH-TFs are actually not "a silicon nitride" in its classical understanding (Si_3N_4) and, therefore, differ strongly from it by their properties. However, by varying the conditions for obtaining SiNH-TF by method 3 it is possible to get SiNH-TF in a wide ranges of properties [4], which makes them very attractive for various technologies. For example, this method makes it possible to obtain films of the compressive and tensile types of the mechanical stresses in a wide range of values. In view of the above listed advantages and also due to a relative simplicity and smaller hardware realization costs, for a practical use, method 3 is of the greatest interest out of the low-temperature methods.

Problem statement

The term "silicon nitride", usually applied for characterizing any SNTF (but, on default, must refer only to S-SNTF, Si_3N_4), is not correct, because in some of them a very considerable component by concentration is hydrogen [1, 2]. The sources of hydrogen are the initial reagents: hydrides of silicon and nitrogen-containing reagents. Detection of hydrogen in SNTF is carried out by the nondestructive methods of the infrared (IR) spectroscopy. For example, at the early research works, the method of the multiple attenuated total internal reflection, demanding production of special prisms from silicon [1], was used. Later, the IR spectroscopy method with Fourier transformation (Fourier Transform Infra Red, FTIR spectroscopy) was offered allowing us to carry out a quick analysis of the concentration of hydrogen [H] in any SNTF types on the standard substrates of the single-crystal silicon [3, 11, 12]. Now the latter method is routinely used as an express method in the semiconductor enterprises.

In SNTF IR spectra (this is especially pronounced for SiNH-TF), besides the peak of Si—N bonds $\sim 850 \text{ cm}^{-1}$, there are peaks of Si—H bonds at $\sim 2160 \text{ cm}^{-1}$ and N—H at $\sim 3350 \text{ cm}^{-1}$. Processing of the IR spectra gives us a chance to estimate the bonded hydrogen in the form of relative concentrations of [Si—H] and [N—H] bonds. In the presence of the calibration data obtained by the destructive methods (for example, nuclear reactions of the Nuclear Reaction Analysis, NRA [11], secondary-ion mass-spectrometry (SIMS) [13]), it is possible to estimate quantitatively the concentrations of [Si—H], [N—H] and, therefore,

the total concentration of the bonded hydrogen [H]. By the destructive methods it is also possible to control the layer-by-layer distribution of hydrogen, important for many technologies, in the thickness of the deposited films.

The temperature for obtaining of SNTF is a major technological parameter defining the compositions of the films. The standard average values of [H] are: method 1 — $\sim 4\text{--}8 \text{ at. \%}$ for $T_d = 700\text{--}800 \text{ }^\circ\text{C}$ [5], method 3 — $< 40 \text{ at. \%}$ for $T_d = 250\text{--}350 \text{ }^\circ\text{C}$ [7], and method 4 — $\sim 5.5\text{--}15 \text{ at. \%}$ for $T_d = 200 \text{ }^\circ\text{C}$ [8]. A generalized temperature dependence of the concentrations of hydrogen, constructed according to the data available in publications [1, 7, 11–23], for methods 1, 3, 4 is presented in fig. 1. The general trend of increase of the concentration of hydrogen with a fall of the temperature of deposition is obvious. The spread of the experimental points in the areas outlined by the dotted line for different methods of deposition (M1, M3, M4 are designated) is due to the differences in the compositions of the gas mixes and parameters of plasma (at a high frequency of excitation the concentration of hydrogen is up to one and a half times higher than at a low frequency). The presented data testify to the fact that in view of a considerable content of hydrogen in SNTF, for the description of its real composition in a general form it is necessary to use $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$ formula.

In most of the device technologies, after preparation, the thin-film coverings are exposed to this or that processing at the increased T_a temperatures. Owing to this fact the influence of the thermal operations, subsequent to deposition of SNTF, was a subject to many research works. Thermal annealings of SNTF were carried out in two versions: long isothermal annealing (Furnace Anneal, FA) and rapid thermal annealing (Rapid Thermal Anneal, RTA). Distinctions of the thermal budget of such versions of annealing are obvious. It was experimentally revealed that during a heat treatment of SiNH-TF there was an out-diffusion of hydrogen from the films. For example, in the gas phase during the mass-spectrometric recording of the flow of hydrogen emitted from the heated SiNH-TF, an asymmetrical dome-shaped dependence was found (see an example in fig. 2) [24]. At that, it is important that the temperatures of the beginning of emittance of hydrogen from SiNH-TF (T_b) revealed dependence on the composition of the used gas mixes, differing approximately by $100 \text{ }^\circ\text{C}$. At the same time, the curves of recession of the out-diffusion of hydrogen coincided, and complete cessation of the out-diffusion of hydrogen happened at $800 \text{ }^\circ\text{C}$.

Problem definition

The questions of presence of hydrogen in SNTF and also its out-diffusion in the course of the subsequent

heat treatments interested the researchers during many years. At the same time, a significantly more important question is a possibility of penetration of hydrogen into the underlying materials, which can have a significant effect on the characteristics of the devices.

In relation to IC technologies, hydrogen is considered as an undesirable component in SNTF. Let us consider several examples. With a growth of the concentration of hydrogen in SiNH-TF, obtained by method 3, the deformations of the aluminum metallization, over which SiNH-TF with the subsequent annealing at 450 °C was deposited [25], increased. The use of SiNH-TF as the stop layers for etching of a pre-metal dielectric (borophosphosilicate glass) with a lowered concentration of hydrogen (about 8 at. % instead of ~16 at. %) [13, 14] and also almost complete elimination of Si-H bonds due to the use of the silicon chlorides as the initial substances [26], allowed us to solve the problem of the shift of the threshold voltage of the *p*-channel transistors due to penetration of boron from *p*⁺-electrode gate to the channel area through the gate silicon dioxide. During the use in the multilevel system of IC metallization of the combination of SiNH-TF and the fluorinated silicon dioxide (material with a lowered dielectric constant), a decrease of [H] in SiNH-TF decreased a possibility of formation on the section boarder of these materials of the undesirable hydrogen fluoride [18]. As a result, from what was said above, in relation to IC technologies there were attempts to reduce the concentration of hydrogen either by selection of a corresponding processes of deposition, or optimization of the characteristics of the processes. At that, S-SNTF obtained by method 1, served as a standard. On the other hand, a considerable presence of hydrogen in SiNH-TF, obtained by method 3, was used, for example, for passivation of the thin-film transistors and the solar elements by annealing of the coverings at increased temperatures [2, 19, 27].

Thus, the problem of control and research of the concentration of hydrogen in SNTF and its influence on the properties of films after the deposition and at the subsequent heat treatments is definitely urgent and is a subject of the present generalization. At the same time, the author would like to note that the analyzed literature presents various methods for analysis of the hydrogen concentrations, different approaches to organization of an experiment and quantitative processing of the results of measurements. Owing to this fact, the absolute values of the hydrogen concentrations received by the authors are of a rather facultative interest. The main attention in the work was devoted to a comparative analysis and identification of the trends in variation of the hydrogen concentration, and assessment of their influence on SNTF properties.

Influence of hydrogen on the main physical and chemical properties of SNTF

One of the most important physical parameters of the thin films is their density, although directly it is not a subject for a constant technological control in production. In literature there is no sufficient data on the SNTF density. The temperature trends constructed according to the literature on the SNTF density for various methods of their preparation are provided in fig. 3; in the same place there are accepted average values of the density according to the data of generalizations [4, 5, 7, 8]: method 1 — ~3.0 g/cm³, method 3 — ~2.6 g/cm³, method 4 — ~2.9 g/cm³. It is possible to see an obvious trend for increasing of the density up to the reference value of the volume of silicon nitride of 3.1 g/cm³. In general, this trend is the reverse in relation to the trend in fig. 1. An analysis of the literary data on the correlation of the influence of hydrogen on the density of the films is presented in fig. 4 and it shows an inverse dependence of the density on the concentration of hydrogen in SNTF. It is obvious that the reason for variation of the density is the changes in the composition of SNTF. Let us note that in the analysis of the density of SiNH-TF it is necessary to take into account that their composition may be different by the Si/N ratio, while enrichment of the films with silicon also leads to a decrease of their density.

It was established that the rate of dissolution of SNTF in the etchants on the basis of hydrofluoric acid (V_{etch}) was proportional to [H]. Since it is significantly easier to control the rate of dissolution, there are many published experimental data, starting with the very first publications [11, 15]. In general, the numerous experimental data published in the work [15] correspond to the approximate ratio of $V_{etch} \sim 0.99^{0.23[H]}$ [7].

It was discovered that the mechanical stresses in SiNH-TF differed radically from those for S-SNTF [4]. The mechanical tensile stresses characteristic of S-SNTF are usually equal to several gigapascals. For SiNH-TF obtained by method 3, the data [31] show a possibility of variation of the mechanical stresses within the range from -10^8 Pa (the compressive type) up to $+10^8$ Pa (the tensile type) by changing the parameters of the deposition processes: frequency and capacity of a plasma discharge, values of the gap between the electrodes, temperature of deposition, pressure, and composition of the gas mix. The compressive type of the stresses is more characteristic for the low frequencies of the plasma discharge. Reliable and repeatedly confirmed data concerning the correlation of the type and the value of the mechanical stresses with the concentration of hydrogen in SiNH-TF were not found in literature. In the works [31, 32] no such interrelation was highlighted. In [33] a trend was noted ranging from $-4 \cdot 10^8$ Pa up to $+4 \cdot 10^8$ Pa at variation of the con-

centration of hydrogen in the range of 7...12 at. %, and the authors connected this trend with the increase of [N—H].

Minimization of the concentration of hydrogen at plasma deposition of SiNH-TF

The deposition processes by method 3 are the most multiple-factor ones among the processes considered in the work (see table 1 in [7]). According to the set of the data from the analyzed publications, for a decrease of [H] when preparing SNTF it is expedient to use: the maximal admissible temperature of the deposition; gas mixes with the minimal content of ammonia and with the maximal content of nitrogen; helium as the gas-diluent; low frequencies for generation of plasma or a combination of the low and high frequencies; and a remote plasma of increased power. The version of the multilayered deposition of a covering by method 3 [34] (including with intermediate processing of each thin layer by a plasma discharge or an ultra-violet radiation at the same temperature [35]) made it possible to minimize the content of hydrogen and obtain films with the tensile stresses of bigger values.

Besides that, seems of interest the version of modernization of equipment for PECVD [18], which envisages extending openings of a conic form in the shower distributive system (showerhead) instead of the cylindrical openings. According to the authors, it improved significantly the dissociation of ammonia, which eliminated a possibility of formation of the disilane from the monosilane during the plasma reaction in case of a lack of the dissociating ammonia. As a result, instead of Si—H bonds, the groups of $\text{Si}(\text{NH}_2)_4$ and $-\text{Si}(\text{NH}_2)_3$ are formed in the film only with N—H bonds [18, 36].

Behavior of hydrogen at a thermal annealing of SNTF

The behavior of hydrogen in SNTF at high-temperature annealing was investigated in a number of publications, for example, in [20, 24, 27, 37—41]. Let us consider the most informative of them.

The authors [20] investigated the films obtained in a remote microwave plasma with the use of SiH_4-NH_3 and SiH_4-ND_3 mixes. In the range of temperatures of 50...550 °C the concentration of hydrogen decreased linearly from $2 \cdot 10^{22}$ at/cm³ down to $6 \cdot 10^{21}$ at/cm³. At the same time, the source of 70...80 % of the hydrogen bonded in the film was ammonia. By means of the method of the programmable thermal desorption, the temperature was found of the beginning of the emission of hydrogen from the films, which was equal to 620 °C.

The authors [24] investigated the regularities of the out-diffusion of hydrogen at the thermal annealing of SiNH-TF by means of mass spectrometry and IR spectroscopy of the samples of SiNH-TF obtained from 1 % mixes of $\text{SiH}_4/\text{He}-\text{NH}_3-\text{N}_2$ at 350 °C at various

ratios of $[\text{N}_2]/[\text{N}_2 + \text{NH}_3]$ and $[\text{N}_2 + \text{NH}_3]/[\text{SiH}_4]$. Heating up to 1000 °C with a speed of 20 °C/min. was carried out by means of the heater, which was built into a high-vacuum mass spectrometer installation. The authors recorded the dome-shaped temperature dependences from the beginning of emission of a flow of hydrogen in the range of temperatures of 440...530 °C, with the maxima at temperatures of 670...700 °C, and the end of emission of hydrogen at 800 °C (fig. 2). At the same time with the growth of the concentration of ammonia the concentration of the emitted hydrogen in the mix increased, and the beginning of emission was shifted towards a decrease of the temperature. After annealing a part of hydrogen remained in the film. The authors noted that before the diffusion of hydrogen from SiNH-TF, a reorganization of their structure began, while with a decrease of the concentration of hydrogen in the initial SiNH-TF, the heat stability of the films increased. During the annealing the Si—H bonds were more thermostable, than N—H bonds, while bonds of SiH_2 and NH_2 appeared to be more stable, than the unary bonds.

In the work [25] a research was carried out of the out-diffusion of hydrogen from the samples of SiNH-TF during their deposition on silicon and aluminum by method 3 at temperatures of about 300 °C. Heating was raised up to 800 °C (an abnormally high temperature for aluminum) in nitrogen with a speed of 5 °C/min. The out-diffusion of hydrogen was recorded at temperatures over 400 °C, however, up to the temperatures of 500 °C the authors explained this by a desorption of the molecular hydrogen, because no changes were observed in the concentration of Si—H and N—H bonds in SiNH-TF. The intensive out-diffusion of hydrogen at the annealing temperatures >500 °C were explained by reduction of [N—H]. It is interesting to note that for the samples on aluminum at temperatures of about 600...650 °C the sharp peaks were observed of the emitted hydrogen explained by the authors as the formation in SiNH-TF of the bubbles with cracks, in which hydrogen accumulated.

The author [37] investigated the influence of annealings of various types of SNTF in the forming-gas. For a sample of SiNH-TF prepared by method 3 at 300 °C with the initial concentration of hydrogen of 21 at. %, the concentrations of hydrogen for the temperatures of annealing of 400, 600 and 800 °C were 19.5, 10 and 3.9 at. %, respectively.

According to data [38], the minimal changes in the composition and the above stated basic properties after annealing were found in S-SNTF. Reduction of the concentration of hydrogen in S-SNTF (the classical method of ammonolysis of dichlorosilane at $T_d = 700$ °C) after RTA in oxygen at 1000 °C, 30 s, in the layer-by-layer analysis by NRA method was minus 15 % of the initial level of $2.4 \cdot 10^{21}$ at/cm³; at that, in the underlying layer of silicon dioxide the hydrogen was not found.

However, an analysis of SiNH-TF ($\text{SiH}_4\text{—NH}_3\text{—Ar}$, $350\text{ }^\circ\text{C}$) after a similar annealing demonstrated a decrease of the concentration of hydrogen from the initial $\sim 1.8 \cdot 10^{22}$ at/cm³ down to $\sim 8 \cdot 10^{21}$ at/cm³, i.e. — more than 50 %. At that, the concentration of the hydrogen found in the underlying layer of silicon dioxide $\sim 7 \cdot 10^{21}$ at/cm³ was evenly distributed at the depth over 600 μm .

