

ISSN 1813-8586

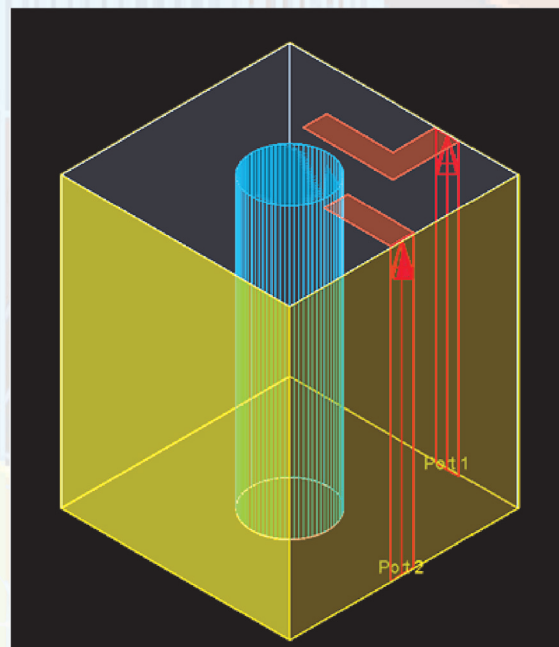
# НАНО-И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

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

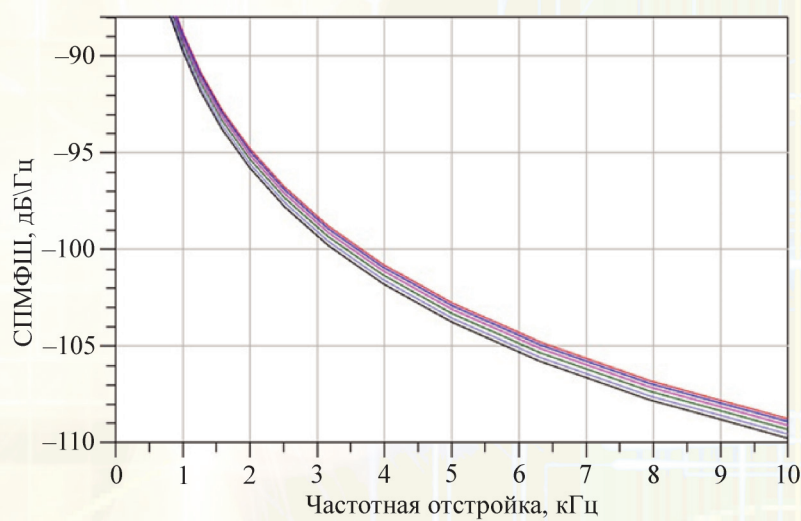
Том 25. №3. 2023



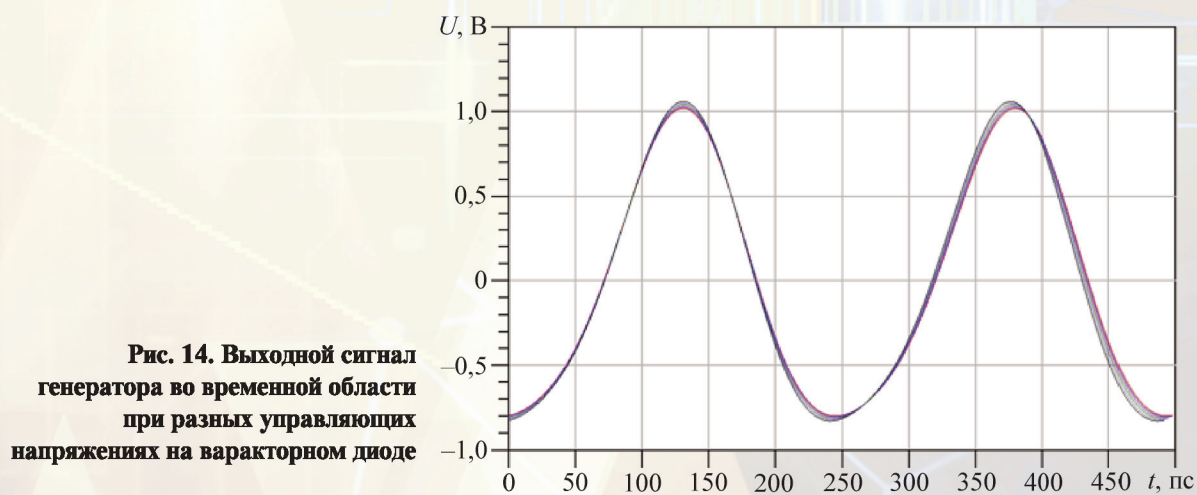
Рисунки к статье И. В. Горюнова,  
В. А. Иовдальского, Н. А. Фёдорова  
**«СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ  
КОНСТРУКЦИИ ГЕНЕРАТОРНОГО  
МОДУЛЯ СВЧ-ДИАПАЗОНА»**



**Рис. 7. 3D-модель резонатора  
с нанесенными на него линиями связи**



**Рис. 13. Фазовые шумы  
на выходе генератора**



**Рис. 14. Выходной сигнал  
генератора во временной области  
при разных управляющих  
напряжениях на варакторном диоде**

# НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 25. № 3 ♦ 2023

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 научных и научно-технических изданий ВАК России по научным специальностям 1.3.11. — Физика полупроводников (физ.-мат., техн.), 2.2.2. — Электронная компонентная база микро- и нанoeлектроники, квантовых устройств (физ.-мат., техн.).

2.2.3. — Технология и оборудование для производства материалов и приборов электронной техники (техн.), 2.2.9. — Проектирование и технология приборостроения и радиоэлектронной аппаратуры (техн.), 1.4.15. — Химия твердого тела (хим., техн., физ.-мат.).

Журнал выпускается при научно-методическом руководстве Отделения нанотехнологий и информационных технологий Российской академии наук. Статьи имеют DOI

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

Горнев Е. С., д.т.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)

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

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

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

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

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

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

## Редакционная коллегия:

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

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

Астахов М. В., д.х.н., проф.

Бакланов М. Р., д.х.н., проф. (Китай)

Басаев А. С., к.ф.-м.н.

Васильев А. А., д.т.н.

Викулин В. В., к.х.н., д.т.н., проф.

Дайнеко А. В., к.ф.-м.н.

Кальнов В. А., к.т.н.

Карякин А. А., д.х.н., проф.

Кузнецов Е. В., д.т.н., проф.

Леонovich Г. И., д.т.н., проф.

Панич А. Е., д.т.н., проф.

Пожела К., д.ф.-м.н. (Литва)

Рыжий М. В., Ph.D, проф. (Япония)

Сантос Э. Х. П., Ph.D, Ful. Prof. (Бразилия)

Сингх К., к.т.н. (Индия)

Телец В. А., д.т.н., проф.

Тимошенко С. П., д.т.н., проф.

Хабибуллин Р. А., к.ф.-м.н., доц.

Шубарев В. А., д.т.н., проф.

## Редакция:

Антонов Б. И. (директор изд-ва)

Лысенко А. В. (отв. секретарь)

Чугунова А. В. (науч. ред.)

Шетинкин Д. А. (сайт)

## СОДЕРЖАНИЕ

### НАНОТЕХНОЛОГИИ

Соболева О. И., Полювянова М. Р., Ильин О. И., Ильина М. В. Влияние времени активации на пьезоэлектрические свойства легированных азотом углеродных нанотрубок . . . . . 99

### МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

Горюнов И. В., Иовдальский В. А., Федоров Н. А. Совершенствование конструкции генераторного модуля СВЧ-диапазона . . . . . 105

### МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

Панов М. Ф., Лучинин В. В. Оперативный контроль подложек и эпитаксиальных слоев карбида кремния и алмаза методами ИК спектроскопии . . . . . 113

Васильев Д. В., Костюк Д. В., Казаков Ю. В., Касаткин С. И., Амеличев В. В., Орлов Е. П., Макарова Е. Е. Исследование синтетических антиферромагнитных наноструктур на основе CoFeB/Ru/CoFe . . . . . 119

### ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Тестов О. А., Айвазян В. М., Хмельницкий И. К., Лучинин В. В., Гареев К. Г., Карелин А. М., Парфенович С. Е., Тестов Д. О., Холодкова Е. Е. Микроиглы — гетерогенные интеллектуальные микросистемы для трансдермального мониторинга и коррекции состояния организма . . . . . 124

### СИСТЕМЫ НА КРИСТАЛЛЕ

Гамкрелидзе С. А., Гнатюк Д. Л., Зуев А. В., Мальцев П. П., Матвеев О. С., Михалев А. О. Система на кристалле для диапазона частот 57...66 ГГц на наногетероструктурах нитрида галлия . . . . . 142

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. 8(499) 270-16-52)

### Адрес для переписки:

107076, Москва,  
ул. Матросская Тишина,  
д. 23, стр. 2, оф. 45  
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. 25

No. 3

2023

## 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  
Gornev E. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Cor.-Mem. RAS  
Kuljchin Yu. N., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS  
Labunov V. A. (Belorussia), Sci. (Tech.), Acad. NASB  
Narajkin O. S., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Cor.-Mem. RAS  
Ryzhii V. I., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Cor.-Mem. RAS  
Saurov A. N., Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. RAS  
Shevchenko V. Ya., Dr. Sci. (Chem.), Prof., Acad. RAS  
Sigov A. S., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Acad. RAS

## Editorial board:

Abramov I. I., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. (Belorussia)  
Andreev A., Cand. Sci. (Phys.-Math.), Prof. (UK)  
Astahov M. V., Dr. Sci. (Chem.), Prof.  
Baklanov M. R., Dr. Sci. (Chem.), Prof. (China)  
Basaev A. S., Cand. Sci. (Phys.-Math.)  
Dayneko A. V., Cand. Sci. (Phys.-Math.)  
Kalnov V. A., Cand. Sci. (Tech.)  
Karjakin A. A., Dr. Sci. (Chem.), Prof.  
Khabibullin R. A., Cand. Sci. (Phys.-Math.), Ass. Prof.  
Kuznetsov E. V., Dr. Sci. (Tech.), Prof.  
Leonovich G. I., Dr. Sci. (Tech.), Prof.  
Panich A. E., Dr. Sci. (Tech.), Prof.  
Pozhela K., Dr. Sci. (Phys.-Math.) (Lithuania)  
Ryzhii M. V., Ph. D., Prof. (Japan)  
Santos E. J. P., Ph. D., Prof. (Brasil)  
Shubarev V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof.  
Singh K., PhD (India)  
Telets V. A., Dr. Sci. (Tech.), Prof.  
Timoshenkov S. P., Dr. Sci. (Tech.), Prof.  
Vasiliev A. A., 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. (Research Editor)  
Shchetinkin D. A. (site)

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

## CONTENTS

### NANOTECHNOLOGY

**Soboleva O. I., Polyvianova M. R., Il'in O. I., Il'ina M. V.** Effect of the Activation Time on the Piezoelectric Properties of Nitrogen-Doped Carbon Nanotubes . . . . . 99

### MODELLING AND DESIGNING OF MNST

**Goryunov I. V., Iovdalskiy V. A., Fyodorov N. A.** Improving the Microwave Generator Module Design . . . . . 105

### SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

**Panov M. F., Luchinin V. V.** Operational Control of Substrates and Epitaxial Layers of Silicon Carbide and Diamond by IR Spectroscopy . . . . . 113

**Vasilyev D. V., Kostyuk D. V., Kazakov Yu. V., Kasatkin S. I., Amelichev V. V., Orlov E. P., Makarov E. E.** Study of Synthetic Antiferromagnetic Nanostructures Based on CoFeB/Ru/CoFe . . . . . 119

### MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

**Testov O. A., Aivazyan V. M., Khmel'nitskiy I. K., Luchinin V. V., Gareev K. G., Karelin A. M., Parfenovich S. E., Testov D. O., Kholodkova E. E.** Microneedles — Heterogeneous Intelligent Microsystems for Transdermal Monitoring and Correction of the Body State . . . . . 124

### SYSTEM ON A CHIP

**Gamkrelidze S. A., Gnatyuk D. L., Zuev A. V., Maltsev P. P., Matveenko O. S., Mikhalev A. O.** System on a Chip on Gallium Nitride Nano-heterostructures for the Frequency Range of 57...66 GHz . . . . . 142

Web: [www.microsystems.ru/eng](http://www.microsystems.ru/eng); e-mail: [nmst@novtex.ru](mailto:nmst@novtex.ru)



**О. И. Соболева**<sup>1</sup>, лаборант-исследователь, e-mail: osotova@sfedu.ru,

**М. Р. Поливянова**<sup>1</sup>, лаборант-исследователь,

**О. И. Ильин**<sup>1</sup>, канд. техн. наук, вед. науч. сотрудник,

**М. В. Ильина**<sup>2</sup>, канд. техн. наук, доц., e-mail: mailina@sfedu.ru

<sup>1</sup> Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Южный федеральный университет", Лаборатория технологии функциональных наноматериалов, Таганрог, Россия

<sup>2</sup> Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Южный федеральный университет", Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, Таганрог, Россия

## ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ АКТИВАЦИИ НА ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛЕГИРОВАННЫХ АЗОТОМ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК

Поступила в редакцию 03.02.2023

*Углеродные нанотрубки показали себя как перспективный пьезоэлектрический материал для создания на их основе источников питания для носимой электроники. Однако для получения полной информации необходимо досконально изучить параметры, влияющие на их пьезоэлектрические свойства. В данной работе установлено, что при увеличении времени активации каталитических центров от 1 до 90 мин значение пьезоэлектрического модуля уменьшилось от 19,78 до 4,49 пм/В. Полученные результаты могут быть использованы для создания энергоэффективных пьезоэлектрических наногенераторов.*

**Ключевые слова:** углеродные нанотрубки, азот, время активации, пьезоэлектрический модуль, пьезоэлектрики, PECVD, СМП, АСМ

### Введение

С развитием современных вычислительных технологий растет энергоемкость носимых устройств, что требует дальнейшего совершенствования элементов питания. Перспективным направлением в этой области выступает разработка автономных источников питания, которые способны вырабатывать электрическую энергию путем преобразования внешних деформаций и вибраций [1–7]. В качестве функциональных материалов таких источников питания особое внимание уделяется пьезоэлектрическим наноматериалам, которые способны преобразовывать внешнюю механическую энергию от движения тела человека и вибраций окружающей среды в электрический ток или потенциал [7]. В качестве пьезоэлектрических наноматериалов рассматривают полупроводниковые или пьезо-керамические структуры, такие как ZnO, BaTiO<sub>3</sub> и цирконат — титанат свинца (ЦТС) [7–9]. Однако

применение каждого из этих материалов имеет свои ограничения. Так, ZnO при достаточно высокой гибкости и биосовместимости имеет низкое значение пьезоэлектрического модуля (до 20 пм/В) [10], BaTiO<sub>3</sub> является хрупким материалом, а ЦТС при больших значениях пьезоэлектрического модуля крайне токсичен для организма вследствие содержания свинца [7]. В процессе решения обозначенных проблем было обнаружено, что углеродные наноматериалы способны проявлять пьезоэлектрические свойства [11]. В частности, легированные азотом углеродные нанотрубки (N-УНТ) имеют высокое значение пьезоэлектрического модуля, которое может достигать сотен пм/В [12]. Такие аномальные пьезоэлектрические свойства возникают в результате перераспределения плотности электронов в бамбукообразных перемычках N-УНТ, формирующихся в результате встраивания атомов азота пиррольного типа в структуру



нанотрубки и образования дефектов-пятиугольников. Ранее было показано, что значением пьезоэлектрического модуля N-УНТ можно управлять путем изменения геометрических размеров нанотрубок и концентрации азота в результате изменения режимов роста N-УНТ [13]. Для дальнейшего использования N-УНТ в качестве основы для создания пьезоэлектрических наногенераторов важно определить все факторы, влияющие на их пьезоэлектрические свойства.

Цель данной работы — исследование влияния времени активации каталитических центров в процессе роста углеродных нанотрубок на значения их пьезоэлектрического модуля и генерируемого тока.

## Методы

Экспериментальные исследования проводили на образцах с массивами вертикально ориентированных углеродных нанотрубок, выращенных методом плазмохимического осаждения из газовой фазы в потоках технологических газов ацетилена и аммиака. В качестве материала подслоя использовали пленку молибдена (Mo) толщиной 100 нм. Выбор Mo в качестве материала подслоя был обусловлен тем, что в процессе роста УНТ атомы азота

слабо взаимодействуют с подслоем Mo и преимущественно встраиваются в структуру нанотрубки [14]. Температура роста составляла 550 °C; толщина каталитического слоя никеля — 15 нм; мощность плазмы в процессе роста — 40 Вт; время нагрева подложки — 17 мин. Время активации каталитических центров изменялось от 1 до 90 мин. Изображения растровой электронной микроскопии (РЭМ) массивов N-УНТ представлены на рис. 1.

Исследование структуры и геометрических параметров массивов УНТ проводили с помощью растровой электронной микроскопии с использованием Nova NanoLab 600 (FEI, Нидерланды) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с использованием Tescan Osiris (FEI, Нидерланды).