In the work [39], the SiNH-TF films were investigated, including the silicon enriched ones, with regard to the regularities of the out-diffusion of hydrogen at RTA in nitrogen during 30 s. It was established that for the hydrogen, enriched with SiNH-TF silicon, the emission began approximately at $600\text{ }^\circ\text{C}$, while for "the regular" SiNH-TF — at $400\text{ }^\circ\text{C}$. In the structures enriched with silicon, prior to the out-diffusion of hydrogen from the films during annealing, there was a decrease of [N—H] and an increase of [Si—H], which was explained by authors as the transition of N—H bonds into Si—H bonds. At temperatures above $600\text{ }^\circ\text{C}$ a decrease of both was observed.

The authors of the work [40], for the samples of SiNH-TF obtained at $200\text{ }^\circ\text{C}$ in a remote plasma and in excess of ammonia discovered the temperature of the beginning of the out-diffusion of hydrogen at RTA $\sim 500\text{ }^\circ\text{C}$, unfortunately, without having specified the total content of hydrogen in the samples. They demonstrated a rapid out-diffusion of hydrogen from SiNH-TF during annealing, which allows us to compare the data for different types of the annealings.

In the work [41] the authors investigated changes of the partial pressure of hydrogen (P_{H_2} , mm of mercury.) during its thermal desorption from SiNH-TF and heating with the speed of $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min.}$, and variation of the concentration of hydrogen in these films by the IR spectroscopy method. The samples were obtained from the mixture of $\text{SiH}_4\text{—NH}_3\text{—N}_2$ at 300 and $400\text{ }^\circ\text{C}$; the initial concentrations of hydrogen in the films was $1.2 \cdot 10^{22}$ at/cm³ and $0.7 \cdot 10^{22}$ at/cm³. The results are presented in fig. 5. The hydrogen desorption in the gas phase was significantly more for the low-temperature sample. This correlated with the data of fig. 1 concerning the increase of the concentration of hydrogen with a fall of temperature of the deposition. The maximum on the curve for the low-temperature sample was displaced approximately by $70\text{ }^\circ\text{C}$ to the left into the area of the low temperatures in comparison with the sample obtained at $400\text{ }^\circ\text{C}$.

Let us note that unlike the data provided in fig. 2, the thermal desorption spectra in fig. 5 demonstrated approximately identical temperature of the beginning of the desorption process, of about $300\text{ }^\circ\text{C}$ and a discrepancy of the falling-down sites of the curves at high temperatures. At the same time, the data of fig. 5 confirm the out-diffusion of hydrogen from SiNH-TF and falling of its concentration in the films practically down to zero at the temperature of about $800\text{ }^\circ\text{C}$.

An analysis of the dynamics of variation of the curves of the concentration of hydrogen in the films (the left axis of the diagram in fig. 5) demonstrated distinctions from the data on the thermal desorption (the right axis of the diagram in fig. 5). For the temperatures of deposition of 300 and $400\text{ }^\circ\text{C}$ the decrease of the concentration of hydrogen began at about 300 and $400\text{ }^\circ\text{C}$, respectively, i.e. actually, at the deposition temperatures. Taking into account information [24] on reconstruction of the films at the beginning of the out-diffusion of hydrogen, this makes it possible to determine the point of the beginning of the out-diffusion of hydrogen T_b also by the changes of properties of the films during annealing, for example, by the refraction index or the value of shrinkage [27].

The sum total of the analyzed data allows us to estimate the interrelation of the temperature of the beginning of the out-diffusion of hydrogen from a film (or changes of any physical properties) with the total concentration of hydrogen in SiNH-TF (fig. 6). Let us note that the presented results for the long (FA) and rapid (RTA) annealings conform with the trend of the decrease of temperature at the beginning of the out-diffusion of hydrogen during the increase of its concentration in SiNH-TF. Indeed, SiNH-TF from the initial [H] ~ 20 at. % begin to emit hydrogen even at $400\text{ }^\circ\text{C}$. It would be logical to assume that such films are more subjected to structural transformations even at a very low temperature of annealing. This seems to explain the efficiency of the use of the version of the multilayered coverings of deposition with the intermediate annealings of the thin layers at the same temperatures. On the contrary, the films with the smaller content of hydrogen are more stable.

In conclusion of this subsection we will point out that in many publications (see, for example, [20, 24, 25, 37, 39, 40, 42, 43]) attempts were made to explain the processes happening during heating of SiNH-TF. In view of its availability and simplicity, the FTIR method was mainly used. In IR spectra the intensity of the peaks were studied (or the areas under these peaks) of Si—H bonds at $\sim 2160\text{ cm}^{-1}$ and of N—H at $\sim 3350\text{ cm}^{-1}$. Then a comparison was carried out of the temperature dependences of variation of [Si—H] and [N—H] and, on their basis — of the total concentration of [H]. In the work [20] the partially deuterated SiNH-TF were also used due to application during preparation of ND₃ films; respectively, besides Si—H and N—H, also peaks of Si—D, N—D were investigated at 2480 and 1585 cm^{-1} .

In view of the multi-factor character of the methods for obtaining of SiNH-TF, the modes of annealing and experimental analytical techniques, a detailed analysis of the question is beyond the limits of the present publication. Brief results of the research works can be presented as follows: at low temperatures of annealing the out-diffusion of the molecular hydrogen is limited by the con-

centration of [Si—H] bonds and is characterized by the formula of reaction $\equiv\text{Si—H} + \equiv\text{N—H} \rightarrow \equiv\text{Si—N=} + \text{H}_2$; at higher temperatures this process goes faster, and already in absence of Si—H bonds the out-diffusion of the molecular hydrogen is caused by formation in a film of the gaseous ammonia according to the formula: $\equiv\text{N—H} + 2(-\text{H}) \rightarrow \text{NH}_3$.

Influence of the thermal annealing on the SNTF main physical and chemical properties

During annealing of FA and RTA the authors of the works [27, 44–46] noted a growth and shrinkage of the refraction index within 10...15 %, an also a decrease by an order of the values of the rates of dissolution in the liquid etchants on the basis of hydrofluoric acid was observed. All this demonstrated a consolidation of the films in the course of annealing which in the work [44] in the coordinates of variation of the thickness of a film from the return temperature was characterized by the energy of activation of 0.47 eV.

The works [18, 25] present data on variation of the mechanical stresses during the thermal annealings, Fig. 7, *a, b* present examples of the temperature dependences of the mechanical stresses for the heating-cooling modes of SiNH-TF, indicated by right-left arrows, respectively. The presented data obviously demonstrate that the values of the hysteresis of the mechanical stresses are bigger for the samples with the increased content of hydrogen (among them are the samples obtained in the ammonia plasma, in particular). At the same time in fig. 7, essential deviations are found at temperatures >500 °C which correlates obviously with the beginning of the out-diffusion of hydrogen from the films [25].

Conclusion

The thin films called "silicon nitride" may contain a considerable concentration of hydrogen, which is determined by the temperature of the deposition and the applied method of preparation. Hydrogen is present in the films in the bound state and it is detected by means of the nondestructive method of IR spectroscopy in the form of Si—H and N—H bonds. The smallest concentrations of hydrogen are found in S-SNTF at LPCVD (method 1) and also during preparation of SiNH-TF in the high density plasma (method 4). The maximal concentrations of hydrogen in SNTF are typical for the deposition method by method 3, which is the most multiple-factor among the ones considered in the present work. For a decrease of the concentration of hydrogen during a preparation by method 3 it is expedient to use the most admissible temperature of the deposition; to minimize the content of ammonia in the gas mix, to use helium as a gas thinner; to use low frequencies for generation of plasma or a combination of the low and high frequencies; and to apply a remote

plasma of increased power. The concentration of hydrogen can be reduced by the method of the multilayered deposition with the intermediate processing of each thin layer by a plasma discharge or ultra-violet radiation at the same temperature.

The out-diffusion of hydrogen from SNTF during its heating is important for the technology of the devices, for example, during the heat treatments, subsequent to the deposition, at higher temperatures. The out-diffusion of the molecular hydrogen from SiNH-TF, obtained by method 3, starts at the temperature over 400 °C and comes to an end at the temperature of 800 °C. At that, with a decrease of the content of hydrogen, the beginning of the out-diffusion happens at higher temperatures. The hydrogen is emitted both into the environment, and into the underlying layers, which can render both negative, and positive influence on the characteristics of the devices. The out-diffusion of hydrogen during a thermal annealing can change the structure and the physical and chemical properties of SiNH-TF, including the refraction index of the films, density of the films, and the rates of dissolution in the liquid etchants. Information, that the processes of heating of SiNH-TF result in essential changes of the values (and the types) of the mechanical stresses of the thin films, points to the necessity of carrying out of the research works in this direction taking into account the multi-factor character of the processes of preparation of SNTF films.

References

1. **Silicon nitride** in Electronics / Edited by Rzhhanov A. V.: Elsevier Science Publishers B. V., 1988. 263 p.
2. **Gmelin Handbook of Inorganic and Organometallic Chemistry. Silicon Supplement**, Vol. B 5 c. Silicon Nitride in Microelectronics and Solar Cells, Ed. by Pebler A.: 8th Ed., Berlin Heidelberg, Springer-Verlag GmbH, 1991, 401 p.
3. **Ting C. H.** Inorganic Dielectrics, *In Handbook of Multi-level Metallization for Integrated Circuits*, Eds. S. R. Wilson, C. J. Tracy, J. L. Freeman. Park Bridge, NJ., Noyes Publications, 1993, pp. 202–273.
4. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikrojelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 7. Obobshhenie informacii po metodam osazhdenija i osobnostjam plenok, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 3, pp. 131–142 (in Russian).
5. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikrojelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 1. Termicheski aktivirovannye processy v protochnyh reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, vol. 20, no. 5, pp. 287–296 (in Russian).
6. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikrojelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 2. Termicheski aktivirovannye processy v reaktorah ciklicheskogo dejstviya reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 6, pp. 329–339 (in Russian).
7. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikrojelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 3. Plazmoaktivirovannye processy v protochnyh reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 9, pp. 542–554 (in Russian).
8. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikrojelektroniki i mikrosistemnoj tehniki.

Chast 4. Processy v protochnykh reaktorah s aktivaciej plazmoj vysokoj plotnosti, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 585–595 (in Russian).

9. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 5. Plasma-aktivirovannye processy v reaktorah ciklichesko-go dejstvija, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 11, pp. 585–595 (in Russian).

10. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 6. Kataliticheskoe osazhdenie v protochnykh reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 3–13 (in Russian).

11. **Lanford W. A., Rand M. J.** Hydrogen content of plasma-deposited silicon nitride, *J. Appl. Phys.*, 1978, vol. 49, no. 4, pp. 2473–2477.

12. **Jonak-Auer I., Meisels R., Kechar F.** Determination of the hydrogen concentration of silicon nitride layers by Fourier transform infrared spectroscopy, *Infrared Phys. and Technol.*, 1997, vol. 38, pp. 223–226.

13. **Wang C. Y., Lim E. H., Vassiliev V. Y., et al.** Hydrogen concentration analysis in sequentially deposited thin films and application of surface charge analysis technique for fast and non-destructive characterization of PECVD silicon nitride, *Proc. 17th Intern. VLSI Multilevel Interconnection Conf. (VMIC)*. Santa Clara, California (USA), June 2000, pp. 411–413.

14. **Wang C. Y., Lim E. H., Liu H., et al.** Hydrogen concentration analysis in PECVD and RTCVD silicon nitride thin films and its impact on device performance, *Mat. Res. Soc. Proc.*, 2001, vol. 664, pp. A8.5.1–A.8.5.6.

15. **Chow R., Lanford W. A., Wang K.-M., et al.** Hydrogen content of a variety of plasma-deposited silicon nitrides, *J. Appl. Phys.*, 1982, vol. 53, no. 8, pp. 5630–5633.

16. **Allaert K., Casler A. V., Loos H., et al.** A comparison Between Silicon Nitride Films Made by PCVD N_2-SiH_4/Ar and N_2-SiH_4-He , *J. Electrochem. Soc.*, 1985, vol. 132, no. 7, pp. 1763–1766.

17. **Reynes B., Bruyere J. C.** PECVD silicon nitrides with low hydrogen content, *Sensors and Actuators A*, 1992, vol. 33, no. 1–2, pp. 25–38.

18. **Lee A. S., Rajagopalan M. N., Le M., et al.** Development and Characterization of a PECVD Silicon Nitride for Damascene Applications, *J. Electrochem. Soc.*, 2004, vol. 151, no. 1, pp. F7–F9.

19. **Lipinski M.** Silicon nitride for photovoltaic application, *Arch. Mater. Sci. Eng.*, 2010, vol. 46, no. 2, pp. 69–87.

20. **Kotecki D. E., ChappleSokol J. D.** Hydrogen incorporation in silicon nitride films deposited by remote electron cyclotron resonance chemical vapor deposition, *J. Appl. Phys.*, 1995, vol. 77, no. 3, pp. 1284–1293.

21. **Lapeyrate M., Besland M. P., Meva'a C., et al.** Silicon nitride thin films deposited by electron cyclotron resonance plasma-enhanced chemical vapor deposition, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1999, vol. 17, no. 2, pp. 433–444.

22. **Han S.-S., Jun B.-H., No K., et al.** Preparation of a α - SiN_x Thin Film with Low Hydrogen Content by Inductively Coupled Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, *J. Electrochem. Soc.*, 1998, vol. 145, no. 2, pp. 652–658.

23. **Kim H., Lee Y., Ra Y., et al.** Low Temperature Silicon Nitride Deposition by Inductively Coupled Plasma CVD for GaAs Applications, *ECS Trans.*, 2007, vol. 6, no. 3, pp. 531–547.

24. **Bruyere J. C., Reynes B., Savall C., et al.** Annealing of silicon nitride thin films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition with helium dilution, *Thin Solid films*, 1992, vol. 221, pp. 65–71.

25. **Kikkawa T., Endo N.** Influence of hydrogen evolution from plasma-deposited silicon nitride on underlying aluminum deformations, *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 11, no. 2, pp. 228–233.

26. **Tanaka M., Saida S., Mizushima I., et al.** Suppression of SiN-Induced Boron Penetration by Using SiH-Free Silicon Ni-

tride Films Formed by Tetrachlorosilane and Ammonia, *IEEE Trans. Electron. Dev.*, 2002, vol. 49, no. 9, pp. 1526–1531.

27. **Cai L., Rohatgi A., Yang D., et al.** Effect of thermal anneal on refractive index and hydrogen content of plasma-enhanced chemical vapor deposited silicon nitride films, *J. Appl. Phys.*, 1996, vol. 80, no. 6, pp. 5384–5388.

28. **Walmsley B. A., Liu Y., Hu X. Z., et al.** Effect of deposition temperature on mechanical and physical properties of silicon nitride films, *J. Appl. Phys.*, 2005, vol. 98, Article ID 044904, pp. 1–6.

29. **Dekkers H. F. W., Beaucarne G., Hiller M., et al.** Molecular hydrogen formation in hydrogenated silicon nitride, *Appl. Phys. Lett.*, 2006, vol. 89, Article ID 211914 (3 p.).

30. **Benoit D., Regolini J., Morin P.** Hydrogen desorption and diffusion in PECVD silicon nitride. Application to passivation of CMOS active pixel sensors, *Microelectron. Eng.*, 2007, vol. 84, no. 9–10, pp. 2169–2172.

31. **Claasen W. A. P.** Ion Bombardment-Induced Mechanical Stress in Plasma-Enhanced Deposited Silicon Nitride and Oxynitride Films, *Plasma Chem. Plasma Proc.*, 1987, vol. 7, no. 1, pp. 109–124.

32. **Taylor J. A.** The mechanical properties and microstructure of plasma enhanced chemical vapor deposited silicon nitride films, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1991, vol. 9, no. 4, pp. 2464–2468.