Исследование пьезоэлектрических свойств N-УНТ проводили методом силовой микроскопии пьезоотклика (СМП). В качестве верхнего электрода использовали коммерческий зонд NSG10 с проводящим покрытием TiN. Зонд подводили к вершине N-УНТ, к системе "зонд/N-УНТ/подложка" прикладывалось переменное напряжение  $U = U_{DC} + U_{AC}(\sin \varphi t)$  при  $U_{DC} = \pm 10$  В и  $U_{AC} = \pm 3$  В с частотой  $\varphi = 5$  кГц. Значение пьезоэлектрического модуля  $d_{33}$  рассчитывали как отношение приращения амплитуды колебаний к приращению прикладываемого

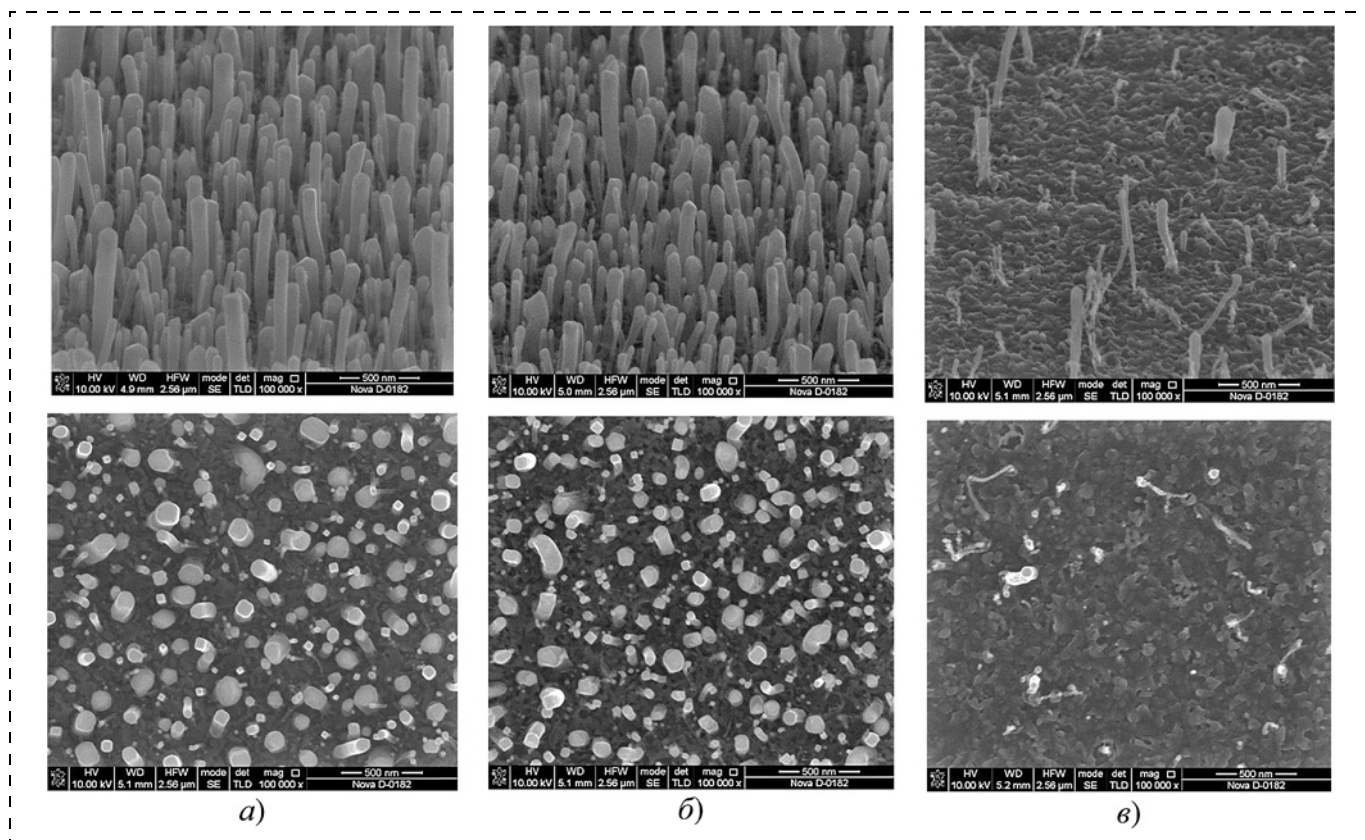


Рис. 1. РЭМ-изображения (вид сбоку и сверху) исследуемых массивов N-УНТ, выращенных при активации каталитических центров:

а — 1 мин; б — 30 мин; в — 90 мин



мого напряжения  $dA/dU_{DC}$  с учетом коэффициента пропорциональности  $k$ , связывающего измеренное смещение зонда в наноамперах и смещение поверхности образца в пикометрах. Для данной измерительной системы  $k = 21$  пм/нА.

Измерения пьезоэлектрического отклика, представляющего собой ток, генерируемый в процессе деформации N-УНТ, проводили методом контактной спектроскопии атомно-силовой микроскопии (АСМ). Деформация N-УНТ осуществлялась путем прижатия зонда АСМ к вершине нанотрубки с силой 6 мкН. Значение генерируемого тока определялось значением поверхностного потенциала деформированной N-УНТ и детектировалось с помощью встроенного осциллографа АСМ. Для создания разности потенциалов зонд АСМ был заземлен.

## Результаты и обсуждение

### Механизм возникновения пьезоэлектрического эффекта в N-УНТ

Ранее нами было установлено, что возникновение пьезоэлектрического эффекта в N-УНТ связано со встраиванием атомов азота в структуру УНТ. Как известно, азот в углеродную нанотрубку может встраиваться тремя способами: путем непосредственного замещения атома углерода, образуя азот графитового типа; путем замещения атома азота с одновременным формированием вакансии, образуя азот пиррольного типа, и путем замещения атома азота с формированием дефекта-пятиугольника, образуя азот пиррольного типа [15]. При этом образование азота пиррольного типа приводит к существенному искривлению графеновой плоскости боковой стенки нанотрубки и формированию бамбукообразных "перемычек" в полости N-УНТ. В свою очередь, искривление графеновой плоскости бамбукообразной "перемычки" индуцирует дипольный момент, вызванный неравномерным перераспределением плотности электронов [11]. ПЭМ-изображение характерных бамбукообразных "перемычек" представлено на рис. 2, а. Суммарная поляризация N-УНТ представляет собой сумму дипольных моментов каждой "перемычки", отнесенную к объему всей нанотрубки [13]:

$$\vec{P} = \frac{1}{V} \sum_i \vec{p}_i \quad (1)$$

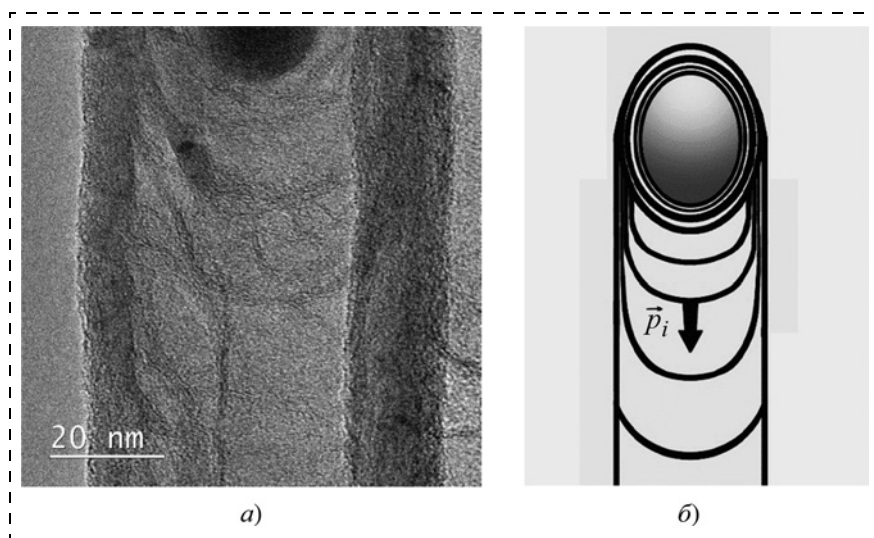


Рис. 2. ПЭМ-изображение (а) и схематическое изображение (б) бамбукообразных "перемычек" в N-УНТ и дипольного момента в них  $p_i$

В связи с этим значение поляризации N-УНТ зависит от значения дипольного момента и числа бамбукообразных "перемычек" в единице объема (рис. 2, б). В свою очередь, число "перемычек" зависит от длины нанотрубки и концентрации азота пиррольного типа [16], а дипольный момент зависит от кривизны "перемычки" [11]. Ранее нами было установлено, что концентрацией пиррольного азота и длиной нанотрубки можно управлять путем выбора материала подслоя [14] и соотношения потоков технологических газов — ацетилена и аммиака [16]. Кривизна "перемычки" должна зависеть от диаметра нанотрубки, которым можно управлять путем изменения диаметра каталитических центров на этапе роста [17]. При этом изменения диаметра каталитических центров можно достичь путем изменения температуры роста и толщины каталитического слоя. Однако изменение данных параметров приводит к существенному изменению дефектности N-УНТ, что значительно отражается на их пьезоэлектрических свойствах [18]. Другим способом управления диаметром каталитических центров является изменение времени нагрева и активации каталитических центров [13], что связано с процессами миграции атомов никеля и подтравливанием каталитических центров плазмой. Далее рассмотрим влияние времени активации  $t_{акт}$  на пьезоэлектрические свойства N-УНТ.

### Влияние времени активации на пьезоэлектрические свойства N-УНТ

Анализ РЭМ-изображений экспериментальных образцов показал, что с увеличением времени активации  $t_{акт}$  от 1 до 30 мин наблюдалось незначительное изменение геометрических параметров N-УНТ:



диаметр нанотрубок уменьшался от  $112 \pm 11$  до  $89 \pm 22$  нм, а длина уменьшалась от  $508 \pm 172$  до  $470 \pm 210$  нм, соответственно (см. рис. 1, а, б). Кроме того, в обоих образцах наблюдался разброс по геометрическим параметрам нанотрубок и присутствовали нанотрубки с меньшим диаметром  $38 \pm 10$  нм и длиной  $410 \pm 12$  нм. Уменьшение диаметра и длины N-УНТ с увеличением времени активации связано с уменьшением диаметра и каталитической активности каталитических центров в результате более длительного воздействия плазмы аммиака на этапе активации. При этом увеличение времени активации до 90 мин вероятно привело к существенному разрушению каталитических центров и, как следствие, к росту единичных N-УНТ с диаметром  $37 \pm 16$  нм и длиной  $315 \pm 83$  нм (см. рис. 1, в).

На рис. 3 представлены результаты измерения экспериментальных образцов методом СМП: экспериментальные зависимости изменения амплитуды смещения зонда  $A$  от амплитуды приложенного напряжения и рассчитанная на их основе зависимость пьезоэлектрического модуля  $d_{33}$  N-УНТ от времени активации  $t_{\text{акт}}$ . Для образца № 1, выращенного на каталитических центрах при  $t_{\text{акт}} = 1$  мин, значение пьезоэлектрического модуля  $d_{33}$  составило  $19,78 \pm 0,15$  пм/В. Для образца № 2, выращенного при  $t_{\text{акт}} = 30$  мин, значение  $d_{33}$  составило  $4,49 \pm 0,02$  пм/В, для образца № 3, выращенного при  $t_{\text{акт}} = 90$  мин, значение  $d_{33}$  составило  $5,41 \pm 0,02$  пм/В. Необходимо отметить, что измерения  $d_{33}$  для каждого образца проводили на N-УНТ с большим диаметром ввиду необходимости локализации зонда АСМ над вершиной каждой нано-

трубки. Из анализа полученных результатов видно, что для образца № 1, полученного при наименьшем времени активации, наблюдается максимальное значение пьезоэлектрического модуля N-УНТ. При времени активации более 30 мин наблюдается существенное уменьшение значения  $d_{33}$ , что вероятно обусловлено не только изменением геометрических параметров нанотрубок, но и изменением их структуры. Как мы ранее установили [14], изменение структуры N-УНТ может быть связано с изменением состава материала подслоя в результате длительной плазменной обработки. Однако данное предположение требует проведения дальнейших исследований экспериментальных образцов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

Исследования пьезоэлектрического отклика образцов N-УНТ также показали существенную зависимость от времени активации. На рис. 4 представлены результаты изменения пьезоэлектрического отклика N-УНТ от значения силы прижима зонда АСМ. Видно, что при увеличении силы прижима от 0 до 6 мкН N-УНТ образца № 1 генерировали стабильный ток значением от 0 до  $-15$  нА; N-УНТ образца № 2 генерировали ток около 5 нА, а N-УНТ образца № 3 — ток значением около 2 нА. Изменение значения и знака генерируемого тока обусловлены изменением значения и знака поверхностного потенциала, генерируемого в процессе деформации нанотрубок. Значение поверхностного потенциала N-УНТ, в первую очередь, зависит от значения пьезоэлектрического модуля, что коррелирует с результатами измерений. Знак поверхностного потенциала N-УНТ определяется типом

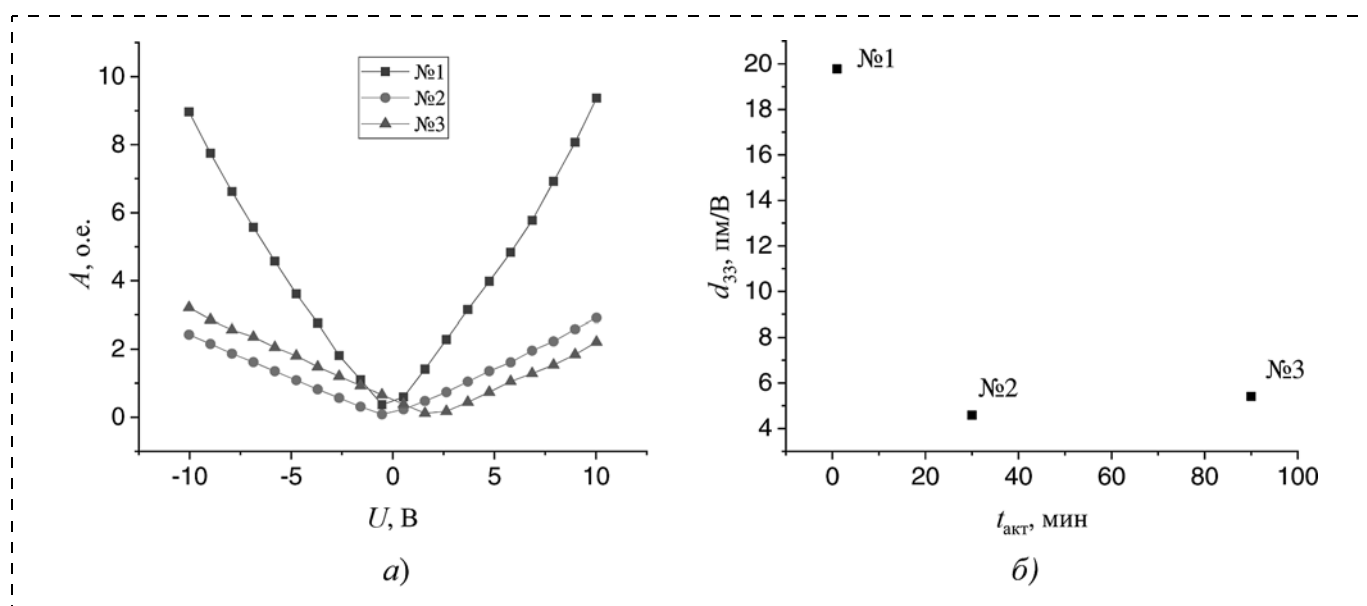


Рис. 3. Зависимость амплитуды пьезоэлектрического отклика N-УНТ от амплитуды прикладываемого напряжения (а) и зависимость значения пьезоэлектрического модуля N-УНТ от времени активации (б)

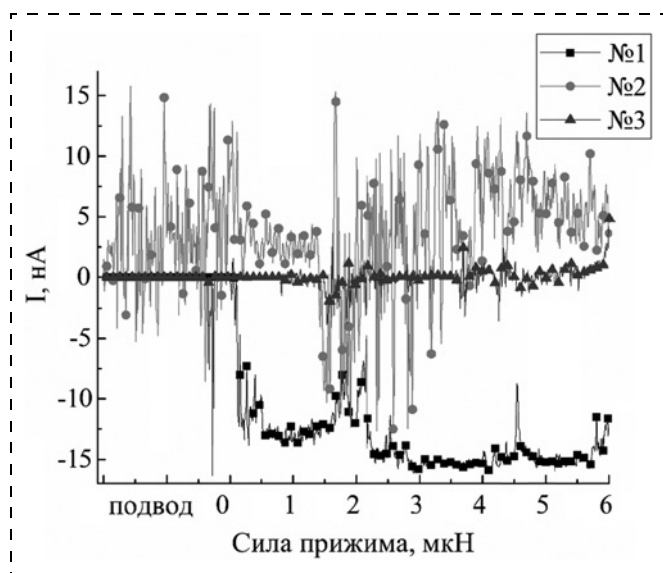


Рис. 4. Зависимость генерируемого тока от силы прижима вершины N-УНТ

деформации (сжатия или растяжения), который существенным образом зависит от длины нанотрубки. Так, для образца № 1, имеющего наибольшую длину N-УНТ, детектируется отрицательный ток, что соответствует положительному потенциалу на поверхности N-УНТ, обусловленному деформацией изгиба нанотрубки при прижиге зонда АСМ. Для образцов № 2 и № 3 детектируется преимущественно положительный ток, что связано с формированием отрицательного потенциала на поверхности нанотрубки, испытывающей преимущественно деформацию сжатия в результате уменьшения ее длины.

## Заключение

Таким образом, установлены зависимости влияния времени активации каталитических центров на пьезоэлектрические свойства N-УНТ. Показано, что увеличение длительности плазменной обработки на этапе активации приводит к существенному снижению пьезоэлектрического модуля N-УНТ, что вероятно вызвано изменением не только геометрических параметров, но и структуры нанотрубки. Уменьшение пьезоэлектрического модуля, в свою очередь, приводит к уменьшению тока, генерируемого N-УНТ под действием внешнего механического воздействия. Дальнейшие исследования будут направлены на установление влияния плазменной обработки на этапе активации на структуру нанотрубок и концентрацию азота в них в целях определения оптимальных параметров роста N-УНТ, обеспечивающих максимальные значения пьезоэлектрического модуля и генерируемого тока.

Работа выполнена за счет гранта РНФ № 22-79-10163, <https://rscf.ru/project/22-79-10163/> в Южном федеральном университете.