33. **Colter T., Chapple-Sokol J.** High Quality Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposited Silicon Nitride Films, *J. Electrochem. Soc.*, 1993, vol. 140, no. 7, pp. 2071–2075.

34. **Yota J.** Effect of Deposition Method of PECVD Silicon Nitride as MIM Capacitor Dielectric for Gas As HNT Technology, *ECS Trans.*, 2011, vol. 35, no. 4, pp. 229–240.

35. **Fisher T., Prager L., Hohage J., et al.** A two-step UV curing process for producing high tensile stressed silicon nitride layers, *Mat. Res. Soc. Proc.*, 2012, vol. 1455. DOI: 10.1557/opl.2012.1348.

36. **Knight T. J., Greve D. W., Cheng X., et al.** Real-Time Multivariable Control of PECVD Silicon Nitride Film Properties, *IEEE Trans. Semicond. Manuf.*, 1997, vol. 10, no. 1, pp. 137–146.

37. **Nguyen S. V.** Effect of Si–H and N–H Bonds on Electrical Properties of Plasma Deposited Silicon Nitride and Silicon Oxynitride Films, *J. Electron. Mater.*, 1987, vol. 16, no. 4, pp. 275–281.

38. **Xie J. Z., Murarka S. P., Guo X. S., et al.** Stability of hydrogen in silicon nitride films deposited by low-pressure and plasma-enhanced chemical vapor deposition techniques, *J. Vac. Sci. Techn. B*, 1989, vol. 7, no. 2, pp. 150–152.

39. **He S. S., Shannon V. L.** Hydrogen Diffusion and Redistribution in PECVD Si-Rich Silicon Nitride during Rapid Thermal Annealing, *Proc. 4th Int. Conf. on Solid-State and IC Technol.*, 1995, pp. 269–271.

40. **Boehme C., Lucovsky G.** Dissociation reactions of hydrogen in remote plasma-enhanced chemical-vapor-deposition silicon nitride, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2001, vol. 19, no. 5, pp. 2622–2628.

41. **Benoit D., Morin P., Regolini J. L.** Study of Hydrogen Desorption from PECVD Silicon Nitride and Induced Defect Formation, *ECS Proc.*, vol. 2005-1, pp. 242–252.

42. **Lucovsky G., Parker C. R., Wu Y., et al.** Defect reduction in remote plasma deposited silicon nitride by post-deposition rapid thermal annealing, *Mat. Res. Soc. Proc.*, 1998, vol. 525, pp. 187–192.

43. **Martinez F. L., Prado A., Marti I., et al.** Defect structure of $SiN_x:H$ films and its evolution with annealing temperatures, *J. Appl. Phys.*, 2000, vol. 88, no. 4, pp. 2149–2151.

44. **Stein H. J., Wells V. A., Hampy R. E.** Properties of Plasma-Deposited Silicon Nitride, *J. Electrochem. Soc.*, 1979, vol. 126, no. 10, pp. 1750–1754.

45. **Tang L., Zhu Y., Yang J., et al.** Dependence of wet etch rate on deposition, annealing conditions and etchant for PECVD silicon nitride films, *J. Semicond.*, 2009, vol. 30, no. 9. Article ID 096005 (4 p.).

Д. М. Пригодский, вед. инж.-исследователь, e-mail: dprigodskiy@gmail.com,
М. В. Басов, инж.-технолог I кат., e-mail: basov.vniia@gmail.com,
ФГУП "Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н. Л. Духова", г. Москва

ИССЛЕДОВАНИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ДАВЛЕНИЯ С ПОВЫШЕННОЙ ПРОЧНОСТЬЮ

Поступила в редакцию 01.02.2019

Исследована конструкция кремниевого чувствительного элемента давления с упорами, обеспечивающая стойкость к многократным перегрузкам. Доказано преимущество использования предложенного упора при перегрузочном давлении, в котором требуемое расстояние для хода мембраны кристалла определяется зазором, образованным толщиной прецизионно нанесенного припойного стекла. Приведены результаты исследований тензомодулей с повышенной прочностью с номинальным давлением в диапазоне 1,6...25 кПа, имеющих пятикратное повышение прочности в сравнении со стандартной конструкцией тензомодуля.

Ключевые слова: чувствительный элемент давления, тензорезистивная мостовая схема, перегрузочная способность, упоры, температурный коэффициент нуля, температурный гистерезис нуля, метод конечных элементов

Введение

Повышение прочностных свойств первичных преобразователей давления является актуальной задачей при разработке датчиков давления [1–6], особенно для измерения малых давлений от 1 кПа, когда самый хрупкий элемент чувствительного элемента давления (кремниевая мембрана) подвергается значительным перегрузкам как во время сборки корпусного исполнения датчиков, так и при вводе в эксплуатацию устройства. Исследуемая конструкция чувствительного элемента давления (ЧЭД) с повышенной стойкостью к перегрузочному давлению включает в себя профилированный кремниевый кристалл с тензорезистивной мостовой измерительной схемой, верхнюю крышку с упором (верхний упор), прокладку с упором (нижний упор) и основание. Мембрана кристалла, сформированная анизотропным жидкостным травлением, имеет квадратную форму со сложно профилированной геометрией концентраторов механических напряжений (МН) в виде жестких центров. Все детали ЧЭД выполняются из кремния и соединяются низкотемпературным припойным стеклом [7], хотя в литературе известны иные способы соединения [8–10]. При подаче перегрузочного давления на ЧЭД мембрана кремниевого кристалла упирается в ограничитель: при подаче давления со стороны мембраны планарная часть кристалла

касается верхнего упора; при подаче давления со стороны планарной части кристалла жесткие центры мембраны касаются нижнего упора. При этом расстояния между мембраной кристалла и упорами должны обеспечивать свободный изгиб мембраны кристалла при номинальном давлении. Указанные расстояния регулируются толщиной шва припойного стекла. Такая конструкция наиболее технологична при изготовлении и с помощью автоматизации процесса нанесения позволяет с достаточной точностью и повторяемостью наносить припойное стекло на упоры [11]. Некачественная технология нанесения может привести к попаданию припойного стекла на лицевую или профилированную сторону кристалла, критичные области прокладки и верхнего упора. Данный недостаток может привести к преждевременной посадке на упоры или возникновению паразитных МН, что в конечном итоге может являться причиной повышения основных и дополнительных погрешностей преобразователя давления [12, 13].

Существуют альтернативные решения для повышения прочности путем использования сверхчувствительной схемы на основе биполярного тензотранзистора [14–16], позволяющие в перспективе добиться повышенной прочности ЧЭД без использования упоров при соблюдении ряда условий. Однако данная задача крайне непростая, и в настоя-

щее время работа по созданию и исследованию кристалла датчика давления продолжается.

Конструкция ЧЭД с повышенной прочностью

Верхним упором от механических перегрузок выступает кремниевая деталь, которая крепится к кристаллу симметрично по четырем сторонам. Верхний упор имеет площадь меньшую, чем кристалл для присоединения к контактным площадкам.

Нижним упором от механических перегрузок является кремниевая прокладка с встроенными ограничителями. Ограничители интегрированы в кремниевую прокладку и изготавливаются вместе с ней в одном процессе методом анизотропного травления кремния (рис. 1). Благодаря такому оптимальному решению, в сравнении со стандартной конструкцией ЧЭД [17], конструкция прокладки с упорами имеет прочность в 10 раз выше при воздействии планарной части кристалла.

Перегрузочная способность ЧЭД, если подавать давление со стороны планарной части, существенно выше, чем при подаче давления со стороны мембраны. Это объясняется тем, что нижние и верхние упоры имеют различную форму и площадь крепления к кристаллу. Основной целью работы, результаты которой приведены в статье, было повышение прочности ЧЭД за счет изменения упора относительно известных аналогов [1, 18]. Предложено упростить вид верхнего упора, используя упор в виде монолитной правильной четырехугольной призмы из кремния, и как следствие, технологический маршрут производства упора. Толщина зазора между мембраной кристалла и упором будет достигаться только за счет толщины нанесенного припойного стекла. Такое решение также упростит технологию получения необходимых зазоров без дополнительного жидкостного травления упоров для требуемого номинального давления. Области соединения верхнего упора и кристалла имеют форму разомкнутой фигуры (типа квадрат) с зазорами (прерываниями слоя стекла) по углам для измерения кристаллом дифференциального давления.

Моделирование ЧЭД с повышенной прочностью

Моделирование ЧЭД с упорами при воздействии перегрузочного давления проводили методом конечных элементов в программном пакете ANSYS [19]. Для оптимизации расчета достаточно рассмотреть геометрическую модель, состоящую только из кристалла с верхним упором.

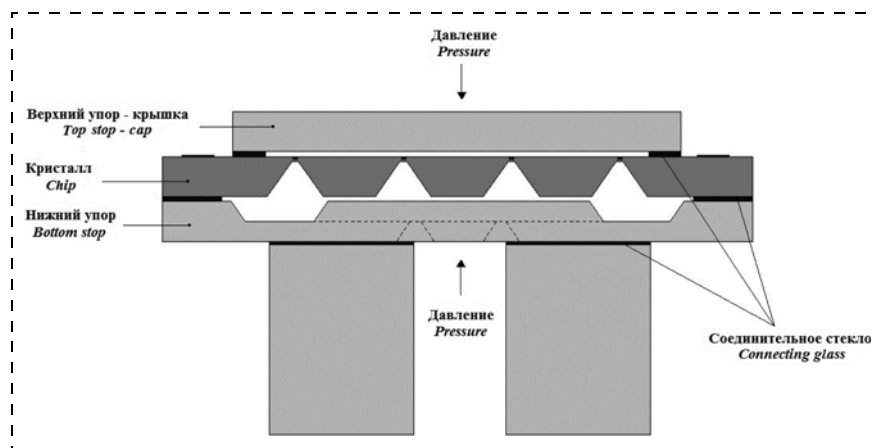


Рис. 1. Конструкция ЧЭД с упорами

Fig. 1. The construction SEP with stops

Были использованы прямоугольные конечные элементы в форме гексаэдров размером 5...100 мкм. Для решения контактной задачи задавали фрикционный тип контакта для пары поверхностей мембрана — упор, с коэффициентом трения 0,2. При расчете задавали симметричное контактное взаимодействие без взаимного проникновения поверхностей.

При подаче давления на кристалл ЧЭД с профилированной стороны мембрана изгибается до тех пор, пока не произойдет контакт мембраны и упора. Дальнейшее повышение давления приводит к увеличению площади касания мембраны и упора и возникновению в упоре МН. Установлено, что значение прогиба мембраны, МН в ней, а соответственно и ее прочность к перегрузке, зависят от размера зазора между упором и мембраной, а также от формы упора.

Кристалл преобразователя давления имеет следующие габаритные размеры: площадь кристалла $6,15 \times 6,15$ мм, площадь утоненной части мембраны по внешнему контуру $4,20 \times 4,20$ мм, толщина мембраны 35 мкм. Габаритные размеры верхнего упора $5,00 \times 5,00$ мм. Кристалл и верхний упор соединяются припойным стеклом в четырех областях с габаритными размерами $4,00 \times 0,30$ мм. Расчет геометрии верхнего упора в виде креста проводили при условии анизотропного травления фигуры на толщину $\Delta W_{\text{тр}} = 100$ мкм в пластинах с кристаллографической плоскостью (100) в растворе едкого калия. В табл. 1 приведены результаты моделирования различных конструкций упора с зазором $W_{\text{зазор}} = 15$ мкм при подаче перегрузочного давления на ЧЭД номинальным значением $P = 1$ МПа.

В ходе данных исследований установлено, что для достижения максимальной прочности ЧЭД предпочтительнее использовать монолитный упор в виде правильной четырехугольной призмы, площадь соединения с кристаллом которого идентична фигурам аналога с вытравленным крестом.

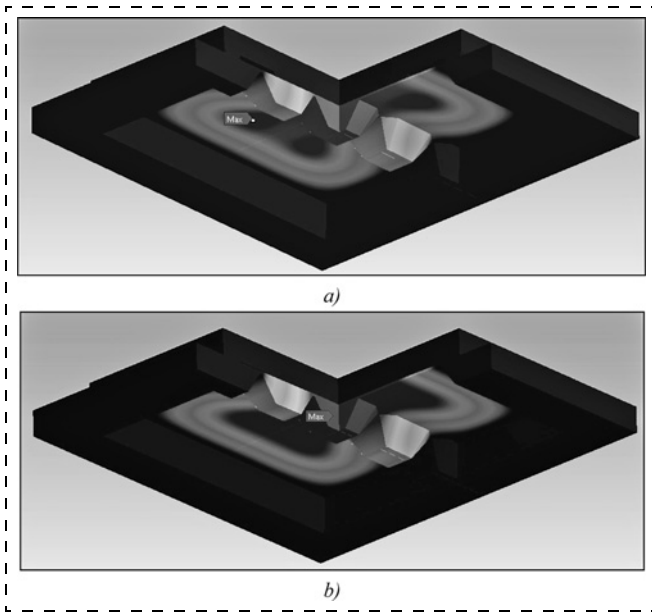


Рис. 2. Максимальное перемещение мембраны при подаче давления со стороны мембраны ЧЭД с упором в виде: а — креста; б — монолита

Fig. 2. The maximum displacement for the membrane by applied pressure for the side of membrane SIE with stop: a — cross-form; b — monolith-form

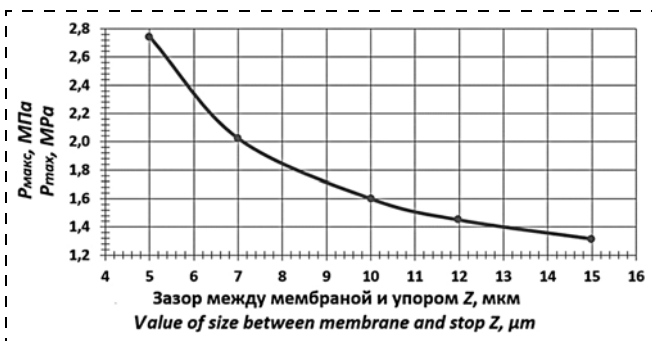


Рис. 3. Зависимость максимального перегрузочного давления от размера зазора между упором и мембраной

Fig. 3. The dependence of maximum overload pressure by value of size between membrane and monolith-form stop

Конструкция с вытравленной частью в виде креста имеет меньшую прочность за счет того, что мембрана сильнее прогибается под воздействием перегрузочного давления в вытравленной области упора (рис. 2, а).

Монолитный упор и мембрана имеют большую площадь соприкосновения и, соответственно, более плавное перераспределение МН с меньшим максимальным эквивалентным показателем в упоре (рис. 2, б). Зависимости максимальных перемещений мембраны и монолитного упора, а также МН, образующихся в мембране и в верхнем упоре при подаче давления, от размера зазора представлены в табл. 2.

Расчет проведен для монолитного упора при давлении $P = 370$ кПа, являющимся предельным для ЧЭД без упора. Определено, что стойкость ЧЭД к перегрузочному давлению растет с умень-

шением зазора Z между упором и мембраной, т. е. чем раньше произойдет момент касания мембраны и упора, тем большее перегрузочное давление способен выдержать датчик (рис. 3). Однако необходимо, чтобы соблюдалось условие свободного передвижения мембраны в диапазоне номинального измеряемого давления (для исследуемой мембраны $P_{\text{ном}} = 25$ кПа) и ограничения ее движения до возникновения необратимых деформаций в мембране. Для этого проведено моделирование нагрузочной характеристики стандартного ЧЭД без упора. Необратимые деформации в кремнии могут возникнуть при циклических нагрузках датчика, когда появляется эффект "усталости материала" и мембрана может разрушиться раньше предела прочности. Для монокристаллического кремния рекомендованное критическое МН по Von Mises должно быть не более $\sigma = 500$ МПа [20]. На рис. 4 приведена зависимость перемещения центра мембраны и МН в мембране от приложенного к ней давления, полученная моделированием методом конечных элементов. Расчет проведен для ЧЭД без упора.