## Список литературы

1. Kim S. W., Lee T.-G., Kim D.-H. et al. Determination of the appropriate piezoelectric materials for various types of piezoelectric energy harvesters with high output power // *Nano Energy*. 2019. Vol. 57. P. 581–591.
2. Han S. A., Lee J., Lin J. et al. Piezo/triboelectric nanogenerators based on 2-dimensional layered structure materials // *Nano Energy*. 2019. Vol. 57. P. 680–691.
3. Gao P. X., Song J., Liu J. and Wang Z. L. Nanowire piezoelectric nanogenerators on plastic substrates as flexible power sources for nanodevices // *Advanced Materials*. 2007. Vol. 19, № 1. P. 67–72.
4. Jin L., Zhang B., Zhang L., Yang W. Nanogenerator as new energy technology for self-powered intelligent transportation system // *Nano Energy*. 2019. Vol. 66. P. 104086.
5. Hu D., Yao M., Fan Y. et al. Strategies to achieve high performance piezoelectric nanogenerators // *Nano Energy*. 2019. Vol. 55. P. 288–304.
6. Briscoe J., Dunn S. Piezoelectric nanogenerators — a review of nanostructured piezoelectric energy harvesters // *Nano Energy*. 2014. Vol. 14. P. 15–29.
7. Mahapatra S. Das, Mohapatra P. Ch., Aria A. I. et al. Piezoelectric Materials for Energy Harvesting and Sensing Applications: Roadmap for Future Smart Materials // *Advanced Science*. 2021. Vol. 8, N. 17. e2100864.
8. Qiu Y., Zhang H., Hu L. et al. Flexible piezoelectric nanogenerators based on ZnO nanorods grown on common paper substrates // *Nanoscale*. 2012. Vol. 4, N. 20. P. 6568–6573.
9. Tsege E. L., Kim G. H., Annapureddy V. et al. A flexible lead-free piezoelectric nanogenerator based on vertically aligned BaTiO<sub>3</sub> nanotube arrays on a Ti-mesh substrate // *RSC Adv*. 2016. Vol. 6, № 84. P. 81426–81435.
10. Wang Z. L. Piezopotential gated nanowire devices: Piezotronics and piezo-phototronics // *Nano Today*. 2010. Vol. 5, № 6. P. 540–552.
11. Kundalwal S. I., Meguid S. A., Weng G. J. Strain gradient polarization in graphene // *Carbon*. 2017. Vol. 117. P. 462–472.
12. Il'ina M. V., Il'in O. I., Guryanov A. V. et al. Anomalous piezoelectricity and conductivity in aligned carbon nanotubes // *Journal of Materials Chemistry C*. 2021. Vol. 9, № 18. P. 6014–6021.
13. Il'ina M. V., Soboleva O. I., Rudyk N. N. et al. Influence of the aspect ratio of nitrogen-doped carbon nanotubes on their piezoelectric properties // *J. Adv. Dielectr.* 2022. Vol. 12. P. 2241001.
14. Il'ina M. V., Osotova O. I., Rudyk N. N. et al. Sublayer material as a critical factor of piezoelectric response in nitrogen-doped carbon nanotubes // *Diam. Relat. Mater.* 2022. Vol. 126, November 2021. P. 109069.
15. Inagaki M., Toyoda M., Soneda Y., Morishita T. Nitrogen-doped carbon materials // *Carbon*. 2018. Vol. 132. P. 104–140.
16. Il'ina M., Il'in O., Osotova O. et al. Pyrrole-like defects as origin of piezoelectric effect in nitrogen-doped carbon nanotubes // *Carbon*. 2022. Vol. 190. P. 348–358.
17. Il'in O. I., Rudyk N. N., Fedotov A. A. et al. Modeling of catalytic centers formation processes during annealing of multilayer nanosized metal films for carbon nanotubes growth // *Nanomaterials*. 2020. Vol. 10, N. 3. P. 554.
18. Il'ina M. V., Il'in O. I., Rudyk N. N. et al. Analysis of the piezoelectric properties of aligned multi-walled carbon nanotubes // *Nanomaterials*. 2021. Vol. 11, N. 11. 2912.



**O. I. Soboleva**<sup>1</sup>, Laboratory Assistant Researcher, e-mail: osotova@sfedu.ru,  
**M. R. Polyvianova**<sup>1</sup>, Laboratory Assistant Researcher, **O. I. Il'in**<sup>1</sup>, Leading Researcher,  
**M. V. Il'ina**<sup>2</sup>, Associate Professor, e-mail: mailina@sfedu.ru  
<sup>1</sup> Southern Federal University, Research Laboratory of Functional Nanomaterials Technology,  
 Taganrog 347922, Russian Federation  
<sup>2</sup> Southern Federal University, Institute of Nanotechnologies, Electronics and Equipment  
 Engineering, Taganrog 347922, Russian Federation

*Corresponding author:*

**M. V. Il'ina**, Associate Professor, Southern Federal University, Institute of Nanotechnologies, Electronics and Equipment Engineering, Taganrog 347922, Russian Federation  
 E-mail: mailina@sfedu.ru

## Effect of the Activation Time on the Piezoelectric Properties of Nitrogen-Doped Carbon Nanotubes

Received on February 03, 2023

Accepted on February 27, 2023

Recently, there is an increasing need to create energy-efficient power supplies for wearable devices. In recent studies, we found that carbon nanotubes doped with nitrogen, which exhibit anomalous piezoelectric properties, can be used as the basis for such devices. This paper presents the results of studying the effect of the activation time of catalytic centers during the growth of carbon nanotubes on the value of their piezoelectric strain coefficient and the value of the generated current. It was found that with an increase in the activation time of the catalytic centers from 1 to 90 min, the value of the piezoelectric strain coefficient decreased from 19.78 pm/V to 4.49 pm/V, which is associated with a change in the geometric dimensions of the catalytic centers and, consequently, the N-CNT and structures of the N-CNTs. Also, the data obtained are confirmed by the measured value of the current generated by N-CNTs during deformation. Its value decreased from 15 to 2 nA in proportion to the decrease in the piezoelectric strain coefficient. The results obtained can be used to create energy-efficient piezoelectric nanogenerators.

**Keywords:** carbon nanotubes, nitrogen, activation time, piezoelectric strain coefficient, piezoelectric materials, PECVD, PFM, AFM

*For citation:*

**Soboleva O. I., Polyvianova M. R., Il'in O. I., Il'ina M. V.** Effect of the Activation Time on the Piezoelectric Properties of Nitrogen-Doped Carbon Nanotubes, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2023, vol. 25, no. 3, pp. 99–104.

DOI: 10.17587/nmst.25.99-104

### References

1. Kim S. W., Lee T.-G., Kim D.-H. et al. Determination of the appropriate piezoelectric materials for various types of piezoelectric energy harvesters with high output power, *Nano Energy*, 2019, vol. 57, pp. 581–591.
2. Han S. A., Lee J., Lin J. et al. Piezo/triboelectric nanogenerators based on 2-dimensional layered structure materials, *Nano Energy*, 2019, vol. 57, pp. 680–691.
3. Gao P. X., Song J., Liu J. and Wang Z. L. Nanowire piezoelectric nanogenerators on plastic substrates as flexible power sources for nanodevices, *Advanced Materials*, 2007, vol. 19, no. 1, pp. 67–72.
4. Jin L., Zhang B., Zhang L., Yang W. Nanogenerator as new energy technology for self-powered intelligent transportation system, *Nano Energy*, 2019, vol. 66, p. 104086.
5. Hu D., Yao M., Fan Y. et al. Strategies to achieve high performance piezoelectric nanogenerators, *Nano Energy*, 2019, vol. 55, pp. 288–304.
6. Briscoe J., Dunn S. Piezoelectric nanogenerators — a review of nanostructured piezoelectric energy harvesters, *Nano Energy*, 2014, vol. 14, pp. 15–29.
7. Mahapatra S. Das, Mohapatra P. Ch., Aria A. I. et al. Piezoelectric Materials for Energy Harvesting and Sensing Applications: Roadmap for Future Smart Materials, *Advanced Science*, 2021, vol. 8, no. 17. e2100864.
8. Qiu Y., Zhang H., Hu L. et al. Flexible piezoelectric nanogenerators based on ZnO nanorods grown on common paper substrates, *Nanoscale*, 2012, vol. 4, no. 20, pp. 6568–6573.
9. Tsege E. L., Kim G. H., Annapureddy V. et al. A flexible lead-free piezoelectric nanogenerator based on vertically aligned BaTiO<sub>3</sub> nanotube arrays on a Ti-mesh substrate, *RSC Adv*, 2016, vol. 6, no. 84, pp. 81426–81435.
10. Wang Z. L. Piezopotential gated nanowire devices: Piezotronics and piezo-phototronics, *Nano Today*, 2010, vol. 5, no. 6, pp. 540–552.
11. Kundalwal S. I., Meguid S. A., Weng G. J. Strain gradient polarization in graphene, *Carbon*, 2017, vol. 117, pp. 462–472.
12. Il'ina M. V., Il'in O. I., Guryanov A. V. et al. Anomalous piezoelectricity and conductivity in aligned carbon nanotubes, *Journal of Materials Chemistry C*, 2021, vol. 9, no. 18, pp. 6014–6021.
13. Il'ina M. V., Soboleva O. I., Rudyk N. N. et al. Influence of the aspect ratio of nitrogen-doped carbon nanotubes on their piezoelectric properties, *J. Adv. Dielectr*, 2022, vol. 12, p. 2241001.
14. Il'ina M. V., Osotova O. I., Rudyk N. N. et al. Sublayer material as a critical factor of piezoelectric response in nitrogen-doped carbon nanotubes, *Diam. Relat. Mater.*, 2022, vol. 126, November 2021, p. 109069.
15. Inagaki M., Toyoda M., Soneda Y., Morishita T. Nitrogen-doped carbon materials, *Carbon*, 2018, vol. 132, pp. 104–140.
16. Il'ina M., Il'in O., Osotova O. et al. Pyrrole-like defects as origin of piezoelectric effect in nitrogen-doped carbon nanotubes, *Carbon*, 2022, vol. 190, pp. 348–358.
17. Il'in O. I., Rudyk N. N., Fedotov A. A. et al. Modeling of catalytic centers formation processes during annealing of multilayer nanosized metal films for carbon nanotubes growth, *Nanomaterials*, 2020, vol. 10, no. 3, p. 554.
18. Il'ina M. V., Il'in O. I., Rudyk N. N. et al. Analysis of the piezoelectric properties of aligned multi-walled carbon nanotubes, *Nanomaterials*, 2021, vol. 11, no. 11, 2912.

# МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ MODELLING AND DESIGNING OF MNST

УДК 621.3.049.77.029.64

DOI: 10.17587/nmst.25.105-112

**И. В. Горюнов**<sup>1</sup>, нач. лаб., **В. А. Иовдальский**<sup>1, 2</sup>, д-р техн. наук, доц.; нач. лаб.<sup>1</sup>, проф. каф.<sup>2</sup>, [teh.buro208@gmail.com](mailto:teh.buro208@gmail.com), **Н. А. Федоров**<sup>1</sup>, вед. инж.

<sup>1</sup> АО "НПП "Исток" им. А. И. Шокина г. Фрязино,

<sup>2</sup> Российский технологический университет (РТУ) МИРЭА, филиал в г. Фрязино

## СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ КОНСТРУКЦИИ ГЕНЕРАТОРНОГО МОДУЛЯ СВЧ-ДИАПАЗОНА

Поступила в редакцию 15.02.2023

*Представлены результаты совершенствования конструкции генератора, управляемого напряжением, путем расположения части проводников топологического рисунка металлизации многослойной печатной платы с емкостными элементами (линий связи коаксиального вывода с управляющим и генераторным компонентами) на торце коаксиального диэлектрического резонатора. Это позволило улучшить электрические и массогабаритные характеристики генератора.*

**Ключевые слова:** генераторный модуль, коаксиальный диэлектрический резонатор, гибридная интегральная схема, паразитные параметры, добротность, проводники топологического рисунка металлизации, многослойная печатная плата, длина емкостной связи, генератор, управляемый напряжением, спектральная плотность мощности фазовых шумов

### Введение

Увеличение потребности в радиоэлектронной аппаратуре СВЧ-диапазона бортового аэрокосмического назначения в последние годы привело к ужесточению требований к ее электрическим и массогабаритным характеристикам. В связи с этим специалисты вынуждены искать новые эффективные технические решения для их улучшения. Так, в конце прошлого столетия появилась тенденция создания многослойных объемных конструкций ГИС СВЧ-диапазона [1–6], в которых эффективно используются взаимодействие элементов схемы, расположенных в различных слоях [6–8] и размещение элементов и компонентов в объеме подложки [7, 9, 10].

### Возможности улучшения конструкции ГУН

В предшествующих работах [9–11] указывалось, что существующие в настоящее время и применяемые в современной радиоэлектронной аппаратуре

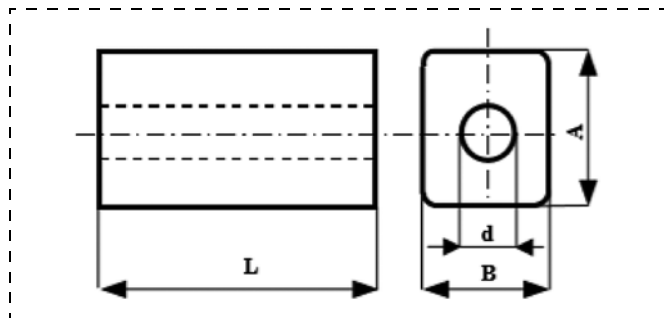
генераторные модули имеют ряд конструктивно-технологических недостатков, что не позволяет улучшить их электрические и массогабаритные характеристики. Поэтому дальнейшие исследования в этом направлении являются по-прежнему актуальными.

Данная работа посвящена проведению исследований возможностей устранения обнаруженных недостатков. В связи с этим, внимание стоит обратить на важную роль коаксиальных диэлектрических резонаторов (КДР) и их существенное влияние на электрические характеристики генератора, входящего в состав модуля.

### Применение КДР в генераторах

Диэлектрические резонаторы в настоящее время превратились в современные компоненты электронной техники, применение которых в технике СВЧ позволило создать ряд высокоэффективных твердотельных устройств [12]. Поэтому для твердо-





**Рис. 1. Коаксиальный диэлектрический резонатор прямоугольной формы**

тельной СВЧ- и КВЧ-техники весьма важными и востребованными остаются именно диэлектрические резонаторы (ДР) из термостабильных керамических материалов, имеющих малые диэлектрические потери. По мнению специалистов [12], в твердотельном СВЧ-генераторе на ДР основным элементом, в существенной степени определяющим уровень частотных флуктуаций выходного колебания, является высокودобротный резонатор.

В генераторах, усилителях, волномерах и фильтрах диапазона СВЧ широко применяют диэлектрические резонаторы коаксиального типа. Такие резонаторы используют в системах стабилизации частоты генераторов, работающих в диапазоне частот 300...4500 МГц, т. е. в мобильных радиотелефонах, переносных радиостанциях, системах дистанционного управления, идентификации, настройки и др.

Рассмотрим роль КДР на примере используемого в производстве (АО "НПП "Исток" им. А. И. Шокина") отечественного резонатора, выпускаемого

ООО "Керамика". Данный производитель специализируется на разработке и производстве ВЧ и СВЧ керамических материалов и микроволновых элементов на их основе для изделий электронной техники.

Основные характеристики КДР:

- диапазон диэлектрической проницаемости  $\epsilon = 20...100$ ;
- низкие диэлектрические потери / высокая добротность;
- возможность заказа резонаторов с различными температурными коэффициентами частоты (ТКЧ) при различных значениях  $\epsilon$ ;
- малое изменение резонансной частоты в широком диапазоне изменения температуры;
- реализация широкого диапазона резонансной частоты в соответствии с заданными требованиями;
- диапазон частот — 300...4500 МГц;
- покрытие гальваническим серебром.

Чертеж прямоугольного коаксиального диэлектрического резонатора представлен на рис. 1.

Длина резонатора определяет частоту получившейся резонансной системы (как и наоборот: рабочая частота определяет длину резонатора). Добротность используемого КДР составляет 290 и типовая перестройка частоты не более 0,5 %, что позволяет получить низкий уровень фазовых шумов.

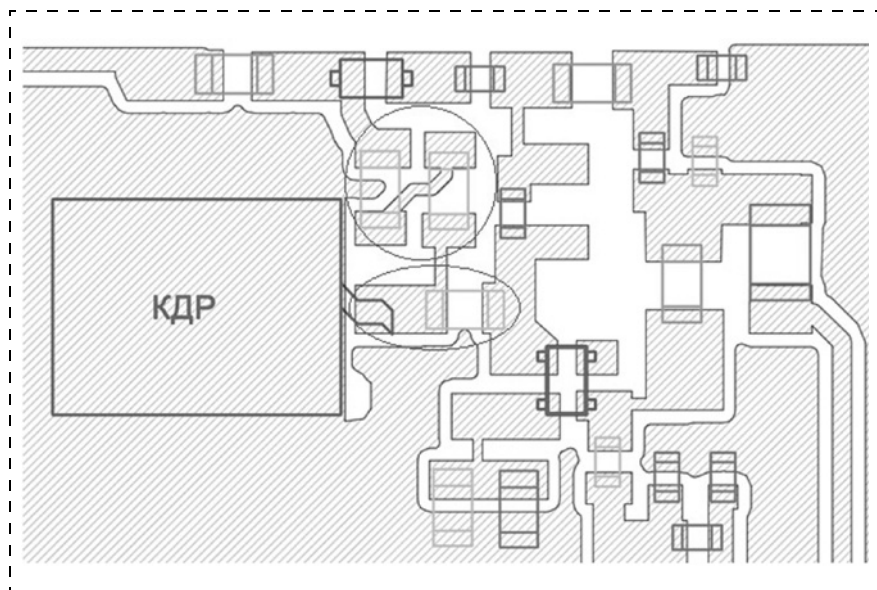
### ***Повышение рабочей частоты генераторов с КДР***

Рассмотрим способ повышения рабочей частоты генератора на коаксиальном диэлектрическом резонаторе путем оптимизации топологии генератора и способ изготовления КДР

таким образом, чтобы проведенные изменения обеспечили сохранение добротности КДР и, как следствие, низких значений спектральной плотности мощности фазовых шумов (СПМФШ) генератора.

Конструктивной особенностью исследуемого генератора является расположение (нанесение) части элементов топологии платы генератора, в частности, линий связи секции генераторного компонента генератора с резонансным контуром (КДР) на поверхности коаксиального диэлектрического резонатора.

На рис. 2 выделены области топологии платы генератора, оптимизированные в процессе модернизации схемы.



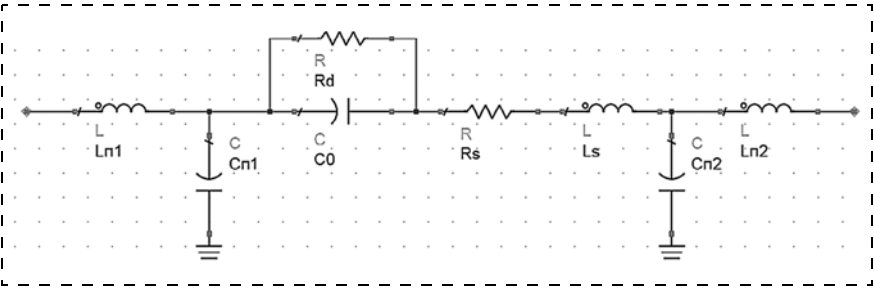
**Рис. 2. Плата генератора, управляемого напряжением**

Анализируя эквивалентные схемы выделенных элементов топологии платы и компонентов схемы, следует обратить внимание на паразитные параметры ( $C_{п1}$ ,  $C_{п2}$ ,  $L_{п1}$ ,  $L_{п2}$ ), входящие в состав этих элементов и, соответственно, пленочных элементов их топологий (рис. 3).

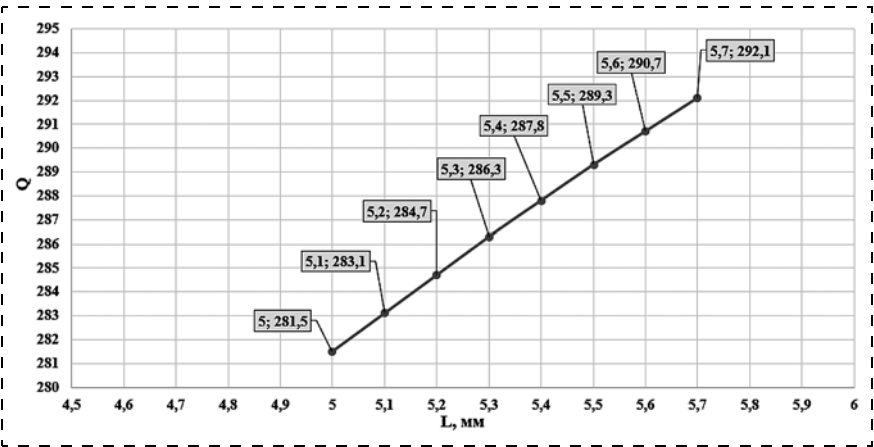
Процесс оптимизации даст возможность снизить влияние паразитных составляющих до реализуемого минимума и позволит повысить рабочую частоту генератора с сохранением геометрических размеров КДР и добротности  $Q$ . Такое решение позволяет значительно сократить размеры проводящих площадок в составе топологического рисунка платы генератора. Собственную добротность используемого резонатора рассчитаем по следующим формулам:

$$Q_m = \frac{V}{Sd} = \frac{115,425}{106,6 \cdot 0,001} = 1083 \text{ — частичная добротность, учитывающая размеры резонатора;}$$

$$Q_d = \frac{1}{\text{tg} \delta} = \frac{1}{0,0025} = 400 \text{ — частичная добротность, учитывающая тангенс угла потерь;}$$



**Рис. 3. Эквивалентная схема элементов топологии после оптимизации:**  
 $C_0$  — собственная емкость конденсатора;  $R_d$  — сопротивление изоляции конденсатора;  $R_s$  — эквивалентное последовательное сопротивление;  $L_s$  — эквивалентная последовательная индуктивность;  $C_{п1}$  и  $C_{п2}$  — паразитные емкости участка топологии;  $L_{п1}$  и  $L_{п2}$  — паразитные последовательные индуктивности



**Рис. 4. Зависимость добротности КДР от его длины**

$$Q = \left| \frac{1}{Q_m} + \frac{1}{Q_d} \right|^{-1} = \left| \frac{1}{1083} + \frac{1}{400} \right|^{-1} = 292,095 \text{ —}$$

собственная добротность резонатора,  
 где  $V$  — объем резонатора;  $S$  — площадь металлизированной поверхности резонатора;  $d$  — толщина скин-слоя (1 мкм);  $\text{tg} \delta$  — тангенс угла потерь (0,0025).

Выбранная длина резонатора 5,7 мм обеспечивает оптимальный уровень собственной добротности. На рис. 4 представлены расчетные значения зависимости добротности КДР от его длины при неизменной геометрии сечения.

Анализ результатов проведенного аналитического исследования показывает, что с уменьшением длины (от 5,7 до 5 мм) и, в итоге, объема коаксиального диэлектрического резонатора, значение собственной добротности снижается (с 292,1 до 281,5). Вместе с тем результирующее значение рабочей частоты генератора сильно зависит от значений паразитных емкостей и индуктивностей, создаваемых топологией схемы генератора [13—16]. Таким образом, пытаясь добиться максимально

высокой рабочей частоты генератора, необходимо либо уменьшать длину КДР, теряя его добротность, как было показано выше, либо сократить влияние паразитных составляющих схемы.

### **Исследование возможности улучшения других электрических характеристик генератора**

Одним из способов уменьшения влияния паразитных элементов схемы на характеристики генератора, а также обеспечения максимально высокой добротности резонатора является нанесение внутренних линий связи генератора непосредственно на КДР. Часть топологии платы генератора, указанная на рис. 2, а также элементы связи, могут быть реализованы в виде микрополосковых линий (МПЛ), нанесенных на торцевую поверхность КДР. При этом для связи коаксиального диэлектрического резонатора с секцией генераторного компонента и варакторным диодом используются емкостные зазоры. Такой метод изменения емкости связи получил широкое распространение при конструировании полосно-пропускающего фильтра (ППФ)



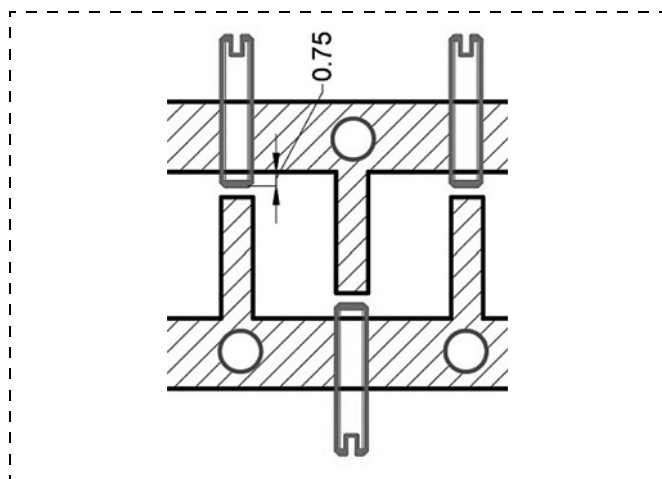


Рис. 5. Регулировка емкости связи на примере ППФ на встречных стержнях

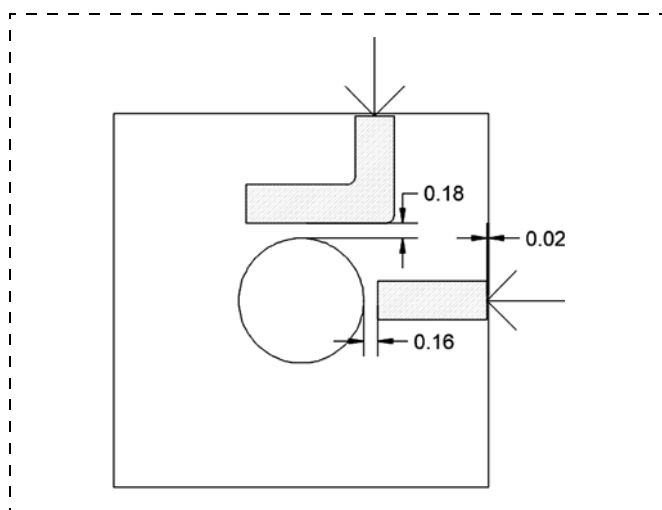


Рис. 6. Эскиз спроектированного (модернизированного) резонатора с элементами связи

на встречных стержнях [15]. Емкость связи в этом случае корректируется винтами, тем самым регулируя результирующее значение рабочей частоты (рис. 5). Значения зазоров выбирают из соображений обеспечения минимально возможной длины связи с секцией генераторного компонента генератора и оптимальной связи с варакторной секцией для получения необходимого диапазона перестройки частоты генератора [15–18].

Для оценки паразитной емкости пленочных элементов топологии платы, которые были исключены из платы в ходе оптимизации, проведем расчет паразитной емкости микрополосковой линии, соединяющей КДР с транзистором:

$$C_{\text{п}} = \frac{\varepsilon + 1}{2} \frac{bl}{a} \cdot 10^{-12} = \frac{355 + 1}{2} \cdot 1 \cdot 2,2525 \cdot 10^{-12} = 5,124 \text{ пФ},$$

где  $\varepsilon$  — относительная диэлектрическая проницаемость подложки;  $b$  — ширина линии;  $l$  — длина линии;  $a$  — толщина подложки.

На рис. 6 представлен резонатор с нанесенными на него микрополосковыми линиями связи.

При этом используется полуволновой ( $\lambda/2$ ) резонатор, который позволяет увеличить рабочую длину коаксиального диэлектрического резонатора и обеспечить еще более высокую добротность.

Визуализируем полученную модель резонатора в специализированном САПР.

На рис. 7 (см. вторую сторону обложки) представлена 3D-модель резонатора с нанесенными на него микрополосковыми линиями связи. Порт 1 связывает диэлектрический резонатор с варакторным диодом, а порт 2 — с секцией генераторного компонента генератора. При таком конструктивном исполнении резонатора удается сохранить начальную добротность, так как паразитные параметры становятся менее существенными [19, 20].

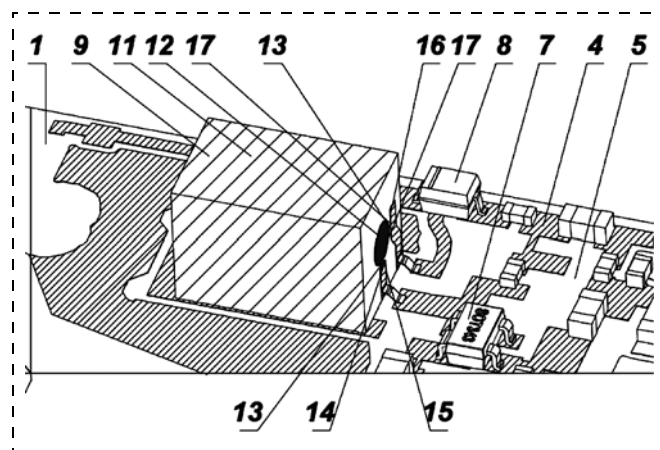


Рис. 8. Конструкция ГИС генераторного модуля с частью топологического рисунка проводников на торцевой поверхности КДР, расположенного на поверхности МПП:

1 — многослойная печатная плата; 2 — корпус (см. рис. 9); 3 — крышка корпуса; 4 — топологический рисунок проводников металлизации; 5 — диэлектрический слой; 6 — экранная заземляющая металлизация; 7 — активный генераторный компонент; 8 — активный управляющий компонент; 9 — коаксиальный диэлектрический резонатор; 10 — генератор, управляемый напряжением; 11 — металлизационное покрытие на боковой поверхности коаксиального диэлектрического резонатора; 12 — коаксиальный выход на торцевой поверхности коаксиального диэлектрического резонатора; 13 — емкостные связи; 14 — торец пленочного проводника соединения генераторного компонента; 15 — зазор между торцом 14 пленочного проводника соединения генераторного компонента и коаксиальным выходом диэлектрического резонатора; 16 — боковая сторона пленочного проводника соединения управляющего компонента; 17 — зазор между боковой стороной 16 пленочного проводника соединения управляющего компонента и коаксиальным выводом диэлектрического резонатора; 18 — металлизированные отверстия (см. рис. 9)

Конструкция генератора с таким коаксиальным резонатором, расположенным на поверхности многослойной платы, представлена на рис. 8, 9.

Результаты исследования представлены на рис. 10.

В табл. 1 показаны значения точек, соответствующие графику на рис. 11.

В ходе эксперимента целесообразно исследовать следующие характеристики:

- 1) мощность генератора на рабочей частоте;
- 2) фазовые шумы;
- 3) выходной сигнал во временной области;
- 4) влияние длины емкости связи на рабочую частоту генератора.

Анализ полученной зависимости показывает, что при выбранной длине (0,16 мм) и, соответственно, емкости связи, получаем максимальное значение рабочей частоты (3,955 ГГц). Управление частотой генератора осуществляется с помощью варакторного диода, емкость которого зависит от приложенного к нему управляющего напряжения. Поэтому далее проводим исследование зависимости характеристик генератора от значения напряжения на варакторном диоде. Результаты исследования представлены в табл. 1, а на рис. 11 представлена зависимость мощности выходного сигнала от рабочей частоты генератора.

На рис. 12 представлена зависимость рабочей частоты генератора от перестраивающего напряжения на варакторном диоде.

Анализ полученных результатов показывает, что при увеличении напряжения на варакторном диоде (от 1 до 24 В), мощность выходного сигнала возрастает от 9,103 до 9,410 дБм, т. е. на 0,307 дБм, а перестройка частоты при переменном напряжении от 1 до 24 В составляет 57 МГц. Полученный результат является оптимальным и свидетельствует о том, что при совершенствовании топологии генератора, мощностные характеристики возрастают и происходит сдвиг вверх по частоте (с 4,018 до 4,075 ГГц, т. е. на 0,057 ГГц). Далее целесообразно провести исследование фазовых шумов на выходе генератора. Результаты исследова-

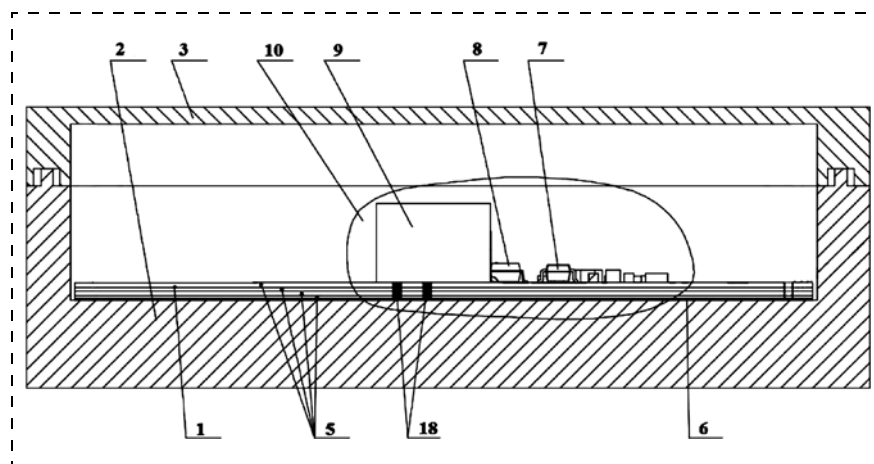


Рис. 9. Разрез ГИС генераторного модуля с частью топологического рисунка проводников на торцевой поверхности КДР, расположенного на поверхности МПП, где нумерация позиций соответствует рис. 8.

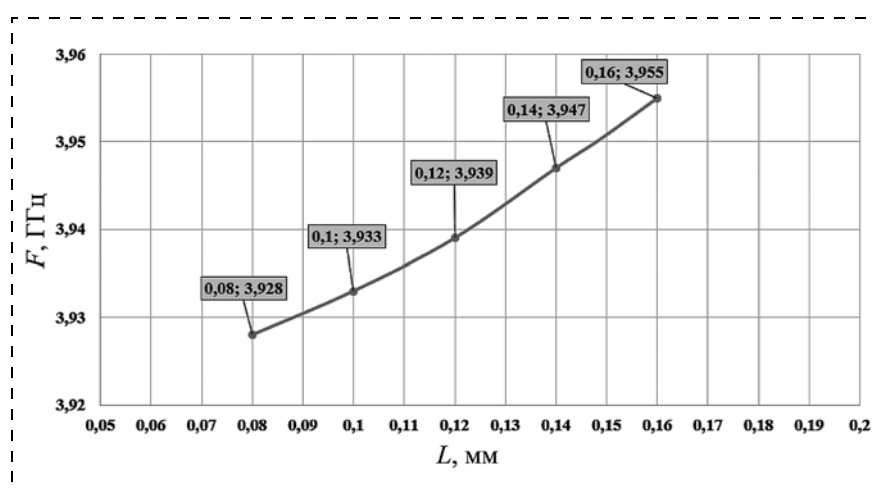


Рис. 10. Зависимость рабочей частоты от длины емкости связи

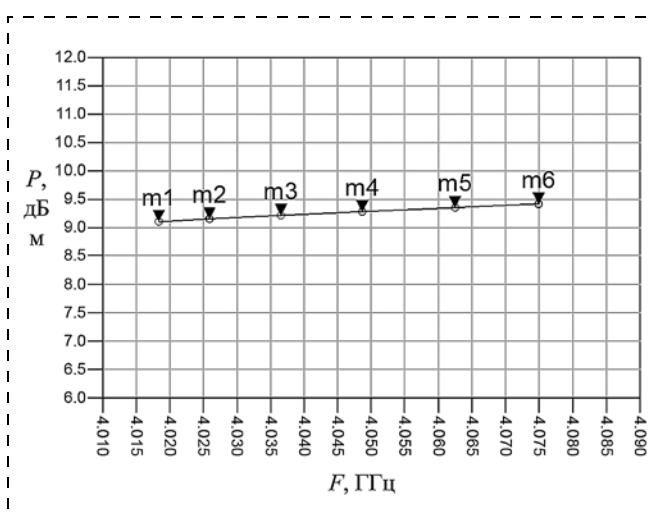


Рис. 11. Зависимость выходной мощности генератора от рабочей частоты



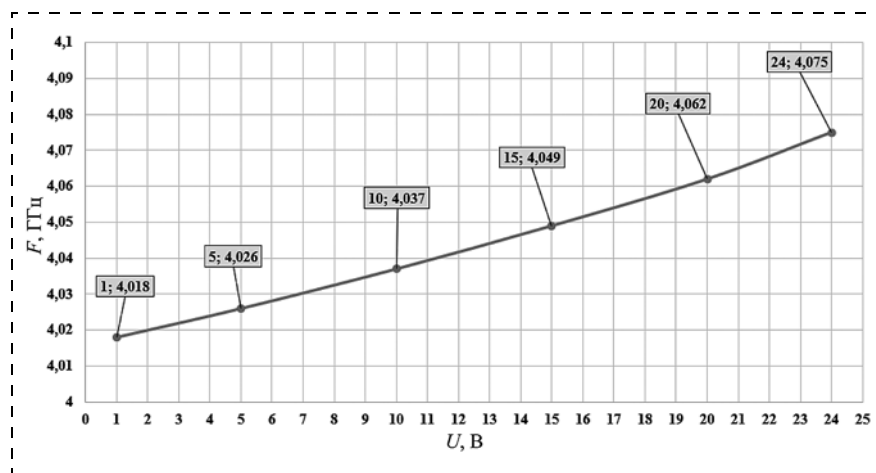


Рис. 12. Зависимость рабочей частоты генератора от напряжения перестройки на варакторном диоде

ния представлены в табл. 2 и проиллюстрированы рис. 13 (см. вторую сторону обложки).

На рис. 13 представлен график спектральной плотности мощности фазовых шумов (СПМФШ) при отстройке до 10 кГц.

В табл. 2 приведены значения характеристик фазового шума при отстройках на 1 и 10 кГц.