Согласно условиям работы датчика ($\sigma < 500$ МПа) и проведенным расчетам, зазор $W_{\text{зазор}}$ между упорами и кристаллом должен лежать в диапазоне

Таблица 1

Table 1

Результаты моделирования двух видов конструкций с упорами
Two types of the simulation results of constructions with stops

Параметр Parameters	Конструкция упора Construction	
	В виде креста Cross-form stop	В виде монолита Monolith-form stop
Максимальное перемещение мембраны Δh_m , мкм Maximum displacement of the membrane Δh_m , μm	25,9	15,8
Максимальное перемещение упора Δh_k , мкм Maximum displacement of the stop Δh_k , μm	1,1	0,86
Максимальное эквивалентное МН в мембране σ_m , МПа Maximum equivalents MS in the membrane σ_m , MPa	673	466
Максимальное эквивалентное МН в упоре σ_k , МПа Maximum equivalents MS in the stop σ_k , MPa	23,7	18,7
Коэффициент прочности k Coefficient of strength k	2,15	3,10

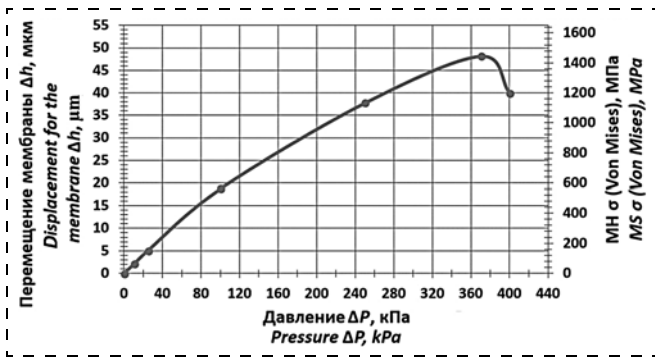


Рис. 4. Зависимость перемещения центра мембраны и МН от приложенного давления

Fig. 4. The dependence of displacement for the membrane and mechanical stress by pressure

5...17 мкм, при этом контакт мембраны и упора произойдет в диапазоне давлений P 30...90 кПа. Полученные данные можно использовать для нахождения требуемого зазора не только между кристаллом и верхним упором, но и между кристаллом и нижним упором.

В табл. 3 приведен пример расчета зависимости прочностных характеристик ЧЭД с монокристаллическим упором от давления при $W_{\text{зазор}} = 7$ мкм.

С ростом давления наблюдается линейный рост МН и перемещений. При $P = 1800$ кПа МН приближается к критическому значению в $\sigma_m = 500$ МПа, хотя и остается трехкратный запас по прочности.

Результаты экспериментов

Рассмотрена работа образцов с различными значениями зазоров между мембраной и верхними упорами разных видов.

На рис. 5 приведены результаты исследований изготовленных ЧЭД с монокристаллическим упором для пяти среднестатистических образцов. В данной конструкции происходит линейный рост чувствительности при номинальном диапазоне давлений (до $P = 25$ кПа). При подаче давления со стороны мембраны ее прогиб ограничивается при $P = 30...50$ кПа и зависимость выходного сигнала от давления резко снижается. При этом выходной сигнал продолжает незначительно расти, что является положительным фактором, поскольку в случаях аварийных ситуаций можно отслеживать продолжающееся воздействие перегрузочного давления. Разрушение преобразователя с монокристаллическим упором наступает при перегрузочном давлении $P_{\text{разр}} = 1,55...1,75$ МПа, т. е. наблюдается повышение прочности конструкции в 4...5 раз по сравнению со стандартной конструкцией ЧЭД без упора. Моделирование работы двух видов упоров было подтверждено на практике: разрушение преобразователя с упором в виде креста происходит при меньшем перегрузочном давлении $P = 1,20...1,30$ МПа.

На рис. 6 показана экспериментальная зависимость давления посадки мембраны на упор от высоты зазора между упором и мембраной. В табл. 4 приведены экспериментальные результаты влияния упоров на основные определяющие параметры, такие как температурный гистерезис нулевого сигнала в диапазоне температур $-60...+20$ °C (ТГН⁻) и $+20$ °C... $+80$ °C (ТГН⁺), температурный коэффициент нулевого сигнала в диапазоне температур $-60...+20$ °C (ТКН⁻) и $+20...+80$ °C (ТКН⁺), уход нулевого сигнала (U_0) после воздействия пе-

Таблица 2

Table 2

Зависимость механических параметров ЧЭД от размера зазора между мембраной и монокристаллическим упором при $P = 370$ кПа

The dependence of mechanical parameters for SIE by value of size between membrane and monolith-form stop at $P = 370$ kPa

Параметр Parameters	Зазор между мембраной и упором, мкм The size between membrane and stop, μm				
	5	7	10	12	15
Максимальное перемещение мембраны Δh_m , мкм Maximum displacement of the membrane Δh_m , μm	5,33	7,32	10,31	12,3	15,27
Максимальное перемещение упора Δh_k , мкм Maximum displacement of the stop Δh_k , μm	0,33	0,32	0,31	0,30	0,27
Максимальное эквивалентное МН в мембране σ_m , МПа Maximum equivalents MS in the membrane σ_m , MPa	196	225	338	363	407
Максимальное эквивалентное МН в упоре σ_k , МПа Maximum equivalents MS in the stop σ_k , MPa	7	6,9	6,6	6,5	6,4

Таблица 3

Table 3

Зависимость основных параметров ЧЭД с монокристаллическим упором от давления

The dependence of parameters for SIE with monolith-form stop by pressure

Параметр Parameters	Давление, кПа Pressure, kPa			
	370	1000	1500	1800
Максимальное перемещение мембраны Δh_m , мкм Maximum displacement of the membrane Δh_m , μm	7,32	7,89	8,33	8,6
Максимальное перемещение упора Δh_k , мкм Maximum displacement of the stop Δh_k , μm	0,32	0,93	1,4	1,67
Максимальное эквивалентное МН в мембране σ_m , МПа Maximum equivalents MS in the membrane σ_m , MPa	225	310	410	464
Максимальное эквивалентное МН в упоре σ_k , МПа Maximum equivalents MS in the stop σ_k , MPa	6,9	19,4	29,1	34,8
Коэффициент прочности k Coefficient of strength k	6,4	4,7	3,54	3

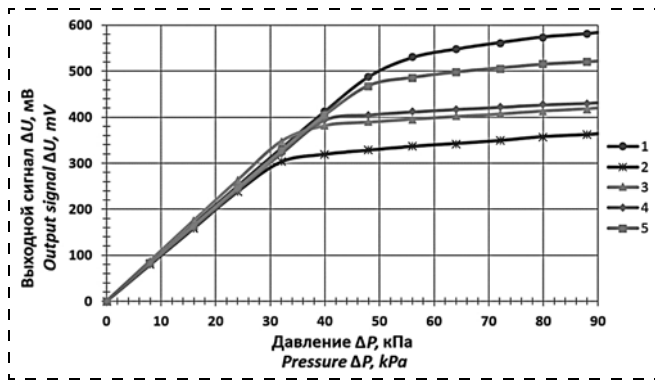


Рис. 5. Зависимость выходного сигнала от приложенного давления со стороны мембраны на ЧЭД с монолитным упором (пример для пяти образцов)

Fig. 5. The dependence of output signal by pressure from the membrane side for SIE with monolith-form stop (example for 5 samples)

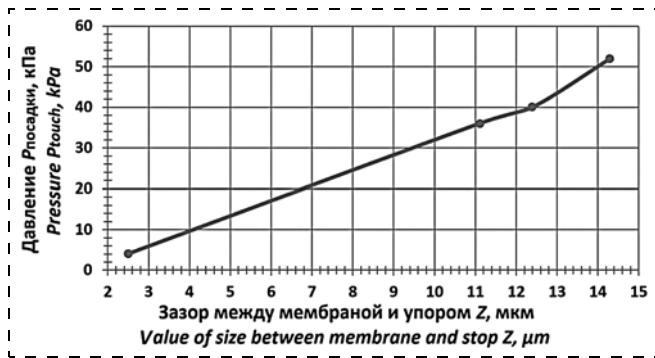


Рис. 6. Зависимость давления посадки мембраны на упор от высоты зазора между упором и мембраной

Fig. 6. The dependence of touch moment for membrane and stop by size between them

Таблица 4
Table 4

Влияние упоров на основные параметры преобразователей давления
The influence of stop by parameters SIE

Параметр Parameters	Вид ЧЭД Type of SIE	
	Без упоров Without stops	С упорами With stops
Уход U_{0P} после подачи перегрузочного давления Changing of U_{0P} after used overload pressure	0,11	0,03
Со стороны мембраны, % from the side of membrane, %		
Со стороны тензосхемы, % from the side of circuit, %	0,14	0,05
ТГН ⁻ , %	0,13	0,21
ZTH ⁻ , %		
ТГН ⁺ , %	0,27	0,34
ZTH ⁺ , %		
ТКН ⁻ , %/10°C	0,16	0,23
ТСО ⁻ , %/10°C		
ТКН ⁺ , %/10°C	0,13	0,18
ТСО ⁺ , %/10°C		
Нелинейность, % Nonlinearity, %	0,23	0,24
P_{\max} , МПа	0,35	1,65
P_{\max} , МПа		

регрузочного давления, нелинейность выходного сигнала, а также максимальное давление разрушения ЧЭД (P_{\max}). Температурные и прочностные характеристики исследовали при наименьшем номинальном поддиапазоне давлений 1,6 кПа, нелинейность — в полном диапазоне давлений до 25 кПа.

При исследовании достаточно обширной выборки (224 образца ЧЭД с упорами) можно отметить преимущество преобразователей с упорами по прочностным характеристикам (уход нулевого сигнала при механических перегрузках U_{0P} , предельное давление разрушения ЧЭД P_{\max}) относительно аналога без упоров.

В то же время выявлено не критичное, но отрицательное влияние соединений дополнительного элемента на температурные характеристики (ТГН и ТКН). Нелинейность выходного сигнала для ЧЭД с упорами практически не изменилась.

Заключение

В результате проведенных исследований определена оптимальная конструкция верхнего упора в виде монолитной правильной четырехугольной призмы из кремния. Благодаря анализу разработанной математической модели и результатам измерений на полученных экспериментальных образцах доказано, что применение данного вида верхнего упора позволяет увеличить перегрузочную способность ЧЭД. Используемая технология нанесения припойного стекла в сочетании со сборочными операциями ЧЭД обеспечивают получение требуемого диапазона зазора $W_{\text{зазор}} = 5...17$ мкм между мембраной кристалла и упорами для работы в диапазоне давлений до $P = 25$ кПа. Нелинейность выходного сигнала ЧЭД остается в прежних пределах погрешности. В данной разработке наблюдается увеличение прочности при подаче давления со стороны мембраны до $P_{\text{разр}} = 1,55...1,75$ МПа, что выше показаний, полученных на стандартных конструкциях ЧЭД без упоров. Дополнительно предлагаемый вид верхнего упора может быть реализован по существенно упрощенному технологическому маршруту относительно известного прототипа.

Наличие дополнительных элементов в виде упоров снижает уход нулевого сигнала U_{0P} после подачи перегрузочного давления, так как в мембране формируются меньшие механические напряжения при остановке на упоре. В то же время необходимо продолжить исследования, чтобы снизить влияние упоров на температурные характеристики ЧЭД.

Авторы выражают благодарность Забугину Сергею Александровичу за содействие в технологическом аспекте реализации сборочной конструкции ЧЭД.

Список литературы

1. Суханов В. С., Данилова Н. Л., Панков В. В. Микроэлектронный датчик давления с чувствительным элементом, защищенным от перегрузки. Патент РФ. 2015. RU2564376 С1. 14 с.
2. Тиняков Ю. Н., Андреев К. А., Цивинская Т. А., Гусляев Д. В. Датчик давления. Патент РФ. 2015. RU2559300 С2. 7 с.
3. Ушков А. В., Козлов А. Н. Проектирование, изготовление и исследование кремниевых чувствительных элементов давления со встроенной защитой от перегрузок // Нано- и микросистемная техника. 2007. № 5. С. 49–51.
4. Meng X., Zhao Y. The design and optimization of a highly sensitive and overload-resistant piezoresistive pressure sensor // MDPI "Sensors". 2016. Vol. 16. N. 348. P. 1–12. DOI: 10.3390/s16030348.
5. Christel L., Petersen K., Barth P., Pourahmadi F., Mallon J., Bryzek J. Single-crystal Silicon Pressure Sensors with 500x Overpressure Protection // Sensors and Actuators A. 1990. N. A21–A23. P. 84–88.
6. Seto Y., Tokuda T. Pressure sensor chip // Patent USA. 2013. US 0239694 A1. 6 с.
7. Земляничников Н. С., Данилова Н. Л., Панков В. В., Суханов В. С., Гаврилов Р. О., Михайлов Ю. А. Конструкция чувствительных элементов на малые давления с повышенной перегрузочной способностью // Нано- и микросистемная техника. 2013. № 6. С. 8–10.
8. Fournier S., Chappel E. Modeling of a Piezoelectric MEMS Micropump Dedicated to Insulin Delivery and Experimental Validation Using Integrated Pressure Sensors: Application to Partial Occlusion Management // Journal of Sensors. 2017. Vol. 2017. P. 1–7. DOI: 10.1155/2017/3719853.
9. Wu X.-P. A New Pressure Sensor with Innercompensation for Nonlinearity and Protection to Overpressure // Sensors and Actuators A. 1990. Vol. 21. P. 65–69. DOI: 10.1016/0924-4247(90)85013-T.
10. Schneeberger N., Allendes R., Bianchi F., Chappel E., Conan C., Gamper S., Schlund M. Drug Delivery Micropump with Built-In Monitoring // Proceedings of the Eurosensors XXIII conference. 2009. P. 1339–1342. DOI: 10.1016/j.proche.2009.07.334.
11. Yifang L., Daner C., Liwei L., Gaofeng Z., Jianyi Z., Lingyun W., Daoheng S. Glass frit bonding with controlled width and height using a two-step wet silicon etching procedure // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2016. N. 26. Article 035018. DOI: 10.1088/0960-1317/26/3/035018.
12. Sandvand A., Halvorsen E., Aasmundtveit K. E., Jakobsen H. Influence of glass-frit material distribution on the performance of precision piezoresistive MEMS pressure sensors // IEEE transactions on components, packaging and manufacturing technology. 2015. Vol. 5, N. 1. P. 1559–1566.
13. Sinev L. S., Ryabov V. T. Reducing thermal mismatch stress in anodically bonded silicon-glass wafers: theoretical estimation // Journal of Micro/Nanolithography, MEMS and MOEMS. 2017. Vol. 16, N. 1. P. 015003-1–015003-5. DOI: 10.1117/1.JMM.16.1.015003.
14. Басов М. В., Пригодский Д. М., Холодков Д. А. Моделирование чувствительного элемента датчика давления на основе биполярного тензотранзистора // Датчики и системы. 2017. № 6. С. 17–24.
15. Басов М. В., Пригодский Д. М. Исследование чувствительного элемента датчика давления на основе биполярного тензотранзистора // Нано- и микросистемная техника. 2017. Том 19, № 11. С. 685–693. DOI: 10.17587/nmst.19.685-693.
16. Басов М. В., Химушкин Б. И., Холодков Д. А. Интегральный чувствительный элемент преобразователя давления на основе биполярного транзистора. Патент РФ. 2017. RU174159 U1. 14 с.
17. Земляничников Н. С., Данилова Н. Л., Панков В. В., Суханов В. С., Михайлов Ю. А. Тензорезистивные преобразователи давления на основе сложнопрофилированных кремниевых мембран // Нано- и микросистемная техника. 2013. № 4. С. 32–36.
18. Wade R. Pressure sensor with overpressure protection. Patent USA. 2016. US 9410861 B2. 17 p.
19. Furlan H., Fraga M. A., Koberstein L. L., Rasia L. A. Modeling of MEMS Piezoresistive Sensors // Chapter in book: Mathematical Modeling Applied to Problem Solving in Engineering. Ediotora da Unijui. 2012. 17 с.
20. Унтилов А. А. Исследование и разработка упругого подвеса чувствительного элемента микромеханического гироскопа. Диссертация канд. техн. наук. 2005. Санкт-Петербург. 14 с.