При увеличении напряжения на варакторном диоде (от 1 до 24 В) уровень СПМФШ уменьшается (с  $-88,793$  до  $-89,786$  дБ/Гц при отстройке до 1 кГц; и с  $-108,790$  до  $-109,787$  дБ/Гц, т. е. на  $-0,997$  дБ/Гц). Это важно, так как уровень фазового шума является важным оценочным критерием частотной стабильности генератора. Полученные ре-

Таблица 1

Напряжение, В	Частота, ГГц	Мощность, дБм
1 (m1)	4,018	9,103
5 (m2)	4,026	9,149
10 (m3)	4,037	9,211
15 (m4)	4,049	9,278
20 (m5)	4,062	9,349
24 (m6)	4,075	9,410

Таблица 2

Напряжение (цвет), В	СПМФШ при отстройке на 1 кГц, дБ/Гц	СПМФШ при отстройке на 10 кГц, дБ/Гц
1 (красный)	$-88,793$	$-108,790$
5 (синий)	$-88,930$	$-108,928$
10 (розовый)	$-89,121$	$-109,119$
15 (зеленый)	$-89,336$	$-109,334$
20 (сиреневый)	$-89,576$	$-109,576$
24 (черный)	$-89,786$	$-109,787$

зультаты исследования свидетельствуют, что генератор частотно стабилен и уровень фазового шума на выходе уменьшается с увеличением напряжения на варакторном диоде. Это свидетельствует об улучшении электрических характеристик генератора.

Значение СПМФШ усовершенствованной топологии платы модуля опорного СВЧ генератора на коаксиальном диэлектрическом резонаторе, охваченного петлей ФАПЧ, является оптимальным [18]. Сигнал на выходе во временной области при всех значениях управляющего напряжения представлен на рис. 14 (см. вторую сторону обложки) и имеет

синусоидальную форму.

При увеличении управляющего напряжения уровень выходного сигнала во временной области сильно не изменяется. Сигнал имеет синусоидальный характер во всем диапазоне напряжений, что свидетельствует о стабильном режиме работы ГУН.

### Результаты анализа

Анализ результатов расчетно-аналитического исследования показывает, что при увеличении напряжения на варакторном диоде (от 1 до 24 В):

- мощность выходного сигнала генератора стабильна и возрастает (от 9,103 до 9,410 дБм, т. е. на 0,307 дБм в рабочем диапазоне частот;
- при этом происходит сдвиг сигнала генератора вверх по частоте с 4,018 до 4,075 ГГц, т. е. на 0,057 ГГц;
- уровень СПМФШ снижается с  $-88,793$  до  $-89,786$  дБ/Гц при отстройке на 1 кГц, т. е. на 0,993 дБ/Гц и с  $-108,790$  до  $-109,787$  дБ/Гц при отстройке на 10 кГц, т. е. на  $-0,997$  дБ/Гц;
- за счет уменьшения площади многослойной печатной платы уменьшился объем ГУН на 11,68 % и масса модуля на 5,84 г;
- выходной сигнал имеет синусоидальный характер во всем диапазоне напряжений и во временной области сильно не изменяется, что подтверждает приемлемый гармонический спектр выходного сигнала во всем диапазоне рабочих частот.

### Заключение

В результате проведенных исследований можно сделать заключение, что проведенная модернизация конструкции при устойчивом режиме работы ГУН позволила улучшить электрические и массогабаритные характеристики.

## Список литературы

1. Гвоздев В. И., Нефедов Е. И. Объемные интегральные схемы СВЧ — элементная база аналоговой и цифровой радиоэлектроники. М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1987. 110 с.
2. Волков А. В., Заводян А. В., Яшин А. А. Технология и конструкторско-технологические решения для реализации объемных интегральных модулей: учеб. пособие. М.: МИЭТ, 1992. 83 с.
3. Устройство для измерения электрических параметров среды: патент РФ № 2109274 на изобретение, приоритет 30.09.94г. Регистрация в госреестре 20.09.03 г. / В. А. Гвоздев, В. А. Иовдальский, А. А. Линева, С. И. Подковырин.
4. Гвоздев В. И., Иовдальский В. А., Линева А. А. Фазовый метод контроля диэлектрической проницаемости различных сред // Измерительная техника. 1996. № 4. С. 53—55.
5. Климачев И. И., Иовдальский В. А. СВЧ ГИС. Основы технологии и конструирования // Под науч. редакцией д. т. н. А. Н. Королева. М.: ТЕХНОСФЕРА, 2006. 352 с.
6. Ключев С. Б., Иовдальский В. А. Симметричная шелевая линия передачи с экранированием // Сборник научных статей по материалам 6-й Международной научно-практической конференции "Актуальные проблемы и перспективы развития радиофизических и информационных систем" ("Радиоинфоком-2022") г. Москва, РТУ МИРЭА: Сборник научных статей. — М.: МИРЭА, 2022. 882 с. (С. 300—303).
7. Иовдальский В. А. Размещение элементов и компонентов ГИС СВЧ-диапазона в подложке МПП: учеб. пособие / Под науч. редакцией А. А. Борисова. М.: КУРС, 2018. 190 с.
8. Кондрашин А. А., Лямин А. Н., Слепцов В. В. Современные технологии изготовления трехмерных электронных устройств: учеб. пособие. Изд.-е 2-е, испр. и доп. М.: Техносфера, 2019. 210 с.
9. Баронов А. А., Шадский В. А. Особенности проектирования гетеродина с петлей ФАПЧ Ku-диапазона // Элек-

тронная техника. Серия 3. Микроэлектроника. 2015. Вып. 4 (160). С. 18—22.

10. Самохин С. А., Горюнов И. В., Иовдальский В. А., Терешкин Е. В., Федоров Н. А. Малогабаритный опорный СВЧ-генератор на коаксиальном резонаторе // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2019. Вып. 2 (541). С. 58—66.

11. Патент РФ № 2750860 на изобретение, МПК Н 01L 21/00, 23/00, приоритет 21.09.2020 г. / Гибридная интегральная схема СВЧ-диапазона. С. А. Самохин, И. В. Горюнов, В. А. Иовдальский, Е. В. Терешкин.

12. Коломин В. Н., Рыбкин В. Н., Иовдальский В. А., Соколов А. И. Диэлектрические резонаторы для изделий электронной техники СВЧ-диапазона: учеб. пособие / Под науч. редакцией С. В. Щербакова. М.: КУРС, 2021. 150 с.

13. Горюнов И. В., Иовдальский В. А., Федоров Н. А., Терешкин Е. В., Медянова Е. В. Улучшение электрических характеристик ГИС СВЧ-диапазона генераторного модуля // Нано- и микросистемная техника. 2022. Т. 24, № 5. С. 223—229. DOI: 10.17587/nmst.24.223-229.

14. Ченакин А. Фазовые шумы в СВЧ-генераторах. Методы решения проблемы // Электроника НТБ. 2011. № 4. С. 52—61.

15. Андрианов А. В., Зикий А. Н., Пустовалов А. И. Моделирование и экспериментальное исследование трактового фильтра на встречных стержнях // Инженерный вестник Дона, 2016. № 4. С. 1—7.

16. Тюрнев В. В. Теория цепей СВЧ: учеб. пособие. Красноярск: ИПЦ КГТУ, 2003. 194 с.

17. Патент РФ № 2777532 на изобретение, МПК Н 01L 27/12, приоритет 07 сентября 2021 г. Регистрация в госреестре изобретений 5 августа 2022 г. / Гибридная интегральная схема СВЧ-диапазона. Горюнов И. В., Иовдальский В. А., Терешкин Е. В., Федоров Н. А.

18. Патент РФ № 2778281 на изобретение, МПК Н 01L 27/12, приоритет 26 октября 2021г. Регистрация в госреестре изобретений 17 августа 2022 г. / Гибридная интегральная схема СВЧ-диапазона. Горюнов И. В., Иовдальский В. А., Терешкин Е. В., Федоров Н. А.

**I. V. Goryunov<sup>1</sup>**, Head of Laboratory, **V. A. Iovdalskiy<sup>1, 2</sup>**, D. Sc., Associate Professor, Head of Laboratory<sup>1</sup>, Department Professor<sup>2</sup>, [teh.buro208@gmail.com](mailto:teh.buro208@gmail.com),

**N. A. Fyodorov**, Leading Engineer

<sup>1</sup> JSC "RPC "Istok" named after A. I. Shokin", Fryazino

<sup>2</sup> Branch of the Russian Technological University (RTU) MIREA in Fryazino

*Corresponding author:*

**Viktor A. Iovdalskiy<sup>1, 2</sup>**, D. Sc., Associate Professor, Head of Laboratory<sup>1</sup>, Department Professor<sup>2</sup>, [teh.buro208@gmail.com](mailto:teh.buro208@gmail.com),

<sup>1</sup> JSC "RPC "Istok" named after A. I. Shokin", Fryazino

<sup>2</sup> Branch of the Russian Technological University (RTU) MIREA in Fryazino

## Improving the microwave generator module design

*Received on February 15, 2023*

*Accepted on March 02, 2023*

*The article presents the results of improving the voltage-controlled oscillator (VCO) design by arranging part of the conductors of the topological metallization pattern of multilayer printed circuit board (MLPCB) with capacitive elements (communication lines of the coaxial output with the control and generator components) at the end of coaxial dielectric resonator (CDR), which made it possible to improve the electrical and weight and size characteristics of the generator.*

**Keywords:** generator module, coaxial dielectric resonator (CDR), hybrid integrated circuit, parasitic parameters,  $Q$ -factor, topological metallization pattern conductors, multilayer printed circuit board (MLPCB), capacitive coupling length, voltage-controlled oscillator, phase noise power spectral density

For citation:

**Goryunov I. V., Iovdalskiy V. A., Fyodorov N. A.** Improving the Microwave Generator Module Design, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2023, vol. 25, no. 3, pp. 105–112.

DOI: 10.17587/nmst.25.105-112

## References

1. **Gvozdev V. I., Nefyodov E. I.** Objomnyye integralnyye skhemy SVCH — elementnaya baza analogovoy i tsifrovoy radioelektroniki, Moscow, Nauka. Glavnaya redaktsiya phisiko-matematicheskoy literatury, 1987, 110 p. (in Russian).
2. **Volkov A. V., Zavodjan A. V., Yashin A. A.** Tekhnologiya i konstruktorsko-tekhnologicheskiye resheniya dlja realizatsii objomnykh integralnykh modulej. / Uchebnoje posobie. Moscow, MIET, 1992, 83 p. (in Russian).
3. **Ustrojstvo** dlja izmerenija elektricheskikh parametrov sredy. Patent RF #2109274 na izobretenije, prioritet 30.09.94. Registratsija v Gosrejestre 20.09.03. V. I. Gvozdev, V. A. Iovdalskiy, A. A. Linev, S. I. Podkovyrin (in Russian).
4. **Gvozdev V. I., Iovdalskiy V. A., Linev A. A.** Phazovyj metod kontrolja dielektricheskoy pronitsaemosti razlichnykh sred, *Izmeritel'naja tekhnika*, 1996, no. 4, pp. 53–55 (in Russian).
5. **Klimachyov I. I., Iovdalskiy V. A.** SVCH GIS. Osnovy tekhnologii i konstruirovaniya. // Pod nauchnoj red. d.t.n. A. N. Korolyov, Moscow, TEKHNOSPHERA, 2006, 352 p. (in Russian).
6. **Klyuev S. B., Iovdalskiy V. A.** Simmetrichnaja shchelevaja linija peredachi s ekranirovaniem, *Sbornik nauchnykh statej po materialam 6 Mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskoy konferentsii "Aktualnye problemy i perspektivy razvitiya radiophysicheskikh i informatsionnykh system" ("Radioinfokom-2022)*, Moscow, RTU MIREA, 6–10 June 2022, Moscow, MIREA — Rossijskij tekhnologicheskij universitet, 2022, 882 p. (pp. 300–303). (in Russian).
7. **Iovdalskiy V. A.** Razmeshchenie elementov I komponentov GIS SVCH-diapazona v podlozhke MPP. // Uchebnoje posobie. Pod nauchnoj redaktsiej A. A. Borisova, Moscow, KURS, 2018, 190 p. (in Russian).
8. **Kondrashin A. A., Lyamin A. N., Sleptsov V. V.** Sovremennyye tekhnologii izgotovleniya tryokhmernykh elektronnykh ustrojstv, Uchebnoje posobie, Izd. 2, ispr. i dop. Moscow, Tekhnosfera, 2019, 210 p. (in Russian).
9. **Baronov A. A., Shadskiy V. A.** Osobennosti projektirovaniya geterodina s petloy FAPCH Ku-diapazona, *Elektronnaya tekhnika. Seriya 3. Mikroelektronika*, 2015, iss. 4 (160), pp. 18–22 (in Russian).
10. **Samokhin S. A., Goryunov I. V., Iovdalskiy V. A., Tereshkin E. V., Fyodorov N. A.** Malogabaritnyy opornyy SVCH-generator na koaxialnom rezonatore, *Elektronnaya tekhnika. Ser. 1. SVCH-tekhnika*, 2019, iss. 2 (541), pp. 58–66 (in Russian).
11. **Patent RF #2750860** na izobretenije, MPK H 01L 21/00, 23/00, prioritet 21.09.2020. // Gibridnaja integralnaja skhema SVCH-diapazona. S. A. Samokhin, I. V. Goryunov, V. A. Iovdalskiy, E. V. Tereshkin (in Russian).
12. **Kolomin V. N., Rybkin V. N., Iovdalskiy V. A., Sokolov A. I.** Dielektricheskije resonatory dlja izdelij elektronnoy tekhniki SVCH-diapazona, Uchebnoje posobie. Pod nauchnoj redaktsiej S. V. Shcherbakova, Moscow, KURS, 2021, 150 p. (in Russian).
13. **Goryunov I. V., Iovdalskiy V. A., Fyodorov N. A., Tereshkin E. V., Medyankova E. V.** Uluchsheniye elektricheskikh kharakteristik GIS SVCH-diapazona generatornogo modulja, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2022, vol. 24, no. 5, pp. 223–229. DOI: 10.17587/nmst.24.223-229 (in Russian).
14. **Chenakin A.** Phazovyje shumy v SVCH-generatorakh. Metody resheniya problemy, *Elektronika NTB*, 2011, no. 4, pp. 52–61 (in Russian).
15. **Andrianov A. V., Zikiy A. N., Pustovalov A. I.** Modelirovaniye i eksperimentalnoje issledovaniye traktovogo filtra na vstrechnykh sterzhnjakh, *Inzhenernyj vestnik Dona*, 2016, no. 4, pp. 1–7 (in Russian).
16. **Tyurnev V. V.** Teorija tsepej SVCH: uchebnoje posobie, Krasnojarsk, IPTZ KGTU, 2003, 194 p. (in Russian).
17. **Patent RF #2777532** na izobretenije, MPK H 01L 27/12, prioritet 07 sentjabrja 2021. Registratsija v gosreestre izobretenij 5 avgusta 2022. / Gibridnaja integralnaja skhema SVCH-diapazona, Goryunov I. V., Iovdalskiy V. A., Tereshkin E. V., Fyodorov N. A. (in Russian).
18. **Patent RF #2778281** na izobretenije, MPK H 01L 27/12, prioritet 26 oktjabrja 2021. Registratsija v gosreestre izobretenij 17 avgusta 2022. / Gibridnaja integralnaja skhema SVCH-diapazona, Goryunov I. V., Iovdalskiy V. A., Tereshkin E. V., Fyodorov N. A. (in Russian).



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

УДК 621.3.049.77

DOI: 10.17587/nmst.25.113-119

**М. Ф. Панов**, канд. физ-мат. наук, доц., 19\_panov\_59@mail.ru, **В. В. Лучинин**, д-р техн. наук, проф., smid\_leti@mail.ru

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ"

## ОПЕРАТИВНЫЙ КОНТРОЛЬ ПОДЛОЖЕК И ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ КАРБИДА КРЕМНИЯ И АЛМАЗА МЕТОДАМИ ИК СПЕКТРОСКОПИИ

Поступила в редакцию 19.01.2023

*Представлен комплекс эффективных оперативных методов постростового определения кинетических параметров носителей заряда и концентрации примеси в карбидокремниевых и алмазных подложках и эпитаксиальных слоях, а также толщины слоев, путем анализа спектров инфракрасного отражения и поглощения.*

**Ключевые слова:** слой, подложка, толщина, карбид кремния, алмаз, ИК спектроскопия, электрофизические параметры

### Введение

В индустрии широкозонных полупроводниковых материалов "с критической миссией" доминирующими являются материаловедческие вопросы, связанные с ключевыми процессами роста объемных монокристаллов и формированием на их основе подложек и эпитаксиальных структур с требуемыми электрофизическими параметрами. Характеризация карбидокремниевых и алмазных подложек и слоев требует современных методических подходов к оперативному контролю полуфабрикатов карбидокремниевой и алмазной полупроводниковой индустрии [1–4]. Целью данной работы является представление эффективных и оперативных оптических методик контроля параметров подложек и эпитаксиальных структур широкозонных полупроводниковых материалов карбида кремния и алмаза, включая концентрацию и подвижность носителей, а также толщину слоев. Исследования полуфабрикатов карбидокремниевой и алмазной полупроводниковой электроники в настоящей работе объединены возможностями, которые предоставляет единая методика — инфракрасная (ИК) спектроскопия отражения и пропускания. Представленные результаты получены с использованием ИК Фурье-спектрометра Niko-

let-6700. Объектами исследований были образцы, полученные в СПбГЭТУ "ЛЭТИ", а также алмазные подложки и эпитаксиальные структуры, предоставленные НПК "Алмаз" (г. Сестрорецк).

### Определение кинетических параметров носителей заряда в карбидокремниевых подложках методом анализа ИК спектра отражения

Область спектра ИК отражения карбида кремния, представляющая средний и дальний ИК диапазон ( $100 \dots 2600 \text{ см}^{-1}$ ), включает область аномальной дисперсии, в которой расположены полосы взаимодействия фотонов с фононами кристаллической решетки и коллективными колебаниями свободных носителей заряда плазмонами. Теоретическая диэлектрическая функция, своей частотной зависимостью определяющая коэффициент отражения подложки или структуры со слоем, включает в качестве параметров концентрацию носителей заряда и их подвижность. Поэтому моделирование ИК спектра отражения в данной работе позволяет проводить определение численных значений параметров носителей заряда.

Для определения концентрации достаточной информативностью обладает диапазон аномальной

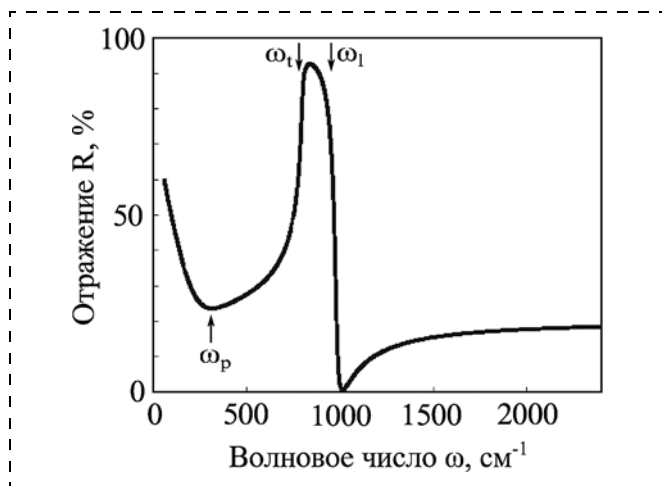


Рис. 1. Общий вид спектра коэффициента отражения SiC в области среднего и дальнего ИК диапазонов

дисперсии (рис. 1) — область дальнего и примыкающая к нему область среднего ИК диапазонов.