D. M. Prigodskiy, Engineer-researcher, dprigodskiy@gmail.com,

M. V. Basov, Engineer, basov.vniia@gmail.com,

Dukhov Research Institute of Automatics (VNIIA), Moscow, 127055, Russian Federation

Corresponding author:

Basov Mikhail V., Engineer, Dukhov Research Institute of Automatics (VNIIA), Moscow, 127055, Russian Federation, basov.vniia@gmail.com

Research of Pressure Sensitive Elements with Increased Strength

Received on February 01, 2019

Accepted on February 27, 2019

The paper presents the design of a silicon pressure sensitive elements (SEP) with stops. Stops are providing resistance of overload pressure. The advantage of stops was proved. The required size between the membrane and stops for working displacement of the membrane was determined. The results of researching parameters for samples with increased strength have been described. SEP is working in the range from 1.6 to 25.0 kPa. Elements can increase overload strength in 5X times compared standard design SEP without stops.

Keywords: pressure sensitive elements, Wheatstone bridge circuit, overload pressure, stops, zero signal temperature coefficient (TCZ), zero signal hysteresis temperature (THZ), finite element method

For citation:

Prigodskiy D. M., Basov M. V. Research of Pressure Sensitive Elements with Increased Strength, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 368–376.

DOI: 10.17587/nmst.21.368-376

Introduction

Improving the strength properties of primary pressure transducers is an important task in the development of pressure sensors [1–6], especially for measuring low pressures from 1 kPa, when the most fragile element of a SEP (silicon membrane) is subjected to significant overloads during the pressure sensors assembly housing and during operation the device.

The investigated design of the SEP with increased resistance to overload pressure includes a profiled silicon die with a strain gauge bridge measuring circuit, an upper cover with a stop (upper stop), a gasket with a stop (lower stop) and the base. The die membrane, formed by anisotropic wet etching, has a square shape with a complex profiled geometry of mechanical stress concentrators (MS) in the form of rigid centers. All components of the SEP are made of silicon and are connected by low-temperature solder glass [7], although other methods of connected is knowing in the papers [8–10]. When an overload pressure is applied to the SEP, the silicon die membrane touch the stop: when pressure is applied from the side of the membrane, the planar part of the die touches the upper stop; when pressure is applied from the planar part's side, the rigid centers of the membrane touch the lower stop. At the same time, the distance between the die membrane and the stops should ensure the free bending of the die membrane at nominal pressure. The specified distances are regulated by the thickness of the solder glass seam. This design is the most technologically advanced in the manufacture and by means of automating the deposition process, it is possible with enough accuracy and repeatability to plating solder glass on the stops [11]. Low-quality plating technology can lead to solder glass getting on the front or profiled side of the die, critical areas of the gasket and the top stop. This problem can lead to a premature landing on stops or the beginning of parasitic MS, which ultimately can cause an increase in the basic and additional uncertainties of the pressure transducer [12, 13]. There are alternative solutions for increasing the strength by using an ultrasensitive circuit based on a bipolar strain-sensitive transistor [14–16], which over the long term make it possible to achieve increased strength of the SEP without the use of stops, under several conditions. However, this task is not so simple and at the present moment, this work of the design and research a pressure sensor die continues.

SEP construction with increased strength

The top stop from mechanical overload is the silicon part, which is attached to the die symmetrically on four sides. The upper stop has an area smaller than the die for attaching to the contact pads.

The bottom stop from mechanical overload is a silicon gasket with integrated stops. The stops are integrated into the silicon gasket and are made in the same

process along with gasket by the method of silicon's anisotropic etching (figure 1).

In response to such an optimal solution, in comparison with the standard design of the SEP [17], the gasket design with stops has a strength 10X times higher under the influence of the die's planar part.

The overload property of the SEP, during pressure supply from the side of the planar part, is significantly higher than when the pressure is supplied from the side of the membrane. This is explained by the fact that the lower and upper stops have a different shape and area of attachment to the die. The main purpose of the work was to increase the strength of the SEP by changing the stop comparative to the well-known analogues [1, 18]. It was proposed to simplify the upper stop using the stop in the form of a monolithic regular quadrangular prism made of silicon, and, as a result, the technological process of the stop's production. The thickness of the gap between the die's membrane and the stop will be achieved only due to the thickness of the plating solder glass. This solution will also simplify the technology for obtaining the necessary gaps without additional wet etching of the stops for the required nominal pressure. The areas of connection the stop's upper and the die have an open figure (such as a square) with gaps (interruptions of the glass layer) at the corners for measuring the differential pressure by the die.

Simulation SEP with increased strength

The simulation of the SEP with stops under the influence of overload pressure was carried out by the finite element method in the ANSYS software package [19]. To optimize the calculation, it suffices to consider a geometric model consisting only of a die with an upper stop.

Rectangular finite elements in the form of hexahedra ranging in size from 5 to 100 μm were used. To solve the contact problem, the frictional type of contact for a pair of membrane — stop surfaces with a friction coefficient of 0.2 was set. While calculating, a symmetric contact interaction was specified without surfaces interpenetration.

When applying pressure on the die's SEP from the profiled side, the membrane bends until contact of the membrane and the stop. A further increase in pressure leads to an increase in the contact area of the membrane and stop and the initiation of an MS in stop. It has been established that the magnitude of the membrane's deflection, the magnitude of MS in membrane and, accordingly, membrane's strength to overload, depend on the size of the gap between the stop and the membrane, and on the shape of the stop.

The pressure transducer die has the following overall dimensions: the die area is 6.15×6.15 mm, the area of the thinned part of the membrane is 4.20×4.20 mm, the thickness of the membrane is 35 μm . Overall di-

mensions of the upper stop 5.0×5.0 mm. The die and the top stop are connected by solder glass in four areas with dimensions of 4.00×0.30 mm. The calculation of the upper stop's geometry in the form of a cross was carried out under the condition of anisotropic etching of the figure by thickness $\Delta W = 100$ μm in wafers with a crystallographic plane (100) in a solution of potassium hydroxide. Table 1 shows the results of modeling various designs of the stop with a gap $W_{\text{gap}} = 15$ μm when overload pressure is applied to the SEP with a nominal value of $P = 1$ MPa. It was established that to achieve the maximum SEP's strength, it is preferable to use a monolithic stop in the form of a regular quadrangular prism, the connection's area with the die of which is identical to the same figures with an etched cross. The design with the etched part in the form of a cross has less strength, because the membrane bends more strongly under the influence of overload pressure in the stop's etched area (fig. 2, a).

The monolithic stop and the membrane have a large area of contact and, accordingly, a smoother redistribution of MS with a lower maximum equivalent indicator in the stop (fig. 2, b). The dependences of the maximum displacements of the membrane and the monolithic stop, the MS formed in the membrane and the upper stop when the pressure is applied, are presented in Table 2. The calculation was performed for a monolithic stop with pressure $P = 370$ kPa, which is the limit for the SEP without a stop.

It has been determined that the strength of the SEP to overload pressure increases with decreasing gap Z between the stop and the membrane, that is, the earlier the contact of the membrane and the stop occurs, the greater the overload pressure the sensor can withstand (Fig. 3). However, it is necessary to observe the condition of free membrane's movement in the range of the nominal measured pressure (for the investigate membrane $P_{\text{nom}} = 25$ kPa) and restriction of its movement until irreversible deformations occur in the membrane. For this purpose, the simulation of the load characteristics of the standard SEP without a stop was carried out. Irreversible deformations in silicon can occur under cyclic loads of the sensor, when the effect of "material fatigue" appears and the membrane can be destroyed before the tensile strength. For monocrystalline silicon, the recommended critical stress should be no more than $\sigma = 500$ MPa [20]. Figure 4 shows the dependence of the displacement membrane's center and the MS in the membrane when pressure is applied, obtained by modeling using the method of finite elements. The calculation was carried out for SEP without a stop. According to the sensor operation conditions ($\sigma < 500$ MPa) and the calculations made, the gap W gap between the stops and the die should be in the range from 5 to 17 μm , while the contact between the membrane and the stop will occur in the pressure range P from 30 to 90 kPa. The obtained data can be used not

only to find the required gap between the die and the upper stop, but also between the die and the lower stop.

Table 3 shows an example of the calculation strength's dependence characteristics of a SEP with a monolithic stop on pressure at $W = 7$ μm .

With increasing pressure, linear growth of MS and displacements is observed. At $P = 1800$ kPa, the MS approaches to the critical value of $\sigma = 500$ MPa, although a threefold safety margin remains.

Experimental results

The work of samples with different gaps' sizes between the membrane and the upper stops of different types is considered.

Figure 5 shows the studies' results of manufactured SEP with monolithic stop for five average samples. In this design, a linear increase in sensitivity occurs at a nominal pressure range (up to $P = 25$ kPa). When applying pressure from the membrane, its deflection is limited at $P = 30...50$ kPa and the dependence of the output signal on pressure decreases sharply. At the same time, the output signal continues to grow slightly, which is a positive factor, since in case of emergency situations it is possible to monitor the continuing impact of overload pressure. The destruction of the transducer with a monolithic stop occurs at overload pressure $P = 1.55...1.75$ MPa, i.e. there is an increase in structural strength of 4...5 times compared with the standard design of the SEP without a stop. The modeling of these stops' types was confirmed in practice: the destruction of the transducer with a stop in the form of a cross occurs at a lower overload pressure $P = 1.20...1.30$ MPa.

Figure 6 shows the experimental dependence of the membrane landing on the stop on the gap between the stop and the membrane. Table 4 shows the experimental results of the stops' influence on the main parameters, such as the temperature hysteresis of the zero signal in the temperature range from minus 60 to 20 $^{\circ}\text{C}$ (THZ^-) and from 20 to 80 $^{\circ}\text{C}$ (THZ^+), the temperature coefficient of the zero signal in the temperature range from minus 60 to 20 $^{\circ}\text{C}$ (TCZ^-) and from 20 to 80 $^{\circ}\text{C}$ (TCZ^+), the offsetting of the zero signal (U_0) after exposure to overload pressure, nonlinearity of the output signal and the maximum fracture pressure of the SEP (P_{max}). The temperature and strength characteristics were studied at the lowest nominal pressure 1.6 kPa, nonlinearity — in the full pressure range up to 25 kPa. In the study of an extensive series (224 SEP samples with stops), it is possible to note the advantage of transducers with stops according to the strength characteristics (the offsetting of the zero signal under mechanical overloads U_{0P} , limiting fracture pressure SEP P_{max}) relative to the transducers without stops.

At the same time, an uncritical, but negative effect of the additional element bonding on the temperature

characteristics (THZ and TCZ) was revealed. The non-linearity of the output signal for SEP with the stops almost unchanged.

Conclusion

As a result of the research, the optimal upper stop's design in the form of a monolithic regular rectangular silicon prism was determined. In response to the analysis of the developed mathematical model and the results of measurements on the obtained experimental samples, it was proved that the use of this type of upper stop allows increasing the overload capacity of the SEP. The technology used for applying solder glass provides in combination with the assembly operations of the SEP, obtaining the required gap range $W_{\text{gap}} = 5 \dots 17 \mu\text{m}$ between the membrane die and the stops for work in the pressure range up to $P = 25 \text{ kPa}$. The nonlinearity of the output signal SEP remains in the previous limits of uncertainties. In this development, an increase in strength is observed when pressure is applied from the side of the membrane to $P = 1.55 \dots 1.75 \text{ MPa}$, which is higher than the readings obtained on standard SEP structures without stops. Additionally, the proposed type of upper stop can be implemented on a substantially simplified technological route relative to the well-known prototype.

Additional elements in the form of stops reduces the zero signal's U_{0p} offsetting after applying overload pressure, since in the membrane, fewer mechanical stresses are formed when stay at the stop. At the same time, it is necessary to continue research in order to reduce the influence of the stops on the temperature characteristics of the SEP.

The authors express their gratitude to Sergei Zabugin for his technological assistance in development of the SEP.