Область 800...1500 см<sup>-1</sup> соответствует однофотонному взаимодействию (резонансу) фотонов с кристаллической решеткой, главным фактором которого является рассеяние энергии на оптических фононах. Особенностью данного спектрального диапазона является область от  $\omega_l$  до  $\omega_p$ , отмеченная максимальным изменением коэффициента отражения — почти от 0 до 100 % [5]. Длинноволновый край исследованной части спектра — 60...800 см<sup>-1</sup> (дальний ИК) — является областью плазмонного резонанса и характеризуется поглощением фотонов на коллективных колебаниях свободных носителей заряда. Спектр отражения материала позволяет определить параметры плазмонного резонанса, которые численно связаны с концентрацией и подвижностью носителей.

В настоящей работе метод ИК спектроскопии отражения сопряжен с последующим моделированием спектров, которое позволяет получить значения параметров, характеризующих плазмонный резонанс. Поскольку области однофотонного и плазмонного резонансов смыкаются вблизи 800 см<sup>-1</sup>, и форму спектра отражения в диапазоне 800...1500 см<sup>-1</sup> определяют оба этих эффекта, моделирование спектра осуществлялось с учетом их обоих.

Расчетный спектр коэффициента отражения строился с использованием диэлектрической функции, аддитивно учитывающей реакцию как колебаний решетки (однофотонное поглощение), так и свободных носителей заряда (плазмонное поглощение), на взаимодействие с фотонами [6]:

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_{\infty} \left( \frac{\omega_l^2 - \omega^2 + i\gamma_l}{\omega_t^2 - \omega^2 + i\gamma_t} - \frac{\omega_p^2}{\omega(\omega + i\gamma_p)} \right), \quad (1)$$

где  $\varepsilon_{\infty}$  — высокочастотная диэлектрическая проницаемость;  $\omega$  — частота;  $\omega_l$  и  $\omega_t$  — частоты соответственно продольных и поперечных оптических фононов;  $\gamma_l$  и  $\gamma_t$  — коэффициенты затухания соответственно продольных и поперечных фононов;  $\omega_p$  — частота плазмонного резонанса;  $\gamma_p$  — коэффициент затухания плазмонов (все параметры, кроме безразмерного  $\varepsilon_{\infty}$ , имеют размерность см<sup>-1</sup>). Энергетический коэффициент отражения при нормальном падении света из воздуха имеет вид

$$R(\omega) = \left| \frac{n(\omega) - 1}{n(\omega) + 1} \right|^2 = \frac{[\operatorname{Re}(\sqrt{\varepsilon(\omega)}) - 1]^2 + [\operatorname{Im}(\sqrt{\varepsilon(\omega)})]^2}{[\operatorname{Re}(\sqrt{\varepsilon(\omega)}) + 1]^2 + [\operatorname{Im}(\sqrt{\varepsilon(\omega)})]^2}. \quad (2)$$

Расчет спектра отражения структуры "подложка — эпитаксиальный слой" включает определение двух диэлектрических функций — для подложки  $\varepsilon_1(\omega)$  и для эпитаксиального слоя  $\varepsilon_2(\omega)$ , а также коэффициентов отражения Френеля на границах воздух — эпитаксиальный слой ( $r_1$ ) и эпитаксиальный слой — подложка ( $r_2$ ) [7]:

$$R(\omega) = \left| \frac{r_1(\omega) + r_2(\omega)}{1 + r_1(\omega)r_2(\omega)e^{i2\delta(\omega)}} \right|^2, \quad (3)$$

где

$$r_1(\omega) = \frac{\sqrt{\varepsilon_2(\omega)} - 1}{\sqrt{\varepsilon_2(\omega)} + 1} \text{ и } r_2(\omega) = \frac{\sqrt{\varepsilon_1(\omega)} - \sqrt{\varepsilon_2(\omega)}}{\sqrt{\varepsilon_1(\omega)} + \sqrt{\varepsilon_2(\omega)}}, \quad (4)$$

а  $\delta(\omega)$  — обуславливающий спектральную интерференцию фазовый сдвиг в слое ("фазовая толщина слоя"), определяемый как  $\delta(\omega) = 2\pi d\omega\sqrt{\varepsilon_2(\omega)}$ , где  $d$  — толщина слоя.

Частота плазмонного резонанса связана с концентрацией  $n$  свободных электронов соотношением [6]

$$n = \frac{\omega_p'^2 \varepsilon_0 \varepsilon_{\infty} m^*}{e^2}, \quad (5)$$

где  $\omega' = 2\pi c/\lambda = 2\pi c\omega$ ;  $m^*$  — эффективная масса электрона. Коэффициент затухания плазмонов  $\gamma_p$  связан с их подвижностью формулой

$$\mu = \frac{e}{m^* \gamma_p}. \quad (6)$$

Значения параметров  $\omega_p$ ,  $\omega_p'$ ,  $\varepsilon_{\infty}$ ,  $\varepsilon_0$ ,  $e$ ,  $m^*$  не связаны с кинетическими параметрами носителей заряда. Для политипа 4Н карбида кремния были использованы следующие их значения [8]:  $\varepsilon_{\infty} = 6,78$ ;  $\omega_t = 797$  см<sup>-1</sup>;  $\omega_l = 966,4$  см<sup>-1</sup>;  $m^* = 0,29m_0$ ,  $m_0$  — масса электрона.

Значения других параметров —  $\omega_p$ ,  $\gamma_p$ ,  $\gamma_l$ ,  $\gamma_t$  зависят как от политипа карбида кремния, так и от

концентрации и подвижности свободных носителей заряда. Определение значений их как подгонных параметров позволяет добиться наилучшей аппроксимации спектра отражения расчетной зависимостью. Параметры  $\gamma_i$ ,  $\gamma_p$  влияют на высоту и форму пика в области 800...1000  $\text{см}^{-1}$ . А концентрация и подвижность свободных носителей связаны с параметрами  $\omega_p$ ,  $\gamma_p$ , которые наиболее всего определяют форму спектра отражения в области плазмонного резонанса — 60...800  $\text{см}^{-1}$ .

Аппроксимацию (моделирование) экспериментальных спектров теоретической зависимостью осуществляли путем подбора значений параметров  $\omega_p$ ,  $\gamma_p$ ,  $\gamma_i$ ,  $\gamma_r$ , которые обеспечивали наименьшую суммарную квадратичную разность между точками экспериментальных и расчетных спектров.

Результаты численного моделирования спектра отражения для 4Н-SiC *n*-типа для образцов с разными порядками концентраций электронов представлены на рис. 2, а, б. Там же приведены и адаптированные для экспериментальных спектров параметры, а также рассчитанные по формулам (5) и (6) значения  $n$  и  $\mu$ .

Расчетные зависимости имеют хорошее совпадение с экспериментальными. Наблюдаемые в длинноволновой области шумы связаны с пониженным соотношением сигнал—шум на границе рабочего диапазона спектрометра.

Порядок концентрации основных носителей заряда, рассчитанный для подложки 2 по порядку значения совпадает со значением, экспериментально полученным методом эффекта Холла для аналогичной подложки.

Определенные в данной работе пары значений концентрации и подвижности электронов в карбиде кремния политипа 4Н коррелируют с экспериментальными зависимостями подвижности от концентрации для этого материала, приведенными в работе [9].

Спектры отражения пластины карбида кремния, характеризующейся политипизмом, для участков 4Н и 6Н проявили совпадение в областях фоновонного резонанса, но имели различное спектральное положение и форму плазмонного минимума. Определенные по описанной выше методике концентрации свободных носителей составили соответственно  $n_{6Н} = 1,06 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ,  $n_{4Н} = 2,69 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ . В предположении о равном вхождении атомов примеси в оба политипа получение большей концентрации электронов в политипе 4Н, чем в политипе 6Н, выглядит логичным, поскольку известна меньшая глубина залегания примесного уровня азота в политипе 4Н, чем в политипе 6Н.

Метод аппроксимации позволяет осуществлять контроль параметров также и карбидокремниевых структур с эпитаксиальным слоем. Число одновременно определяемых кинетических параметров

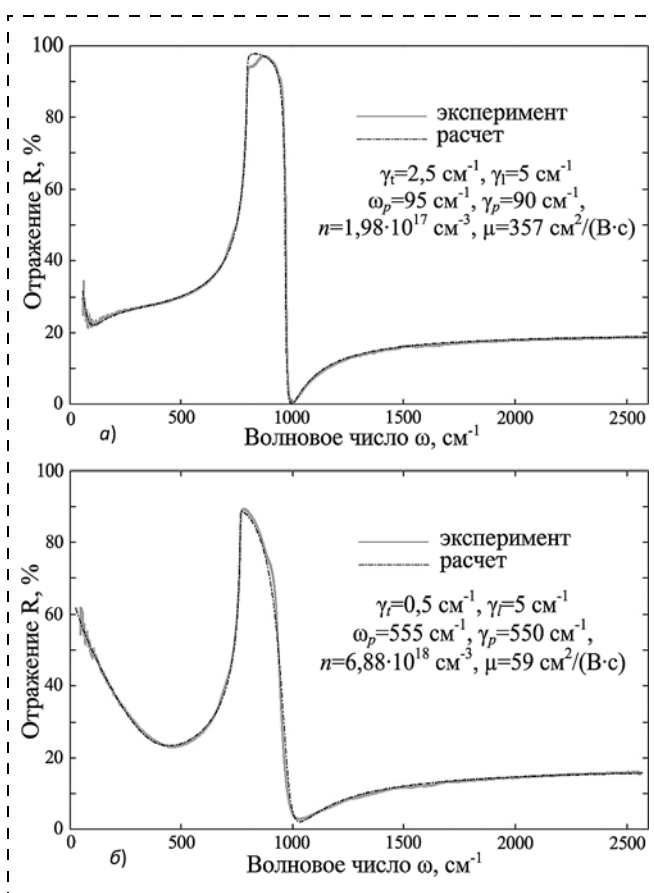


Рис. 2. Аппроксимация спектра отражения карбида кремния с низкой (а) и высокой (б) концентрацией носителей заряда

при этом возрастает вдвое. Но благодаря спектральной интерференции, создаваемой в связи с наличием границы сред, имеющих разную проводимость [10], существует возможность определения и толщины слоя. На рис. 3, а, б приведены экспериментальные спектры отражения для однослойных карбидокремниевых структур с эпитаксиальным слоем, а также расчетные спектры аппроксимации и адаптированные значения параметров структур. Определенные в результате аппроксимации толщины слоев  $d$  оказались равными соответственно 24,5 и 7,5 мкм. (Технологическая толщина для толстого слоя не отличается от определенной из спектра, а для тонкого слоя она составляет 7,55 мкм.) Небольшое несовпадение формы смоделированного и экспериментального спектров структур со слоем может быть обусловлено, например, неучетом трудно контролируемых параметров границы слой—подложка.

#### Анализ эпитаксиальных слоев алмаза, легированных бором

Бор в алмазе является акцепторным центром. Количественное определение концентрации акцеп-

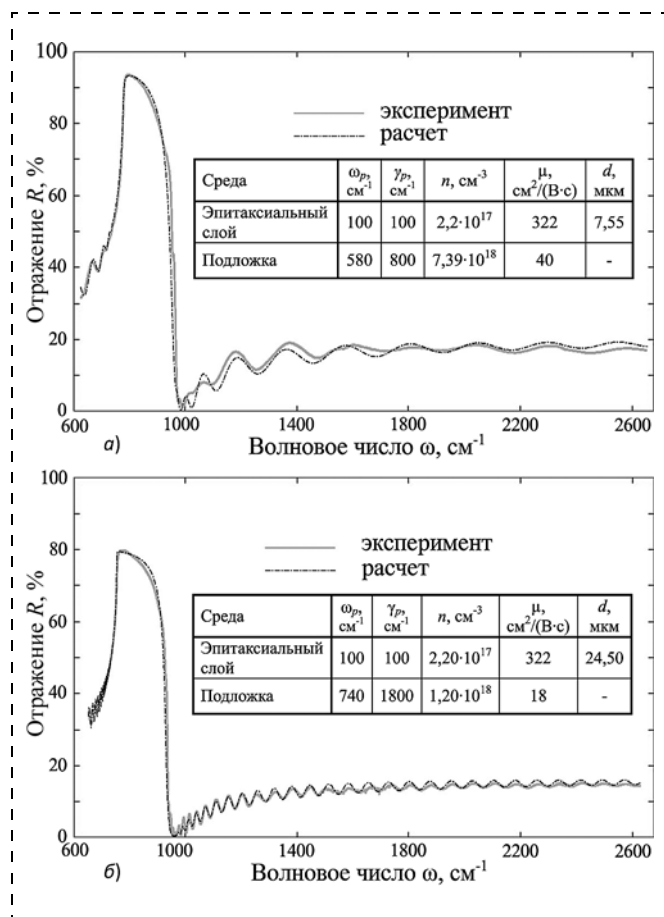


Рис. 3. Аппроксимация спектра отражения карбидокремневой  $n^+ - n$  структуры с различной толщиной эпитаксиального слоя

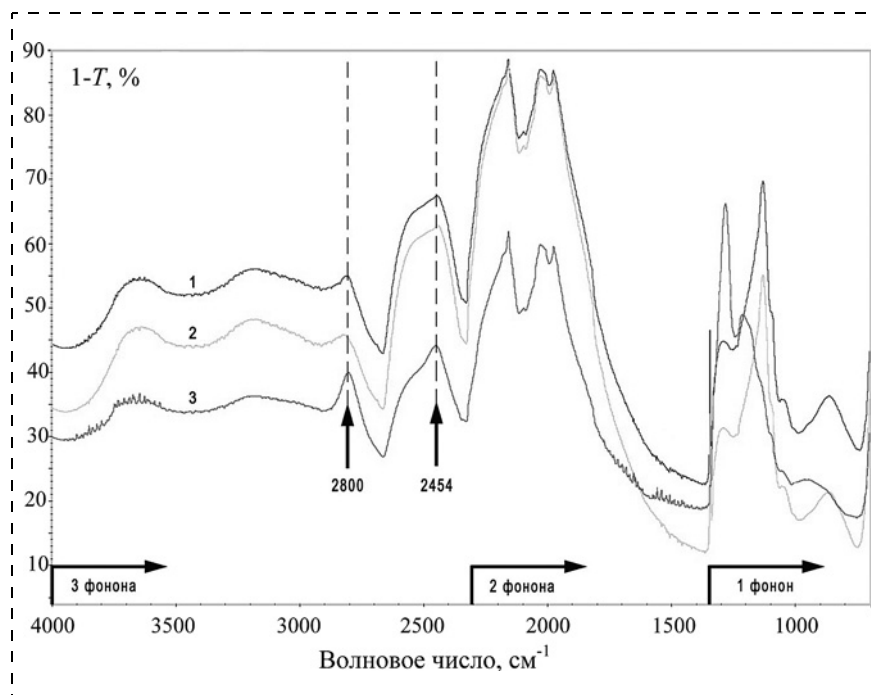


Рис. 4. Спектры непропускания структур 1—3

торов в полупроводниковом алмазе уже некоторое время изучается такими методами [11], как эффект Холла (непрямой и контактный метод), дифференциальная емкость барьера Шоттки (контактный метод исследования приконтактной области), масс-спектрометрия вторичных ионов, ядерный микроанализ (исследование приконтактной области), спектроскопия катодолуминесценции (проводится при криогенных температурах). В настоящей работе применен наиболее оперативный бесконтактный метод — спектроскопия ИК поглощения. Спектры непропускания структур "нелегированная подложка (толщиной 0,5 мм) — эпитаксиальный слой с примесью бора" в области  $700 \dots 4000 \text{ см}^{-1}$  представлены для трех образцов на рис. 4. В спектре ближнего и среднего ИК поглощения наблюдаются области, связанные с взаимодействием фотонов с кристаллической решеткой — области одно-, двух- и трехфононного поглощения в алмазе. Приведенные ниже спектры и их особенности проявились достаточно отчетливо; на соответствующих двух участках видна естественная зашумленность, обусловленная поглощением на парах воды атмосферы.

В спектрах отражения (характерный вид для образца 1 приведен на рис. 5), определенных на малых участках слоя и характеризующихся практически не изменяющейся толщиной слоя, достаточно отчетливо проявилась спектральная интерференция в слое.

Бор дает ряд характерных полос в ИК спектре поглощения алмаза при комнатной температуре.

Полосы  $2800$  и  $2454 \text{ см}^{-1}$  (см. рис. 4) обусловлены электронными переходами из основного состояния в возбужденное состояние акцепторного центра. Полоса при  $1290 \text{ см}^{-1}$  относительно слаба и находится в дефектно-индуцированной однофононной области. Используемая в настоящем исследовании полоса при  $2800 \text{ см}^{-1}$  представляет собой огибающую нескольких пиков поглощения, которые вызваны переходами на акцепторе боре [11]. Эта полоса наиболее удобна для определения интенсивности пика, так как находится в области достаточно ровного участка спектра решеточного поглощения, что облегчает определение абсолютной высоты пика.

Способ определения периода интерференции показан на рис. 5. Расчет толщины слоя



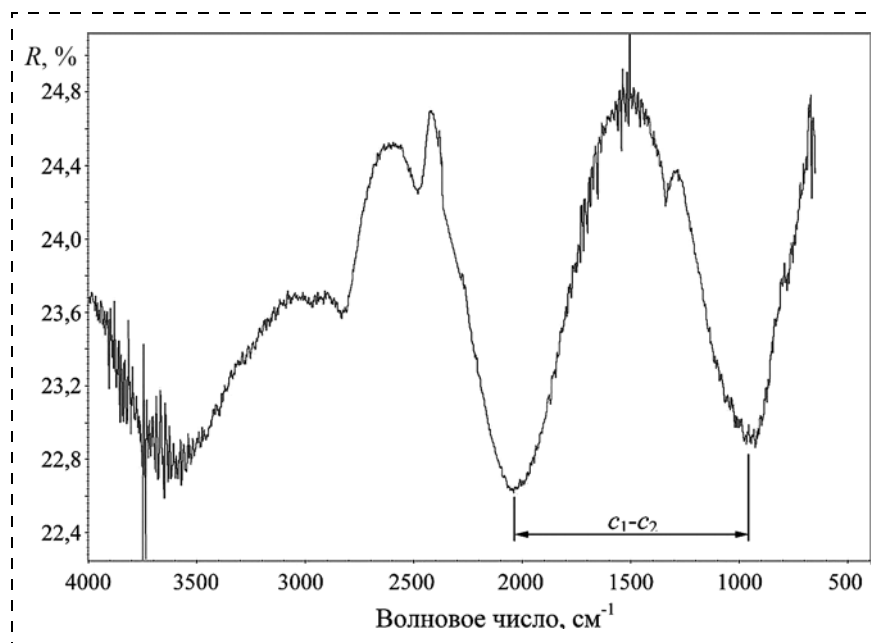


Рис. 5. Спектр отражения структуры 1

проводили по формуле  $d = \frac{1}{n} \frac{1}{2|c_1 - c_2|}$  [12], где  $n_{\text{diam}} \approx 2,4$  — показатель преломления алмаза [8]. Расчеты толщин слоев дали значения, представленные в таблице.