References

1. **Suhanov V. S., Danilova N. L., Pankov V. V.** Mikroelektronnyj datchik davleniya s chuvstvitel'nyim ehlementom, zashchishchennym ot peregruzki. Patent RF, 2015, RU2564376 C1, pp. 1–14 (in Russian).
2. **Tinyakov Yu. N., Andreev K. A., Civinskaya T. A., Gulyaev D. V.** Datchik davleniya, Patent RF, 2015, RU2559300 C2, pp. 1–7 (in Russian)
3. **Ushkov A. V., Kozlov A. N.** Proektirovanie, izgotovlenie i issledovanie kremnievyh chuvstvitel'nyh ehlementov davleniya so vstroennoj zashchitoy ot peregruzok, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2007, no. 5, pp. 49–51 (in Russian)
4. **Meng X., Zhao Y.** The design and optimization of a highly sensitive and overload-resistant piezoresistive pressure sensor, *MDPI "Sensors"*, 2016, vol. 16, no. 348, pp. 1–12. DOI: 10.3390/s16030348
5. **Christel L., Petersen K., Barth P., Pourahmadi F., Mallon J., Bryzek J.** Single-crystal Silicon Pressure Sensors with 500× Overpressure Protection, *Sensors and Actuators A*, 1990, no. A21–A23, pp. 84–88.
6. **Seto Y., Tokuda T.** Pressure sensor chip, Patent USA, 2013, US 0239694 A1, pp. 1–6.
7. **Zemlyannikov N. S., Danilova N. L., Pankov V. V., Suhanov V. S., Gavrillov R. O., Mihajlov Yu. A.** Konstrukciya chuvstvitel'nyh ehlementov na malye davleniya s povyshennoj peregruzochnoj sposobnost'yu, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2013, no. 6, pp. 8–10 (in Russian)
8. **Fournier S., Chappel E.** Modeling of a Piezoelectric MEMS Micropump Dedicated to Insulin Delivery and Experimental Validation Using Integrated Pressure Sensors: Application to Partial Occlusion Management, *Journal of Sensors*, 2017, vol. 2017, pp. 1–7. doi.org/10.1155/2017/3719853.
9. **Wu X.-P.** A New Pressure Sensor with Innercompensation for Nonlinearity and Protection to Overpressure, *Sensors and Actuators A*, 1990, vol. 21, pp. 65–69. doi.org/10.1016/0924-4247(90)85013-T.
10. **Schneeberger N., Allendes R., Bianchi F., Chappel E., Conan C., Gamber S., Schlund M.** Drug Delivery Micropump with Built-In Monitoring, *Proceedings of the Eurosensors XXIII conference*, 2009, pp. 1339–1342. doi: 10.1016/j.proche.2009.07.334
11. **Yifang L., Daner C., Liwei L., Gaofeng Z., Jianyi Z., Lingyun W., Daoheng S.** Glass frit bonding with controlled width and height using a two-step wet silicon etching procedure, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2016, no. 26. DOI: 10.1088/0960-1317/26/3/035018.
12. **Sandvand A., Halvorsen E., Aasmundtveit K. E., Jakobsen H.** Influence of glass-frit material distribution on the performance of precision piezoresistive MEMS pressure sensors, *IEEE transactions on components, packaging and manufacturing technology*, 2015, vol. 5, no. 11, pp. 1559–1566.
13. **Sinev L. S., Ryabov V. T.** Reducing thermal mismatch stress in anodically bonded silicon-glass wafers: theoretical estimation, *Journal of Micro/Nanolithography, MEMS and MOEMS*, 2017, vol. 16, no. 1, pp. 015003-1–015003-5. DOI: 10.1117/1.JMM.16.1.015003.
14. **Basov M. V., Prigodskiy D. M., Holodkov D. A.** Modelirovanie chuvstvitel'nogo ehlementa datchika davleniya na osnove bipolyarnogo tenzotranzistora, *Datchiki i sistemy*, 2017, no. 6, pp. 17–24 (in Russian)
15. **Basov M. V., Prigodskiy D. M.** Issledovanie chuvstvitel'nogo ehlementa datchika davleniya na osnove bipolyarnogo tenzotranzistora, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 11, pp. 685–693. DOI: 10.17587/nmst.19.685-693 (in Russian)
16. **Basov M. V., Khimushkin B. I., Holodkov D. A.** Integral'nyj chuvstvitel'nyj ehlement preobrazovatelya davleniya na osnove bipolyarnogo tranzistora, Patent RF. 2017. RU174159 U1, pp. 1–14 (in Russian)
17. **Zemlyannikov N. S., Danilova N. L., Pankov V. V., Suhanov V. S., Mihajlov Yu. A.** Tenzorezistivnye preobrazovatelye davleniya na osnove slozhnopofilirovannyh kremnievyh membran, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2013, no. 4, pp. 32–36 (in Russian)
18. **Wade R.** Pressure sensor with overpressure protection. Patent USA, 2016, US 9410861 B2, pp. 1–17.
19. **Furlan H., Fraga M. A., Koberstein L. L., Rasia L. A.** Modeling of MEMS Piezoresistive Sensors, *Chapter in book: Mathematical Modeling Applied to Problem Solving in Engineering*. Ediotora da Unijui, 2012, pp. 1–17.
20. **Untilov A. A.** Issledovanie i razrabotka uprugogo podvesa chuvstvitel'nogo ehlementa mikromekhanicheskogo giroskopa, Dis. kandidata tekhnicheskikh nauk, 2005, Sankt-Peterburg, 14 p. (in Russian)

В. В. Просянюк¹, канд. техн. наук, нач. отдела, e-mail: vvp101250@mail.ru,

Б. Ю. Паршиков², гл. специалист, e-mail: only25@rambler.ru,

Н. В. Прудников³, д-р техн. наук, гл. науч. сотр., e-mail: mzairan@mzairan.ru,

И. С. Суворов¹, канд. техн. наук, вед. науч. сотр., e-mail: suvorov_i47@mail.ru,

¹ Федеральный научно-производственный центр "Научно-исследовательский институт прикладной химии, г. Сергиев Посад,

² Московский научно-исследовательский телевизионный институт, г. Москва,

³ Межведомственный центр аналитических исследований в области физики, химии и биологии при Президиуме Российской академии наук, г. Москва

МИНИАТЮРНЫЕ РЕЗЕРВНЫЕ ИСТОЧНИКИ ПИТАНИЯ НА ОСНОВЕ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ КОНДЕНСИРОВАННЫХ СИСТЕМ

Поступила в редакцию 07.02.2019

Проведена оценка потенциальных возможностей миниатюрных резервных пиротехнических источников тока на основе разнородных малогазовых энергетических конденсированных систем, являющихся основой нового класса гибридных резервных источников питания с универсальным способом задействования и широким спектром функциональных возможностей. Их удельные (объемные и массовые) характеристики могут быть существенно улучшены применением активных наноматериалов.

Ключевые слова: высокотемпературный гальванический элемент, пиротехнический источник тока, энергетические конденсированные системы

Введение

Современный мир насыщен приборами и устройствами бытового и технического назначения, укомплектованных источниками электрического питания, которые отличаются габаритными размерами, формой и характеристиками. Резервные химические источники тока, предназначенные для работы в режиме ожидания, занимают особое место в номенклатуре средств автономной электроэнергетики. Их приводят в действие непосредственно перед использованием — заливкой электролита, разогревом электрохимических элементов до плавления электролита и т. д. [1, 2].

В неработающих изделиях электролит хранится отдельно или он является диэлектриком, что обеспечивает термодинамическую устойчивость электрохимических систем (отсутствие саморазряда) и неизменность характеристик после длительного хранения (20—25 лет).

1. Пиротехнические источники тока

Рост интеллектуального потенциала бортовой аппаратуры объектов различного назначения и усложнение решаемых ими задач обуславливают необходимость и актуальность безотлагательного совершенствования резервных источников электрической энергии. Анализ материалов отечественной и зарубежной патентной и научно-технической литературы показывает, что сохраняется устойчивый интерес к улучшению их характеристик в нашей стране и за рубежом. В конце XX века установлено,

что изделия автономной электроэнергетики в ряде случаев должны дублировать электрические цепи систем огневыми. Для решения этой задачи были созданы качественно новые пиротехнические источники тока (ПИТ), электроды и сепараторы которых выполнены из разнородных малогазовых энергетических конденсированных систем (ЭКС). Их высокотемпературные гальванические элементы (ВГЭ) представляют собой тонкие (≤ 1 мм) многослойные заряды, что значительно меньше критического диаметра замедлительных, нагревательных и других композиций, в том числе предназначенных для получения материалов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС).

Прямое преобразование химической энергии ЭКС в электрическую в режиме горения является новым направлением высокотемпературной электрохимии. Продукты сгорания ВГЭ должны содержать активный металл в аноде и окислитель в катоде, которые контактируют одновременно с расплавленным электролитом, имеющим высокую ионную проводимость. Результаты исследований безгазового горения тонких многослойных ВГЭ с легкоплавким инертным компонентом (электролитом) представляют теоретический и практический интерес для получения слоевых композиционных материалов различного назначения методом СВС.

Минимальное внутреннее сопротивление, высокая температура и активные электродные материалы обеспечивают высокую мощность батарей ВГЭ. В процессе генерирования тока (при протек-

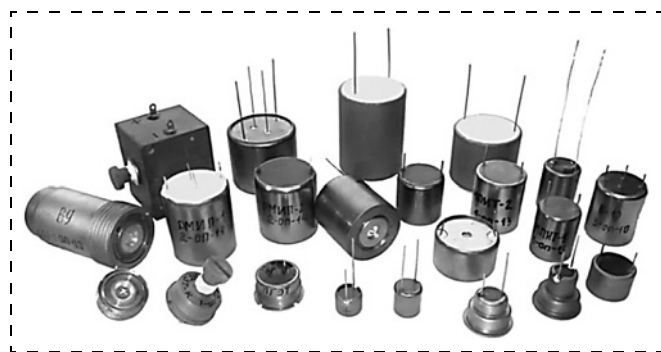


Рис. 1. Внешний вид ПИТ

Fig. 1. Appearance of PTCS

кании электрохимических процессов и остывания) внутреннее сопротивление и рабочее напряжение меняются в достаточно широких пределах, что ока-

зывает влияние на условия передачи энергии потребителю. Внешний вид ПИТ и их характеристики приведены на рис. 1 и в табл. 1, 2.

Как следует из рис. 1 и табл. 1, 2, ПИТ отличаются размерами, временами активации и работы, а также электрическими характеристиками. Кроме задействования и питания аппаратуры различного назначения их можно использовать в качестве универсальных источников электрического питания во время работы экспедиций, при ликвидации последствий катастроф и стихийных бедствий, для энергообеспечения средств оповещения о пожарах и других чрезвычайных и криминальных ситуациях и т. д. Датчиками на их основе комплектуют пожарно-охранные средства на объектах, предрасположенных к самовозгоранию, на складах и в помещениях, где проводятся опасные работы, в качестве самосраба-

Таблица 1

Table 1

ПИТ импульсного действия

PTCS of pulse action

Наименование <i>Name</i>	I_{\min} , А	Время работы, с (не менее) <i>Time of operation, s</i> (not less than)	U_{\min} , В	Нагрузка, Ом <i>Load, Ω</i>	Диаметр, мм (не более) <i>Diameter, mm</i> (not more than)	Высота, мм (не более) <i>Height, mm</i> (not more than)
ПГЭТ-К <i>PGET-K</i>	1,0	0,02	2	2	M20×0,75	17,5
ПУ <i>PU</i>	0,5	0,02	2	4	M20×0,75	12,5
ПИРИТ-2Б <i>PIRIT-2B</i>	2,0	0,1	4	2	19,2	14,0
ПИРИТ-5 <i>PIRIT-5</i>	5,0	0,1	20	4	24,0	30,0
ПИРИТ-25 <i>PIRIT-25</i>	25,0	1,0	10	0,4	26,8	48,0

Таблица 2

Table 2

ПИТ для задействования и питания аппаратуры

PTCS for activation and power supply of the equipment

Наименование <i>Name</i>	I_{\min} , А	Время активации, с (не более) <i>Time of activation, s</i> (not more than)	Время работы, с (не менее) <i>Time of operation, s</i> (not less than)	U_{\min} , В	Нагрузка, Ом <i>Load, Ω</i>	Диаметр, мм (не более) <i>Diameter, mm</i> (not more than)	Высота, мм (не более) <i>Height, mm</i> (not more than)	Масса, кг <i>Weight, kg</i>
РМИП-2 <i>RMIP-2</i>	0,005	0,1	120	5	1200	30	32	0,075
Б-22Э <i>B-22E</i>	0,006	0,2	200	6	1000	37,5	32	0,08
РМИП-1 <i>RMIP-1</i>	0,005	0,1	120	5	1000	30	36	0,067
Б-40 <i>B-40</i>	0,0006	0,3	70	6	10 000	19	16	0,012
БПКДШ <i>BPKDSh</i>	0,006	1,0	300	6	1000	65 × 35	44	0,11
Б-31 <i>B-31</i>	0,005	0,3	До 70 от 70 до 90 Up to 70 from 70 up to 90	5	1000	30,0	18,0	0,035
	0,2				24			
Б-4 <i>B-4</i>	3,0	1,0	7	7	21	30	28	0,058
ХИТ 3-1 <i>HIT 3-1</i>	3,0	0,2	3	6	2	31	20	0,041
МПИТ-2 <i>MPIT-2</i>	0,81	0,9	10	22	27	25	30	0,040

тывающих энергонезависимых сигнально-пусковых приборов для включения и отключения различного рода исполнительных устройств.

Современная автономная электроэнергетика интенсивно развивается и выдвигает повышенные требования к качественным показателям источников питания. В первую очередь это связано с микроминиатюризацией бортовых систем и необходимостью разработки миниатюрных резервных источников тока. Это ведет к переходу от ваттных мощностей потребляемой энергии к милливаттным [3, 4] и требует создания миниатюрных источников тока, удельная плотность энергии которых значительно больше, чем у существующих. К современным и перспективным миниатюрным резервным источникам питания предъявляют следующие основные требования:

- минимально возможные массогабаритные характеристики;
- максимально возможное разнообразие конфигурации;
- время активации не более 0,1 с;
- максимальная удельная мощность или энергия;
- время хранения в режиме ожидания более 20 лет.

Указанным требованиям соответствуют в полном объеме только резервные ПИТ, которые наиболее перспективны для миниатюризации. Они могут приводить в действие тепловые (разогрелные) источники тока большой емкости, что позволяет генерировать электрический ток силой в несколько ампер в течение 10...20 мин при малом времени активации, универсальности задействования и т. п.

2. Гибридные источники тока

Следует учитывать тот факт, что ни один из известных резервных источников электрической энергии в полной мере не соответствует требованиям, предъявляемым к современным и перспективным средствам бортовой электроэнергетики. По этой причине многие задачи решают гибридными источниками питания (ГИП) с широким спектром функциональных возможностей. В современных средствах электроэнергетики часто применяют первичные источники тока совместно с накопителями электрической энергии (НЭЭ). Это позволяет оптимизировать питание потребителей, обеспечивая возможность снятия пиковых нагрузок в нужный момент за счет конденсатора. Кроме того, основное количество энергии в ряде случаев необходимо на завершающем этапе работы изделий, например, для задействования средств иницирования, питания мощных потребителей и т. д. В соответствии с этим возрас-

тает роль НЭЭ, обеспечивающих решение целого ряда проблем хранения и преобразования энергии, реализацию оптимальных режимов работы оборудования, питание потребителей с нестандартными параметрами. НЭЭ находят все более широкое применение в автономных энергетических установках, бортовом оборудовании, электрофизической аппаратуре и т. д. В состав таких устройств вводят электронную систему управления потоками энергии, обеспечивающую эффективность генерирования и передачи энергии потребителям [5, 6].

ГИП на основе ПИТ и НЭЭ могут гарантировать работу устройств, для которых необходимы импульсы электрического тока до 100 кА и электрический взрыв проводников, создание средств иницирования, безопасных к токам наводки и разрядам статического электричества.

Возможность создания ГИП на основе ионистора "ELNA" и ПИТ рассмотрена в нашей работе [7], в которой отмечено, что время зарядки этих НЭЭ велико, зависит от температуры окружающей среды и подаваемого напряжения. Быстрой зарядке батарей ионисторов "ELNA" препятствует их высокое внутреннее сопротивление и рост его при отрицательных температурах.

Теоретический и практический интерес представляют резервные ГИП на основе суперконденсаторов (СК). Их электроды выполнены из нанопористых углеродных материалов с удельной поверхностью до 1000...3000 м²/г, что позволило создать НЭЭ с емкостью 1...10 000 Ф, которые способны отдавать большую мощность и не боятся коротких замыканий. Теоретическое и практическое значение имеет исследование возможности применения для этой цели графена.

На электродах элементарных ячеек СК образуются два последовательно соединенных через электролит двойных электрических слоя, а накопленный заряд снимают с анода и катода. Допустимое рабочее напряжение СК определяется напряжением разложения электролита. Основными достоинствами СК являются: большая емкость при малых габаритных размерах; отсутствие необходи-



Рис. 2. Внешний вид суперконденсаторов фирм IOXUS, SAMWHA ELECTRIC и ОАО "Элеконд"

Fig. 2. The appearance of ultracapacitors of IOXUS, SAMWHA ELECTRIC and Elecond Co.