Примесь бора в алмазе является поглощающим центром. В связи с этим по интенсивности данной линии поглощения можно оценить концентрацию бора в алмазе. Для этой оценки используют существующую экспериментальную калибровочную зависимость, связывающую интенсивность пика бора в спектре коэффициента поглощения  $\Delta\alpha$  с концентрацией бора [13]:

$$N_B = 0,035 \cdot \Delta\alpha \cdot 1,77 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}. \quad (7)$$

По экспериментально измеренной интенсивности пика непропускания (см. рис. 4) можно определить интенсивность пика коэффициента поглощения. Действительно, связь между коэффициентом поглощения  $\alpha$  и коэффициентами отражения  $R$  и пропускания  $T$  имеет следующий вид:

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \left( \frac{(1-R)^2}{T} \right), \quad (8)$$

#### Результаты расчета концентрации бора в алмазе по данным экспериментальных спектров непропускания

Образец	$Y_1$	$Y_0$	$d$ , мкм	$N_B$ , $\text{см}^{-3}$
1	0,550	0,503	2,06	$4,0 \cdot 10^{18}$
2	0,453	0,411	2,11	$2,9 \cdot 10^{18}$
3	0,397	0,321	2,71	$2,3 \cdot 10^{18}$

где  $d$  — толщина исследуемого образца;  $R$  — коэффициент отражения границы воздух—алмаз. Значение  $\Delta\alpha$  равно разнице коэффициентов поглощения в области пика ( $\alpha_1$ ) и уровня основания пика ( $\alpha_0$ ), т. е.  $\Delta\alpha = \alpha_1 - \alpha_0$ . Учитывая, что  $T = 1 - Y$ , где  $Y$  — экспериментально измеренное непропускание, с использованием формулы (8) можно записать:

$$\Delta\alpha = \frac{1}{d} \ln \left( \frac{(1-R)^2}{1-Y_1} \right) - \frac{1}{d} \ln \left( \frac{(1-R)^2}{1-Y_0} \right), \quad (9)$$

где  $Y_1$  и  $Y_0$  — соответственно непропускание в области пика поглощения и в области его основания. Преобразование выражения (9) дает рабочее соотношение:

$$\Delta\alpha = \frac{1}{d} \ln \left( \frac{1-Y_0}{1-Y_1} \right). \quad (10)$$

В связи с тем, что спектр непропускания промодулирован интерференционной зависимостью, интенсивность пика непропускания определяли после предварительной операции выравнивания уровня в области данного пика.

С использованием экспериментальных данных (см. рис. 4), формулы (10) и калибровочной зависимости (7) получены данные по концентрации примеси бора в образцах 1—3, представленные в таблице.

#### Заключение

В рамках единой оптической бесконтактной методики — ИК спектроскопии среднего и дальнего диапазонов — разработаны и продемонстрированы бесконтактные и оперативные методики определения важнейших электрофизических параметров широкозонных полупроводников карбида кремния и алмаза. Концентрация и подвижность носителей заряда в подложках карбида кремния и эпитаксиальных слоях, а также толщины слоев определены методом моделирования спектра коэффициента отражения в области фонон-плазмонного резонанса. Концентрация примеси бора в алмазном слое определена по данным о значении пика примесного поглощения и периода спектральной интерференции.

## Список литературы

1. Лучинин В. В., Таиров Ю. М. Карбид кремния — алмазоподобный материал с управляемыми наноструктурно-зависимыми свойствами // Наноиндустрия. 2010. Вып. 1. С. 36—40.
2. Лучинин В. В. Отечественная экстремальная ЭКБ: карбидокремниевая индустрия СПбГЭТУ "ЛЭТИ" // Наноиндустрия. 2016. Вып. 4. С. 40—50.
3. Лучинин В. В. Национальные технологические приоритеты. Алмазная экстремальная электроника // Наноиндустрия. 2018. Т. 11. № 2 (81). С. 156—169.
4. Лучинин В. В., Колядин А. В., Машинский К. А. Алмазная индустрия — российский инновационный вызов // Инновации. 2020. № 4 (258). С. 3—9.
5. Уханов Ю. И. Оптические свойства полупроводников. М.: Наука, 1977. 368 с.
6. Narita K., Hijikata Y., Yaguchi H., Yoshida S., Nakashima S. Characterization of Carrier Concentration and Mobility in n-type SiC Wafers Using Infrared Reflectance Spectroscopy // Japanese Journal of Applied Physics. 2004. Vol. 43. No. 8A. P. 5151—5156.
7. Пшеницын В. И., Абаев М. И., Лызлов Н. Ю. Эллипсометрия в физико-химических исследованиях. Ленинград: Химия, 1986. 152 с.
8. Handbook of optical constants of solids / Ed. Palik E. D. — San Diego: Academic, 1998. 999 p.
9. Kimoto T., Cooper J. A. Fundamentals of silicon carbide technology: growth, characterization, devices and applications. — John Wiley & Sons, 2014. 555 p.
10. Панов М. Ф., Растегаев В. П., Корлякова С. А. Спектральная интерференция в карбидокремниевой  $n^-n^+$ -структуре // Журнал технической физики. 2014. Т. 84, Вып. 8. С. 151—153.
11. Howell D., Collinse A. T., Loudinf L. C. et al. Automated FTIR mapping of boron distribution in diamond // Diamond & Related Materials. 2019. Vol. 96. P. 207—215.
12. Батавин В. В., Концевой Ю. А., Федорович Ю. В. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур. М.: Радио и связь, 1985. 264 с.
13. Optical Engineering of Diamond / Eds. Rich P. Mildren and James R. Rabeau. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2013. 546 p.

**M. F. Panov**, Associate Professor, 19\_panov\_59@mail.ru

**V. V. Luchinin**, Professor, cmid\_leti@mail.ru

St. Petersburg State Electrotechnical University "LETI" named after V. I. Ulyanov (Lenin),  
St. Petersburg, 197022, Russian Federation

*Corresponding author:*

**Mikhail F. Panov**, Associate Professor, St. Petersburg State Electrotechnical University "LETI" named after V. I. Ulyanov (Lenin), St. Petersburg, 197022, Russian Federation

E-mail: 19\_panov\_59@mail.ru,

## Operational Control of Substrates and Epitaxial Layers of Silicon Carbide and Diamond by IR Spectroscopy

*Received on January 19, 2023*

*Accepted on February 06, 2023*

*A set of efficient operational methods for post-growth determination of the kinetic parameters of charge carriers and impurity concentration in silicon carbide and diamond substrates and epitaxial layers, as well as layer thicknesses, by analyzing infrared (IR) reflection and absorption spectra, is presented.*

**Keywords:** layer, substrate, thickness, silicon carbide, diamond, IR spectroscopy, electrophysical parameters

*For citation:*

**Panov M. F., Luchinin V. V.** Operational Control of Substrates and Epitaxial Layers of Silicon Carbide and Diamond by IR Spectroscopy, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2023, vol. 25, no. 3, pp. 113—119.

DOI: 10.17587/nmst.25.113-119

## References

1. Luchinin V. V., Tairov Ju. M. Karbid kremnija — almazopodobnyj material s upravljajemyimi nanostrukturno-zavisimymi svojstvami, *Nanoidustriya*, 2010, no. 1, pp. 36—40 (in Russian).
2. Luchinin V. V. Otechestvennaja jekstremal'naja JeKB: karbidokremnievaja indusrija SPbETU "LETI", *Nanoidustriya*, 2016, no. 4, pp. 40—50 (in Russian).
3. Luchinin V. V. National technological priorities. Diamond extreme electronics, *Nanoidustriya*, 2018, vol. 11, no. 2 (81), pp. 156—169 (in Russian).
4. Luchinin V. V., Koljadin A. V., Mashinskij K. A. Almaznaja indusrija — rossijskij innovacionnyj vyzov, *Innovacii*, 2020, no. 4 (258), pp. 3—9 (in Russian).
5. Uhanov Ju. I. Opticheskie svojstva poluprovodnikov. Moscow, Nauka, 1977. 368 p. (in Russian).
6. Narita K., Hijikata Y., Yaguchi H., Yoshida S., Nakashima S. Characterization of Carrier Concentration and Mobility in

n-type SiC Wafers Using Infrared Reflectance Spectroscopy, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2004, vol. 43, no. 8A, pp. 5151–5156.

7. **Pshenitsyn V. I., Abaev M. I., Lyzlov N. Ju.** Jellipsometrija v fiziko-himicheskih issledovanijah, Leningrad, Himija, 1986, 152 p. (in Russian).

8. **Handbook** of optical constants of solids / Ed. Palik E. D. San Diego, Academic, 1998, 999 p.

9. **Kimoto T., Cooper J. A.** Fundamentals of silicon carbide technology: growth, characterization, devices and applications. John Wiley & Sons, 2014, 555 p.

10. **Panov M. F., Rastegaev V. P., Korljakova S. A.** Spektral'naja interferencija v karbidokremnievoj  $n^+-n^+$ -strukture, *Technical Physics*, 2014, vol. 84, no. 8, pp. 151–153 (in Russian).

11. **Howell D., Collinse A. T., L. Loudinf C.** et al. Automated FTIR mapping of boron distribution in diamond, *Diamond & Related Materials*, 2019, vol. 96, pp. 207–215.

12. **Batavin V. V., Koncevoj Ju. A., Fedorovich Ju. V.** Izmenenie parametrov poluprovodnikovyh materialov i struktur, Moscow, Radio i svjaz', 1985, 264 p.

13. **Optical Engineering of Diamond** / Ed. Rich P. Mildren and James R. Rabeau. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2013, 546 p.

УДК 537.624, 537.622.4, 537.623

DOI: 10.17587/nmst.25.119-123

**Д. В. Васильев**, нач. лаб., e-mail: D.Vasilyev@tcen.ru, **Д. В. Костюк**, нач. лаб., e-mail: D.Kostyuk@tcen.ru, **Ю. В. Казаков**, науч. сотр., e-mail: madvcat@gmail.com, **С. И. Касаткин**, д-р. техн. наук, гл. науч. сотр., e-mail: kasatkin14@mail.ru, **В. В. Амеличев**, канд. техн. наук, нач. отд., e-mail: avv@tcen.ru, **Е. П. Орлов**, ст. науч. сотр., e-mail: E.Orlov@tcen.ru, **Е. Е. Макарова**, мл. науч. сотр., e-mail: E.Makarova@tcen.ru  
Федеральное государственное бюджетное научное учреждение "Научно-производственный комплекс "Технологический центр" (НПК "Технологический центр"), 124498, г. Москва, Зеленоград

## ИССЛЕДОВАНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АНТИФЕРРОМАГНИТНЫХ НАНОСТРУКТУР НА ОСНОВЕ CoFeB/Ru/CoFe

Поступила в редакцию 15.03.2023

Получены характеристики синтетических антиферромагнитных (САФ) наноструктур CoFeB/Ru/CoFe с толщиной слоя Ru, соответствующей второму антиферромагнитному максимуму. Исследованы кривые перемангничивания САФ структур с толщиной Ru 2,1 нм; 2,3 нм и 2,5 нм. Представлены кривые перемангничивания структур CoFeB/Ru/CoFe в условиях их фиксации антиферромагнитным слоем. Кроме того, приведены кривые перемангничивания спин-туннельных магниторезистивных наноструктур с антиферромагнитным слоем и САФ структурой, также проведен анализ термостабильности структур с САФ.

**Ключевые слова:** спин-туннельный магниторезистивный, синтетический антиферромагнетик, обменное взаимодействие, перемангничивание, ферромагнитный, немагнитный, преобразователь магнитного поля, магниторезистивная память

### Введение

Замена антиферромагнитного (АФ) слоя в спиновых переходах синтетическим антиферромагнетиком (САФ) обусловлена необходимостью устранения магнитостатического взаимодействия в наноструктурах. В САФ два ферромагнитных (ФМ) слоя, разделенных тонкой пленкой немагнитного металла (НМ), связаны обменным взаимодействием, поэтому в спиновых переходах с САФ магнитостатические поля малы и не влияют на ФМ свободный слой. Взаимодействие между ФМ слоями в САФ носит осциллирующий характер в зависимости от толщины слоя немагнитного металла и описывается теорией обменного взаимодействия

Рудермана — Киттеля — Касуя — Иосиды (РККИ-взаимодействия) [1, 2]. При этом имеется возможность реализовать структуры с антипараллельным состоянием ФМ слоев. Такие структуры обладают рядом уникальных свойств и находят применение в спинтронике как при разработке элементов магниторезистивной памяти с произвольным доступом (MRAM — *magnetoresistive random-access memory*) [3], так и в преобразователях магнитного поля [4–6]. Спин-туннельные переходы (СТП) в составе MRAM должны сохранять свои свойства при высокотемпературной обработке в процессе производства интегральных схем, в которых интегрированы СТП.

В зависимости от расстояния между атомами ФМ сила взаимодействия может быть положительной, обеспечивая ФМ связь, или отрицательной, при этом для атомов характерно АФ взаимодействие [7]. Наиболее сильно связаны ФМ слои при толщине слоя НМ, соответствующей первому антиферромагнитному максимуму. Для САФ наноструктуры, где в качестве немагнитного металла используется рутений (Ru), область толщин, соответствующих первому максимуму составляет 0,7...0,9 нм [8], что накладывает достаточно жесткие требования на шероховатость поверхности и технологический процесс формирования наноструктур. В работе [9] проводили исследования СТП с наноструктурой Ta/Ru/Ta/NiFe/IrMn/фиксированный слой/MgO/CoFeB/Ta/Ru, где фиксированный слой представлен CoFe или CoFe/Ru(*t*)/CoFeB, толщина Ru варьировалась от 0,67 до 2,8 нм. При толщине слоя НМ менее 1,5 нм наблюдали изменение поля обменного смещения от положительного значения к отрицательному с увеличением температуры термомагнитной обработки (ТМО). Температурная нестабильность САФ с толщиной слоя НМ менее 1,5 нм может быть объяснена увеличением площади сквозных пор (проколов) в слое Ru, что может приводить к увеличению доли ферромагнитной связи в САФ структуре и изменению знака поля обменного смещения. При температуре ТМО  $T_a = 270$  °C и 325 °C значительных изменений спин-туннельного магниторезистивного (СТМР) эффекта не наблюдается, в то время как для  $T_a = 425$  °C характерны резкое увеличение СТМР эффекта для толщин Ru от 0 до 1,5 нм и постепенный рост до максимального значения 361 % при толщине слоя НМ 2,5 нм, что соответствует второму АФ максимуму РККИ-взаимодействия.

Таким образом, наибольший практический интерес представляют САФ наноструктуры вида CoFeB/Ru/CoFe, в которых толщина слоя Ru совпадает с толщинами слоев, в которых наблюдается второй АФ максимум.

### Экспериментальные исследования

Экспериментальные образцы с наноструктурой Ta/CoFeB/Ru/CoFe/Ta были сформированы путем магнетронного напыления на кремниевых пластинах диаметром 100 мм при комнатной температуре. Пленки Ta в составе САФ наноструктуры необходимы для предотвращения окисления ФМ пленок. Ось легкого намагничивания (ОЛН) магнитных пленок задавалась за счет постоянного магнитного поля значением 20 Э в процессе напыления. Контроль магнитных параметров наноструктур осуществляли с помощью магнитной измерительной системы MESA-200 (Shb Instruments, США), наи-

большой интерес представляли кривые перемагничивания  $B(H)$ . Рис. 1 (см. третью сторону обложки) иллюстрирует петли перемагничивания наноструктуры Ta/CoFeB/Ru(*t*)/CoFe/Ta, где толщина Ru *t* составляла 2,1; 2,3; 2,5 нм при равном соотношении толщин ФМ слоев.

Как показывают формы кривых перемагничивания, в САФ наноструктурах с толщиной Ru 2,1 и 2,5 нм (рис. 1, см. третью сторону обложки) преобладает ФМ взаимодействие слоев. Для толщины Ru 2,3 нм форма кривой перемагничивания показывает антипараллельную ориентацию слоев, причем остаточная петля в области малых полей может быть объяснена как несбалансированностью суммарной индукции ФМ слоев, так и наличием ФМ взаимодействия, возможно, вследствие пор в слое рутения [9]. При увеличении толщины пленки CoFeB в два раза суммарная индукция ФМ слоев становится практически скомпенсированной, в результате чего САФ наноструктура становится сбалансированной и с большим значением индукции насыщения (рис. 2, см. третью сторону обложки). Увеличение наклона скомпенсированной наноструктуры связано с уменьшением полей перемагничивания этой наноструктуры.

Проведено исследование влияния ТМО на свойства САФ наноструктуры (рис. 3, см. четвертую сторону обложки). ТМО наноструктур осуществляли в составе пластин при воздействии постоянного магнитного поля напряженностью 500 Э при температуре 300 °C. Характер взаимодействия ФМ слоев не изменился: произошло несущественное увеличение коэрцитивной силы слоев вследствие кристаллизации аморфного слоя после напыления слоя CoFeB [10, 11], также на 20 % возросло поле магнитного насыщения САФ наноструктуры.