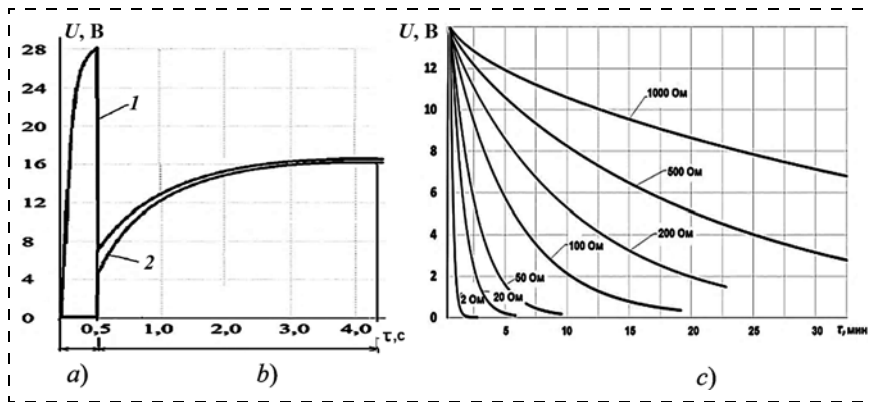


Рис. 3. Зарядно-разрядные кривые макетного образца ГИП: *a* — работа ПИТ на нагрузку 1 кОм и начало зарядки батареи СК; *1* — разрядная кривая ПИТ, *2* — зарядная кривая батареи СК; *b* — время зарядки батареи СК; *c* — разрядные кривые батарей СК с емкостью 3,75 Ф

Fig. 3. Charging-bit sample mockup curves HPS: 1 — bit curve PTCS, 2 — charging curve battery SC a — operation of PTCS for 1 kΩ load and start charging the SC battery, b — SC battery charging time, c — bit curves of SC batteries with the capacity of 3.75 F





мости применять специальные схемы зарядки или схемы управления процессом разрядки; экологичность; возможность пайки выводов, что гарантирует высокую стабильность контактов. Рабочее напряжение большинства СК равно 2,3...2,7 В. Внешний вид СК приведен на рис. 2.

Установлено, что для СК допустимо кратковременное увеличение напряжения без ухудшения их параметров. Сопровождающие процесс заряда кратковременные перегрузки по напряжению и перегреву обратимы, что позволяет многократно использовать скоростные режимы зарядки СК. Значительное превышение номинального напряжения вызывает необратимые изменения характеристик и параметров накопителя, связанные с образованием проводящих перемычек в нанопорах, что сопровождается уменьшением емкости, возрастанием парциальных сопротивлений и разрядного тока, интенсивным разогревом конденсаторов, способным привести к взрыву накопителя [8—11].

Эти особенности СК имеют информационное значение для одноразового использования накопителей в составе резервных ГИП, свойства которых зависят от энергетических характеристик ПИТ, зарядно-разрядных характеристик СК и их бата-

Таблица 3
Table 3

Характеристики СК и ПИТ для их зарядки
Characteristics of SC and PTCS for their charging

Внешний вид СК и их батарей <i>Appearance of SC and their batteries</i>	Электрические параметры $U, В; C, Ф$ <i>Electric parameters $U, V; C, F$</i>	Энергия, Дж <i>Energy, J</i>	Габаритные размеры (без выводов), мм <i>Dimensions (without leads), mm</i>	
			СК <i>SC</i>	ПИТ для зарядки СК <i>PSC for charging of SC</i>
	2,3 В 10 Ф 2.3 V 10 F	26,45	∅10 × 30	∅12 × 15
	9,2 В 2,5 Ф 9.2 V 2.5 F	105,8	22 × 22 × 35	∅25 × 20
	18,4 В 1,25 Ф 18.4 V 1.25 F	211,6	22 × 44 × 35	∅25 × 30
	9,2 В 3,75 Ф 9.2 V 3.75 F	187,5	26 × 26 × 30	∅25 × 32

рей, предельных значений электрической емкости, внутреннего сопротивления, максимально допустимых значений перенапряжения и зарядного тока и т. д. Для создания ГИП с высокой емкостью и минимальным временем зарядки необходимо обеспечить согласованность характеристик ПИТ и СК. Важнейшим условием выполнения этих требований является равенство (близость) их внутренних сопротивлений (критерий согласования по мощности).

Подтверждена возможность применения ПИТ для оперативной зарядки СК нового поколения и их батарей при температуре окружающей среды ± 60 °С за 2...5 с. Это позволило создать мощные резервные ГИП с универсальным способом задействования и широким спектром функциональных возможностей. Влияние температуры на их разрядные характеристики незначительно. Зарядку накопителей электрической энергии проводят обычно источниками постоянного тока с достаточно стабильным напряжением, а времена активации и работы ПИТ зависят прежде всего от сопротивления нагрузки, назначения и конструкции ячеек. После достижения максимального значения напряжение уменьшается до нуля через секунды, или через несколько минут. По этой причине процессы зарядки СК с применением ПИТ изучены недостаточно. Исследование этого процесса можно рассматривать как основную теоретическую задачу, требующую решения в рамках системотехнического проектирования ГИП [12].

ГИП могут представлять собой соединенные в обычную электрическую цепь ПИТ и накопители электрической энергии, конструктивно объединенные в одном корпусе или раздельно. Достоинством данной конструктивной схемы является улучшение массогабаритных характеристик, уменьшение времени активации и т. д. Характеристики СК и ПИТ для их зарядки приведены в табл. 3.

Разрядная кривая ПИТ, зарядная и разрядные кривые макетного образца батарей СК с напряжением разомкнутой цепи 14 В приведены на рис. 3.

Как следует из рис. 3 и табл. 3, макетные образцы ГИП могут обеспечивать напряжением (в номиналах 6, 9, 12 и 15 В) слаботочную аппаратуру потребителей в течение нескольких десятков минут.

Заключение

Объективная оценка потенциальных возможностей миниатюрных резервных ПИТ на основе ЭКС, а также гибридных источников на основе ПИТ и СК требует проведения дальнейших исследований в части улучшения их технических характеристик при учете закономерностей и особенностей конкурирующих процессов тепловыделения и генериро-

вания тока в тонких многослойных композициях высокотемпературных гальванических элементов и процессов зарядки суперконденсаторов. Теоретический и практический интерес представляет также поиск активных материалов, в том числе с нанометровыми размерами частиц, что может существенно увеличить основные характеристики источников.

Список литературы

1. **Нижниковский Е. А.** Современные электрохимические источники тока. М.: Радиотехника, 2015. 296 с.
2. **Денискин А. Г.** Резервные тепловые источники тока. Этапы развития и перспективы // Автономная энергетика. 2014. № 5. С. 46–51.
3. **Просьянок В. В., Суворов И. С., Гильберт С. В.** и др. Электрохимические системы резервных источников тока на основе энергетических конденсированных систем // РХЖ (Журнал РХО им. Д. И. Менделеева). 2016. № 3. С. 10–19.
4. **Просьянок В. В., Сигейкин Г. И., Суворов И. С., Колединский Г. М.** Миниатюрные резервные средства автоматки на основе высокотемпературных гальванических элементов // Нано- и микросистемная техника. 2009. № 5. С. 29–31.
5. **Валеев И. И., Гаврилов И. Н.** Гибридный автомобильный аккумулятор с суперконденсатором // Вестник технологического университета. 2017. № 8. С. 81–82.
6. **Антипенко В. С., Лебедев С. А.** Преимущества применения модульных источников тока на спецтехнике // Грузовик. 2015. № 11. С. 40–41.
7. **Просьянок В. В., Суворов И. С., Семенов В. Л.** Резервные блоки питания на основе пиротехнических источников тока и ионисторов // Современные проблемы пиротехники: материалы V Всероссийской научно-технической конференции. Сергиев Посад: Вест Сергиев Посад, 2010. С. 77–83.
8. **Порошин Э. В., Дойников Р. Г., Фокин Г. А., Глушков В. А.** Состояние и перспективы применения суперконденсаторов. Приборостроение в XXI веке. Интеграция науки, образования и производства // Материалы XI Международной научно-технической конференции. Ижевск: Изд-во ИжГТУ им. М. Т. Калашникова. 2016. 607 с.
9. **Soavi F., Bettini L. G., Piseri P.** et al. Miniaturized supercapacitors: key materials and structures towards autonomous and sustainable devices and systems // J. of Power Sources. 2016. Vol. 326. P. 717–725.
10. **Cetinkaya T., Dryfe R. A. W.** Electrical double layer supercapacitors based on graphene nanoplatelets electrodes in organic and aqueous electrolytes: Effect of binders and scalable performance // J. of Power Sources. 2018. Vol. 408. P. 91–104.
11. **Li Liu, Yu Feng, Wei Wu.** Recent progress in printed flexible solid-state supercapacitors for portable and wearable energy storage // J. of Power Sources. 2019. Vol. 410–411. P. 69–77.
12. **Прудников Н. В., Сигейкин Г. И., Барачевский В. А.** Фотоника, нанофотоника: состояние и перспективы // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 8. С. 53–56.
13. **Чернов В. А., Леонова Е. А., Прудников Н. В., Сигейкин Г. И., Степанов В. А.** Разработки наноструктурированных преобразователей энергии вторичных электронов для создания миниатюрных источников тока // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 2. С. 57–64.
14. **Вагонов С. Н., Просьянок В. В., Суворов И. С.** и др. Многофункциональные резервные гибридные источники питания. Итоги науки. Выпуск 30 // Избранные труды Всероссийской конференции по проблемам новых технологий. М.: Изд-во РАН, 2017. С. 3–24.

V. V. Prosyanyuk¹, Ph.D., Head of Department, vvp101250@mail.ru, B. Yu. Parshikov², Chief Specialist, only25@rambler.ru, N. V. Prudnikov³, D.Sc., Senior Researcher, mzairan@mzairan.ru,

I. S. Suvorov¹, Ph.D., Leading Researcher, suvorov_i47@mail.ru,

¹ Federal Research and Production Center "Research Institute of Applied Chemistry", Joint-Stock Company, Sergiyev Posad,

² Moscow Research Television Institute, Closed Joint-Stock Company, Moscow,

³ Federal State Budgetary Institution of Science Interdepartmental Analytical Research Center in the Field of Physics, Chemistry and Biology at the Presidium of the Russian Academy of Sciences, Moscow

Corresponding author:

Prudnikov Nikolay V., D. Sc., Senior Researcher, Federal State Budgetary Institution of Science Interdepartmental Analytical Research Center in the Field of Physics, Chemistry and Biology at the Presidium of the Russian Academy of Sciences, Moscow, E-mail: mzairan@mzairan.ru

Miniature Reserve Power Supply Sources on the Basis of the Energy Condensed Systems

Received on February 07, 2019

Accepted on February 26, 2019

There was assessment of the potential opportunities for the miniature reserve pyrotechnic current sources on the basis of diverse low-gas power condensed systems (ECS), which are the basis for a new class of hybrid reserve power supplies with a universal way of activation and a wide range of functionalities. Their specific (volume and mass) characteristics can be significantly improved due to the use of the active nanomaterials.

Keywords: high-temperature galvanic cell, pyrotechnic current source, power condensed systems

For citation:

Prosyanyuk V. V., Parshikov B. Yu., Prudnikov N. V., Suvorov I. S. Miniature Reserve Power Supply Sources on the Basis of the Energy Condensed Systems, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 6, pp. 377–384.

DOI: 10.17587/nmst.21.377-384

Introduction

The modern world is saturated with instruments and devices for the household and technical purposes, with the power supply sources, which differ in the overall dimensions, forms and characteristics. The reserve chemical current sources, intended for operation in holding mode, occupy a special place in the nomenclature of the means of the autonomous electric power industry. They are activated just before their use — by filling of the electrolyte, warming up of the electrochemical elements up to the electrolyte melting, etc. [1–2].

In standing products an electrolyte is stored separately or it is a dielectric, which ensures the thermodynamic stability of the electrochemical systems (absence of a self-discharge) and unchanged characteristics after long-term storage (20–25 years).

1. Pyrotechnic current sources

Growth of the intellectual potential of the onboard equipment of different functionality objects and complication of the tasks solved by them explain a demand for an urgent improvement of the reserve sources of the electric energy. An analysis of the materials of the domestic and foreign patent and scientific-technical literature demonstrates a steady interest to the improvement of their characteristics in our country and abroad. At the end of the 20th century it was found that in some cases the products of the autonomous power industry should duplicate the electric circuits of the systems by

the fire ones. To solve this task, qualitatively new pyrotechnic current sources (PTCS) were created, the electrodes and separators of which were made of diverse low-gas power condensed systems (PCS). Their high-temperature galvanic cells (HTGC) are thin (≤ 1 mm) multilayer charges, which are considerably less than the critical diameter of the slowing-down, heating and other compositions including the ones, intended for receiving materials by the method of the self-propagating high-temperature synthesis (SPHTS).

A direct transformation of the chemical energy of PCS into the electric energy in burning mode is a new direction in the high-temperature electrochemistry. Products of combustion of HTGC should contain an active metal in the anode and an oxidizer in the cathode, which simultaneously contact with the melted electrolyte, having high ion conductivity. The results of the research of the gas-free burning of the thin multilayer HTGC with a fusible inert component (electrolyte) are of theoretical and practical interest for receiving of different-purpose layered composite materials by SPHTS method.

The minimal internal resistance, high temperature and active electrode materials ensure high power of HTGC batteries. In the course of current generation (during the electrochemical processes and cooling) the internal resistance and the operating voltage vary within a rather wide range, which makes an impact on the conditions of transmission of energy to the consumer.

Appearance of PSC and their characteristic are presented in fig. 1 and in tables 1, 2.

As it is obvious from fig. 1 and tables 1, 2, PTCS differ by their sizes, times of activation and operation, and also by their electric characteristics. Besides activation and power supply for different functionality equipment, they can be used as universal sources of electric power in expeditions, for elimination of the consequences of accidents and natural disasters, for the power supply of the fires alarms and other emergency and criminal situations, etc. Sensors on their basis are used for the fire and security alarms on the objects predisposed to self-ignition in the warehouses and in the premises, where dangerous works are carried out, as the self-activated non-volatile alarm and starting devices for turning on and off different actuating devices.

The modern autonomous power industry is developing intensively and presents increased requirements to the quality indexes of the power supplies. First of all, it is due to microminiaturization of the onboard systems and the need for development of miniature reserve current sources. This leads to a transition from the watt capacities of the consumed energy to the milliwatt ones [3, 4] and demands development of the miniature current sources, the specific density of energy of which is much more, than that of the existing ones. Below are the basic requirements to the modern and perspective miniature reserve power supplies:

- minimal possible weight-dimensional characteristics;
- greatest possible variety of configurations;
- activation time is not more than 0.1 s;
- maximal specific power or energy;
- storage time in a holding mode is more than 20 years.

The specified requirements are met fully by only the reserve PTCS, which are most promising for miniaturization. They can activate thermal (heating) sources of high-capacity current, which allows generating several-ampere electric current during 10...20 min. at a small time of activation, universality of activation, etc.

2. Hybrid sources of current

It is necessary to consider the fact that none of the known reserve sources of the electric energy meets fully the requirements to the modern and perspective means of the onboard power industry. For this reason, many problems are solved due to the hybrid power supplies (HPS) with a wide range of functionalities. In the modern power industry, the primary sources of current are often applied together with the electric energy storage systems (EESS). This allows optimizing the power supply for the consumers by removal of the peak loads at the necessary moment due to a condenser. Besides, in some cases the major amount of energy is necessary at the final stage of the work of products, for example, for activation of the means of starting, power supply for powerful consumers, etc. In this connection the role of EESS in the provision of solutions to a number of problems of storage and transformation of energy, realiza-

tion of the optimal operating modes of the equipment, and power supply for the consumers with the non-standard parameters will grow. EESS find more and more applications in the autonomous power stations, onboard equipment, electrophysical equipment, etc. Such devices incorporate an electronic system for control of the energy flows ensuring efficiency of generation and transmission of energy to the consumers [5, 6].

HPS on the basis of PSC and EESS can guarantee operation of the devices which require pulses of the electric current up to 100 kA, and an electric explosion of the conductors, creation of the means of activation, safe for the induced currents and electrostatic discharges.

A possibility of creation of HPS on the basis of ELNA ionistor and PSC is considered in our work [7], in which it is noted that the time of charging of these EESS is long, and it depends on the ambient temperature and the supplied voltage. A quick battery charging of ELNA ionistor is complicated by their high internal resistance and its growth at negative temperatures.

The reserve HPS on the basis of supercondensers (SC) are of theoretical and practical interest. Their electrodes are made of nanoporous carbon materials with the specific surface up to 1000...3000 sq.m/g, which made it possible to create EESS with the capacity of 1...10 000 F, ensuring high power and without a risk of short circuits. Research of a possibility of application of graphene for this purpose also has a theoretical and practical value.

On the electrodes of the elementary cells of SC two tandem electric layers, consistently connected through the electrolyte, are formed, while the accumulated charge is taken from the anode and the cathode. The admissible working voltage of SC is defined by the electrolyte decomposition voltage. The main advantages of SC are: big capacity at small overall dimensions, no necessity to apply special charging circuits or circuits for control of the discharging process; environmental friendliness; possibility of soldering of the leads, which guarantees high stability of the contacts. The working voltage of most SC is equal to 2.3...2.7 V. The appearance of SC is presented in fig. 2.

It was established that for SC a short-term increase of voltage without a deterioration of their parameters is admissible. The short-term voltage overloads and overheating, accompanying the process of charging, are reversible, which allows reusing the high-speed modes of SC charging. A considerable excess of the rated voltage causes irreversible changes in the characteristics and the parameters of the storage device connected with formation of the conducting-crossing points in the nanopores, followed by a reduction of the capacity, increase of the partial resistances and the discharge current, and an intensive warming up of the condensers, which can cause an explosion of the storage device [8—11].

These features of SC have an information value for one-time use of the storage devices, incorporated into the reserve HPS, the properties of which depend on the

power characteristics of PTCS, charging-discharging characteristics of SC and their batteries, limiting values of the electric capacity, internal resistance, the maximal admissible values of the overvoltage and the charging current, etc. For creation of HPS with a high capacity and minimal charging time it is necessary to ensure consistency of the characteristics of PTCS and SC. The most important condition for implementation of these requirements is the equality (proximity) of their internal resistances (criterion of coordination by power).

The possibility of application of PTCS for the operational charging of SC of the new generation and their batteries at the ambient temperature was confirmed: ± 60 °C in 2...5 s. This made it possible to create powerful reserve HPS with a universal method of activation and a wide range of functionalities. The influence of temperature on their discharge characteristics is insignificant. Charging of the storage devices of the electric energy is usually done from the sources of a direct current with rather stable voltage, while the times of activation and operation of PTCS depend first of all on the load resistance, purpose and design of the cells. After achievement of the maximal value the voltage decreases down to zero in seconds, or in a few minutes. For this reason, the processes of charging of SC with application of PTCS have not been studied sufficiently so far. The research of this process can be considered as the main theoretical objective requiring a solution within the system of the circuitry design of HPS [12].

HPS can constitute a regular electric circuit of PTCS or separate electric energy storage devices, structurally integrated into one case. The advantages of this circuit design are better weight-dimensional characteristics, smaller activation time, etc. Characteristics of SC and PSC for their charging are presented in table 3.

The discharge curve of PTCS, the charging and discharging curves of a model sample of SC batteries with the voltage of the open circuit of 14 V are presented in fig. 3.

As it follows from fig. 3 and table 3, the model samples of HPS can ensure voltage (nominal values of 6, 9, 12 and 15 V) for the low-current equipment of the consumers during several tens of minutes.

Conclusion

An objective assessment of the potentials of the miniature reserve PSC on the basis of ECS and also hybrid sources on the basis of PTCS and SC require further research for improvement of their technical characteristics with account of the regularities and the specific features of the competing processes of the thermal emission and generation of current in the thin multilayer compositions of high-temperature galvanic cells and

the processes of charging of the supercondensers. A search for the active materials, including the ones with the nanometer sizes of the particles, which can significantly increase the main characteristics of the sources, is also of the theoretical and practical interest.

References

1. **Nizhnikovskij E. A.** *Sovremennye ehlektrohimicheskie istochniki toka.* Moscow, Radiotekhnika, 2015. 296 p.
2. **Deniskin A. G.** Rezervnye teplovye istochniki toka. EHTapy razvitiya i perspektivy, *Avtonomnaya ehnergetika*, 2014, no. 5. pp. 46–51 (in Russian).
3. **Prosyanyuk V. V., Suvorov I. S., Gil'bert S. V.** i dr. EH-lektrohimicheskie sistemy rezervnyh istochnikov toka na osnove ehnergeticheskikh kondensirovannyh system, *RHZH (Zhurnal RHO im. D. I. Mendeleeva)*, 2016, no. 3, pp. 10–19 (in Russian).
4. **Prosyanyuk V. V., Sigejkin G. I., Suvorov I. S., Koledinskij G. M.** Miniaturnyye rezervnye sredstva avtomatiki na osnove vysokotemperaturnyh gal'vanicheskikh ehlementov, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2009, no. 5, pp. 29–31 (in Russian).
5. **Valeev I. I., Gavrilov I. N.** Gibridnyj avtomobil'nyj akkumulyator s superkondensatorom, *Vestnik tekhnologicheskogo universiteta*. 2017, no. 8, pp. 81–82 (in Russian).
6. **Antipenko V. S., Lebedev S. A.** Preimushchestva primeneniya modul'nyh istochnikov toka na spektetchnike, *Gruzovik*, 2015, no. 11, pp. 40–41 (in Russian).
7. **Prosyanyuk V. V., Suvorov I. S., Semencov V. L.** Rezervnye bloki pitaniya na osnove pirotekhnicheskikh istochnikov toka i ionistorov, *Sovremennye problemy pirotekhniki: materialy V Vserossijskoj nauchno-tekhnicheskoy konferencii*, Sergiev Posad: Izd-vo "Ves' Sergiev Posad", 2010, pp. 77–83 (in Russian).
8. **Poroshin E. V., Dojnikov R. G., Fomin G. A., Glushkov V. A.** Sostoyanie i perspektivy primeneniya superkondensatorov. Priborostroenie v XXI veke. Integraciya nauki, obrazovaniya i proizvodstva, *Materialy XI Mezhdunarodnoj nauchno-tekhnicheskoy konferencii*, Izhevsk: IzhGTU im. M. T. Kalashnikova. 2016. 607 p. (in Russian).
9. **Soavi F., Bettini L. G., Piseri P.** et al. Miniaturized supercapacitors: key materials and structures towards autonomous and sustainable devices and systems, *J. of Power Sources*, 2016, vol. 326, pp. 717–725.
10. **Tugrul Cetinkaya, Dryfe R. A. W.** Electrical double layer supercapacitors based on graphene nanoplatelets electrodes in organic and aqueous electrolytes: Effect of binders and scalable performance, *J. of Power Sources*, 2018, vol. 408, pp. 91–104.
11. **Li Liu, Yu Feng, Wei Wu.** Recent progress in printed flexible solid-state supercapacitors for portable and wearable energy storage, *J. of Power Sources*, 2019, vol. 410–411, pp. 69–77.
12. **Prudnikov N. V., Sigejkin G. I., Barachevskij V. A.** Fot-onika, nanofotonika: sostoyanie i perspektivy, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2014, no. 8, pp. 53–56 (in Russian).
13. **Chernov V. A., Leonova E. A., Prudnikov N. V., Sigejkin G. I., Stepanov V. A.** Razrabotki nanostrukturirovannyh preobrazovatelej ehnergii vtorichnyh ehlektroonov dlya sozdaniya miniaturnyh istochnikov toka, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2015, no. 2, pp. 57–64 (in Russian).
14. **Vagonov S. N., Prosyanyuk V. V., Suvorov I. S.** i dr. Mnogofunkcional'nye rezervnye gibridnye istochniki pitaniya. Itogi nauki. Vypusk 30, *Izbrannye trudy Vserossijskoj konferencii po problemam novyh tekhnologij.* Moscow, RAN. 2017, pp. 3–24 (in Russian).

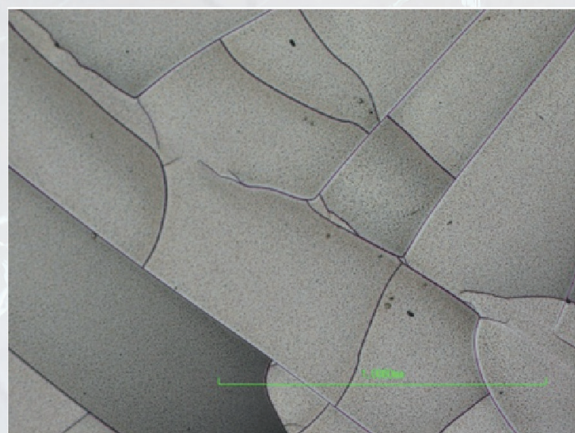
Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Стромьинский пер., 4. Телефон редакции журнала (499) 269-5510. E-mail: nmst@novtex.ru
Журнал зарегистрирован в Федеральной службе по надзору за соблюдением законодательства в сфере массовых коммуникаций и охране культурного наследия.
Свидетельство о регистрации ПИ № 77-18289 от 06.09.04.

Технический редактор Т. А. Шацкая. Корректор Е. В. Комиссарова.

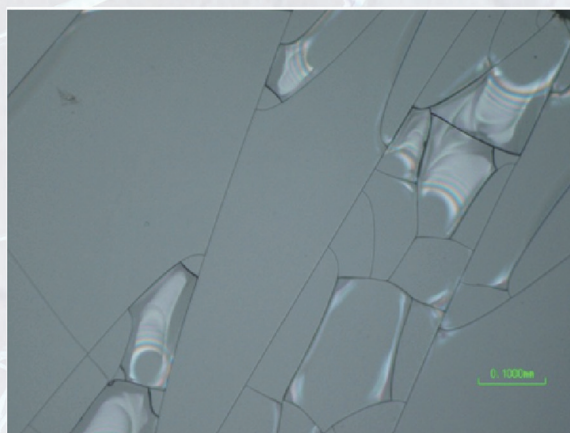
Сдано в набор 22.04.2019. Подписано в печать 22.05.2019. Формат 60×88 1/8. Заказ МС619. Цена договорная
Оригинал-макет ООО «Авансд солошнз». Отпечатано в ООО «Авансд солошнз». 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1. Сайт: www.aov.ru

Рисунки к статье С. И. Торгашина, А. А. Папко, В. Е. Пауткина, Б. В. Цыпина
«ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ФОРМИРОВАНИЯ ПЕРВИЧНЫХ
ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ АКСЕЛЕРОМЕТРОВ»

S. I. Torgashin, A. A. Papko, V. E. Pautkin, B. V. Tsy-pin
«TECHNOLOGICAL ASPECTS OF FORMATION OF THE PRIMARY
MEASURING TRANSDUCERS FOR THE MICROMECHANICAL ACCELEROMETERS»



a)



b)

Рис. 3. Разрушение стеклянной подложки при наличии металлизации – пленки алюминия толщиной 1,2 мкм:
a – вид со стороны нанесенной пленки; b – вид с обратной стороны стеклянной пластины

Fig. 3. Destruction of a glass substrate, when metallization is available – 1.2 μm-thick aluminum film:
a – view from the side of the deposited film; b – view from the reverse side of the glass plate

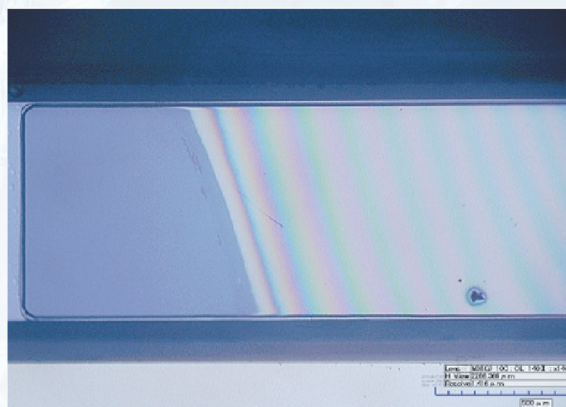
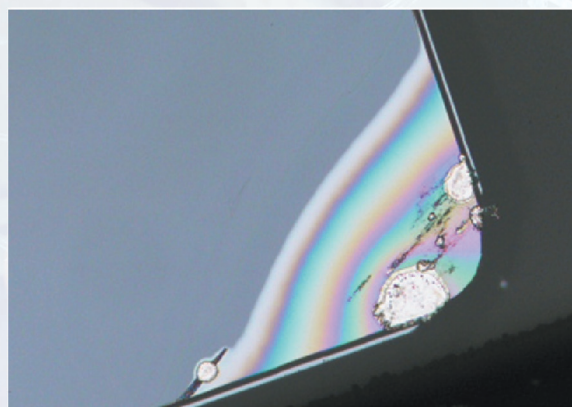


Рис. 4. Зоны соединения «кремний – стекло»

Fig.4. «Silicon-glass» connection zones

Издательство «НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ» выпускает научно-технические журналы



Ежемесячный междисциплинарный теоретический
и прикладной научно-технический журнал

НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

В журнале освещаются современное состояние, тенденции и перспективы развития нано- и микросистемной техники, рассматриваются вопросы разработки и внедрения нано- и микросистем в различные области науки, технологии и производства.

Подписной индекс по Объединенному каталогу
«Пресса России» – 79493



Научно-практический
и учебно-методический журнал

БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ

В журнале освещаются достижения и перспективы в области исследований, обеспечения и совершенствования защиты человека от всех видов опасностей производственной и природной среды, их контроля, мониторинга, предотвращения, ликвидации последствий аварий и катастроф, образования в сфере безопасности жизнедеятельности.

Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 79963

Ежемесячный теоретический
и прикладной научно-
технический журнал

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В журнале освещаются современное состояние, тенденции и перспективы развития основных направлений в области разработки, производства и применения информационных технологий.



Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 72656



Ежемесячный теоретический
и прикладной
научно-технический журнал

МЕХАТРОНИКА, АВТОМАТИЗАЦИЯ, УПРАВЛЕНИЕ

В журнале освещаются достижения в области мехатроники, интегрирующей механику, электронику, автоматику и информатику в целях совершенствования технологий производства и создания техники новых поколений. Рассматриваются актуальные проблемы теории и практики автоматического и автоматизированного управления техническими объектами и технологическими процессами в промышленности, энергетике и на транспорте.

Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 79492

Теоретический
и прикладной
научно-технический журнал

ПРОГРАММНАЯ ИНЖЕНЕРИЯ

В журнале освещаются состояние и тенденции развития основных направлений индустрии программного обеспечения, связанных с проектированием, конструированием, архитектурой, обеспечением качества и сопровождением жизненного цикла программного обеспечения, а также рассматриваются достижения в области создания и эксплуатации прикладных программно-информационных систем во всех областях человеческой деятельности.



Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 22765

Адрес редакции журналов для авторов и подписчиков:

107076, Москва, Стромьинский пер., 4. Издательство "НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ".
Тел.: (499) 269-55-10, 269-53-97. Факс: (499) 269-55-10. E-mail: antonov@novtex.ru