Для создания спинтронных устройств на основе СТМР наноструктур необходимо фиксировать один из ФМ слоев, что достигается за счет эффекта обменного смещения. Данный эффект возникает вследствие обменного взаимодействия между АФ и ФМ слоями на границе их раздела, в результате петля перемагничивания ФМ пленок сдвигается. Сочетание обменного смещения и РККИ-взаимодействия позволяет создавать наноструктуру с САФ и фиксированным ФМ слоем с минимальным суммарным магнитным моментом, что является важным требованием при создании преобразователей магнитного поля и ячеек MRAM на основе СТМР наноструктур. Для создания обменного смещения САФ наноструктуры применяли АФ слой IrMn, в итоге, структура приняла вид: Ta/CoFeB(2*d*)/Ru(2,3 нм)/CoFe(*d*)/IrMn/Ta. В области малых магнитных полей перемагничивание пленок не происходило, обменное смещение фиксировало верхний ФМ слой, антиферромагнитно связанный с нижним ФМ слоем. Когда направле-



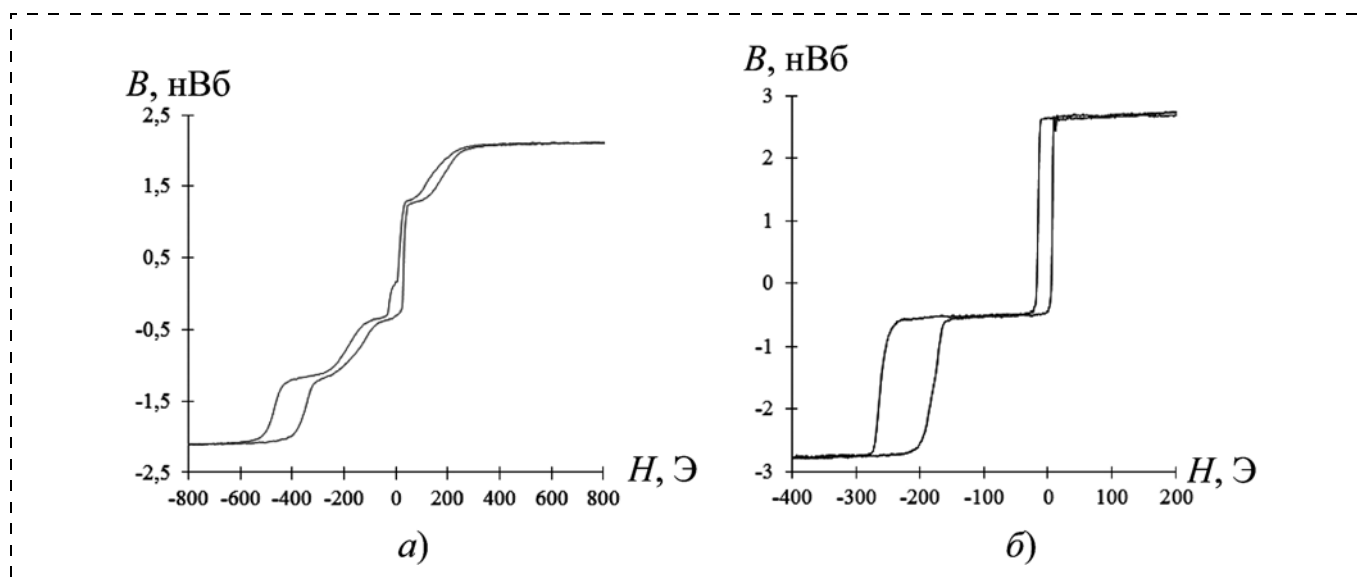


Рис. 5. Кривые перемангничивания наноструктур типа А (а) и Б (б)

ние внешнего магнитного поля совпадает с направлением фиксации, нужно разрушить только РККИ-взаимодействие ФМ пленок, при противоположном направлении измерительного магнитного поля преодолевается обменное смещение и РККИ-взаимодействие слоев, в результате чего петля перемангничивания имеет асимметричный вид (рис. 4, см. четвертую сторону обложки).

Полученные САФ наноструктуры с фиксацией ФМ слоя имеют практическую значимость и могут быть интегрированы в спиновые клапаны для создания магнитных спинтронных устройств. СТМР наноструктуры на основе структуры  $\text{CoFeB/MgO/CoFeB}$  обладают магниторезистивным (МР) эффектом более 600 % [12], но для достижения данных значений необходима ТМО структур при температуре 400...500 °С [13]. Как отмечалось выше, требуемой температурной стабильностью обладают САФ наноструктуры с толщиной Ru, соответствующей второму АФ максимуму. Сформированы тестовые образцы наноструктур типа А:  $\text{Ta/CoFe/CoFeB/MgO/CoFeB/Ru(2,3 нм)/CoFe/IrMn/Ta}$ , содержащих САФ структуру с толщиной Ru 2,3 нм, в дополнение для сравнительного анализа магнитных характеристик сформирована СТМР наноструктура без Ru типа Б:  $\text{Ta/CoFe/CoFeB/MgO/CoFeB/CoFe/IrMn/Ta}$ . На рис. 5 представлены результаты измерения магнитных характеристик СТМР наноструктур двух типов.

Кривая перемангничивания наноструктур типа А (рис. 5, а) имеет несколько выраженных участков перемангничивания фиксированного слоя, что говорит о неполноту взаимосвязанном и частично раздельном перемангничивании магнитных слоев

наноструктуры. Такой вид кривой перемангничивания возникает вследствие влияния магнитного момента свободного слоя на САФ структуру. Для наноструктуры типа Б (рис. 5, б) характерно смещение петли перемангничивания свободного слоя на 15...20 Э. Учитывая полученный результат, проведена корректировка толщин слоев структуры типа А: увеличена толщина Ru до 2,5 нм, изменены толщины ФМ слоев, кривая перемангничивания измененной структуры приведена на рис. 6.

Перемангничивание фиксированного слоя в направлении, противоположном фиксации, представлено одной петлей, петля перемангничивания свободного слоя симметрична относительно нулевых значений магнитного поля.

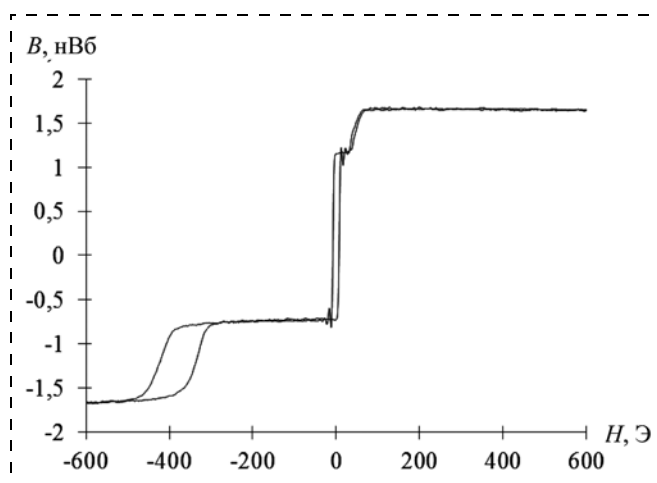


Рис. 6. Кривая перемангничивания наноструктуры  $\text{Ta/CoFe/CoFeB/MgO/CoFeB/Ru (2,5 нм)/CoFe/IrMn/Ta}$

Таким образом, САФ обеспечивает значительное снижение суммарного магнитного момента структуры с фиксированным ФМ слоем и термостабильность СТМР наноструктуры. Слой Ru способствует кристаллизации аморфного CoFeB в структуру, имеющую объемноцентрированную кубическую решетку (ОЦК) с ориентацией (001), что минимизирует несовпадение кристаллических решеток CoFeB и MgO и вносит вклад в увеличение МР эффекта за счет когерентного туннелирования электронов. Более того, Ru служит диффузионным барьером, препятствующим проникновению Mn из АФ слоя в туннельный барьер.

## Заключение

Исследования магнитных свойств САФ наноструктуры CoFeB/Ru/CoFe с толщиной слоя Ru, соответствующей второму АФ максимуму, показали перспективность ее применения в составе СТП за счет высокого МР эффекта и термостабильности наноструктур. Отсутствие смещения петли перемагничивания свободного слоя в области малых магнитных полей СТМР наноструктуры с САФ позволяет создавать массивы СТП для преобразователей магнитного поля, элементов ячеек микросхем MRAM и других спинтронных устройств, где основными требованиями являются высокое отношение сигнал/шум, малый ток потребления, стойкость к внешним воздействующим факторам. В настоящее время ведется работа по исследованию зависимостей  $R(H)$  полученных СТМР наноструктур с САФ.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках выполнения НИР "Теоретические и экспериментальные исследования спин-туннельных магниторезистивных наноструктур с синтетическим антиферромагнетиком для создания высокочувствительных преобразователей магнитного поля и элементов ячеек энергонезависимой магниторезистивной памяти", шифр FNRМ-2022-0010.*

1. Stöhr J., Siegmann H. C. Magnetism: From Fundamentals to Nanoscale Dynamics. Springer, 2006. 290 p.
2. Bruno P., Chappert C. Ruderman-Kittel theory of oscillatory interlayer exchange coupling // Physical review. 1992. Vol. 46, N. 1. 11 p.
3. Васильев Д. В., Амеличев В. В., Костюк Д. В., Казаков Ю. В., Низелко Е. Е., Крикунов А. И. Основные конструктивно-технологические особенности MRAM // Нано- и микросистемная техника. 2020. Т. 22, № 7. С. 353–361.
4. Liu Y. F., Yin X., Yang Y., Ewing D., De Rego P. J., & Liou S. H. Tunneling magnetoresistance sensors with different coupled free layers // AIP Advances. 2017. N. 7. P. 056666.
5. Amaral J., Pinto V., Costa T., Gaspar J., Ferreira R., Paz E., Freitas P. P. Integration of MgO-based sensors in Silicon needles for magnetic measurements of neurons // IEEE Trans. Magn. 2013. Vol. 49 (7). P. 3512–3515.
6. Васильев Д. В., Костюк Д. В., Орлов Е. П., Жуков Д. А., Казаков Ю. В., Амеличев В. В., Беляков П. А. Преобразователи магнитного поля на основе спин-туннельного магниторезистивного эффекта // Микроэлектроника. 2020. Т. 49, № 1. С. 1–7.
7. Deen L. D. P. The temperature and field stability of exchange biased magnetic multilayers containing a synthetic anti-ferromagnet. Eindhoven University of Technology, 2015. 78 p.
8. Амеличев В. В., Резнев А. А., Васильев Д. В. Развитие технологии наноструктур со спин-туннельным магниторезистивным эффектом // Наноиндустрия. 2020. Т. 13, № 6 (100). С. 332–337.
9. Lee Y. M., Hayakawa J., Ikeda S., Matsukura F., & Ohno H. Giant tunnel magnetoresistance and high annealing stability in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions with synthetic pinned layer // Appl. Phys. Lett. 2006. N. 89. P. 042506.
10. Yuasa S., Suzuki Y., Katayama T., Ando K. Characterization of growth and crystallization processes in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junction structure by reflective high-energy electron diffraction // Appl. Phys. Lett. 2005. N. 87. P. 242503.
11. Yuasa S., Djayaprawira D. D. Giant tunnel magnetoresistance in magnetic tunnel junctions with a crystalline MgO (0 0 1) barrier // J. Phys. D Appl. Phys. 2007. N. 40. P. R337–R354.
12. Ikeda S., Hayakawa J., Ashizawa Y., Lee Y. M., Miura K., Hasegawa H., Ohno H. Tunnel magnetoresistance of 604 % at 300 K by suppression of Ta diffusion in CoFeB/MgO/CoFeB pseudo-spin-valves annealed at high temperature // Appl. Phys. Lett. 2008. Vol. 93. P. 082508.
13. Lee Y. M. Giant tunnel magnetoresistance and high annealing stability in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions with synthetic pinned layer // Appl. Phys. Lett. 2006. Vol. 89 (4). P. 042506.

**D. V. Vasilyev**, Head of Laboratory, e-mail: D.Vasilyev@tcen.ru, **D. V. Kostyuk**, Head of Laboratory, e-mail: D.Kostyuk@tcen.ru, **Yu. V. Kazakov**, Researcher, e-mail: madvcat@gmail.com, **S. I. Kasatkin**, D. Sc., Chief Researcher, e-mail: kasatkin14@mail.ru, **V. V. Amelichev**, Ph. D., Head of Department, e-mail: avv@tcen.ru, **E. P. Orlov**, Senior Researcher, e-mail: E.Orlov@tcen.ru, **E. E. Makarov**, Junior Researcher, e-mail: E.Makarova@tcen.ru  
Scientific-manufacturing Complex "Technological Centre", (SMC "Technological Centre"), Moscow, Zelenograd, 124498, Russian Federation

*Corresponding author:*

**Dmitry V. Vasilyev**, Head of Laboratory, Scientific-manufacturing Complex "Technological Centre", (SMC "Technological Centre"), Moscow, Zelenograd, 124498, Russian Federation, e-mail: D.Vasilyev@tcen.ru

# Study of Synthetic Antiferromagnetic Nanostructures Based on CoFeB/Ru/CoFe

Received on March 15, 2023

Accepted on March 31, 2023

A study of the magnetic properties of synthetic antiferromagnetic nanostructures (SAF) has been carried out. In the SAF structure, two ferromagnetic layers separated by a nonmagnetic metal are coupled by the exchange RKKY interaction (Ruderman—Kittel—Kasuya—Yoshida), which has an oscillating character. The total magnetic moment of the SAF structure is minimal with an antiparallel configuration of the magnetization of the ferromagnetic layers, due to which the effect on the magnetic layers in the structure is reduced. The structures under study have a number of unique properties and are used in the elements of non-volatile magnetoresistive memory, in magnetic field transducers, and in spin logic devices.

The characteristics of the SAF of CoFeB/Ru/CoFe nanostructures with the Ru layer thickness corresponding to the second antiferromagnetic maximum are obtained. The magnetization reversal curves of SAF structures with Ru thickness of 2.1 nm, 2.3 nm and 2.5 nm have been studied. The optimal ratio of ferromagnetic layers was selected to reduce the magnetic moment of the SAF structure. A study of the effect of thermomagnetic treatment on the properties of the SAF nanostructure was carried out, which showed that there are no significant changes in the magnetization reversal, and the magnetic saturation field slightly increases. The curves of magnetization reversal of CoFeB/Ru/CoFe structures fixed by the antiferromagnetic layer are presented. In addition, magnetization reversal curves of spin-tunnel magnetoresistive nanostructures with an antiferromagnetic layer and a SAF structure are presented, and an analysis of the thermal stability of the structures with SAF is also carried out.

**Keywords:** spin tunnel magnetoresistive, synthetic antiferromagnet, exchange coupling, magnetization reversal, ferromagnetic, non-magnetic, magnetic field transducer, magnetoresistive memory

For citation:

Vasilyev D. V., Kostyuk D. V., Kazakov Yu. V., Kasatkin S. I., Amelichev V. V., Orlov E. P., Makarova E. E. Study of Synthetic Antiferromagnetic Nanostructures Based on CoFeB/Ru/CoFe, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2023, vol. 25, no. 3, pp. 119—123.

DOI: 10.17587/nmst.25.119-123

## References

1. Stöhr J., Siegmann H. C. Magnetism: From Fundamentals to Nanoscale Dynamics, *Springer*, 2006, 290 p.

2. Bruno P., Chappert C. Ruderman-Kittel theory of oscillatory interlayer exchange coupling, *Physical review*, 1992, vol. 46, no. 1, 11 p.

3. Vasilyev D. V., Amelichev V. V., Kostyuk D. V., Kazakov Yu. V., Nizyolko E. E., Krikunov A. I. Main design and technological features of MRAM, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2020, vol. 22, no. 7, pp. 353—361 (in Russian).

4. Liu Y. F., Yin X., Yang Y., Ewing D., De Rego P. J., & Liou S. H. Tunneling magnetoresistance sensors with different coupled free layers, *AIP Advances*, 2017, no. 7, P. 056666.

5. Amaral J., Pinto V., Costa T., Gaspar J., Ferreira R., Paz E., Freitas P. P. Integration of MgO-based sensors in Silicon needles for magnetic measurements of neurons, *IEEE Transactions on Magnetics*, 2013, vol. 49 (7), pp. 3512—3515

6. Vasilyev D. V., Kostyuk D. V., Orlov E. P., Zhukov D. A., Kazakov Y. V., Amelichev V. V., Belyakov P. A. Magnetic field converters based on the spin-tunnel magnetic resistance effect, *Microelectronics*, 2020. vol. 49., no. 2, pp. 132—138 (in Russian).

7. Deen L. D. P. The temperature and field stability of exchange biased magnetic multilayers containing a synthetic antiferromagnet, *Eindhoven University of Technology*, 2015, 78 p.

8. Amelichev V. V., Reznev A. A., Vasilyev D. V. Development of technology of nanostructures with a spin-tunnel magnetoresistive

effect, *Nanoindustry*, 2020, vol. 13, no. 6 (100), pp. 332—337 (in Russian).

9. Lee Y. M., Hayakawa J., Ikeda S., Matsukura F., & Ohno H. Giant tunnel magnetoresistance and high annealing stability in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions with synthetic pinned layer, *Applied Physics Letters*, 2006, no. 89, P. 042506.

10. Yuasa S., Suzuki Y., Katayama T., Ando K. Characterization of growth and crystallization processes in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junction structure by reflective high-energy electron diffraction, *Applied Physics Letters*, 2005, no. 87, P. 242503.

11. Yuasa S., Djayaprawira D. D. Giant tunnel magnetoresistance in magnetic tunnel junctions with a crystalline MgO (001) barrier, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2007, no. 40, pp. R337—R354.

12. Ikeda S., Hayakawa J., Ashizawa Y., Lee Y. M., Miura K., Hasegawa H., Ohno H. Tunnel magnetoresistance of 604 % at 300 K by suppression of Ta diffusion in CoFeB/MgO/CoFeB pseudo-spin-valves annealed at high temperature, *Applied Physics Letters*, 2008, vol. 93, P. 082508.

13. Lee Y. M. Giant tunnel magnetoresistance and high annealing stability in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions with synthetic pinned layer, *Applied Physics Letters*, 2006, vol. 89 (4), P. 042506.

**О. А. Тестов**, электроник, **В. М. Айвазян**, мл. науч. сотр., **И. К. Хмельницкий**, канд. хим. наук, вед. науч. сотр., khmelnitskiy@gmail.com, **В. В. Лучинин**, д-р техн. наук, гл. науч. сотр., **К. Г. Гареев**, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., **А. М. Карелин**, инженер, **С. Е. Парфенович**, инженер, **Д. О. Тестов**, инженер, **Е. Е. Холодкова**, студент Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия

## МИКРОИГЛЫ — ГЕТЕРОГЕННЫЕ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНЫЕ МИКРОСИСТЕМЫ ДЛЯ ТРАНСДЕРМАЛЬНОГО МОНИТОРИНГА И КОРРЕКЦИИ СОСТОЯНИЯ ОРГАНИЗМА

Поступила в редакцию 02.02.2023

*Использование микроигл для дискретного и непрерывного мониторинга и коррекции состояния организма является прогрессивным направлением персонализированной медицины. Стремление к минимизации последствий инвазивных методов диагностики и повышению эффективности лекарственного терапевтического воздействия определяет интеллектуализацию микроигл, их конструкций и технологий использования. Микроиглы и их массивы представлены как сложные функциональные микросистемы, создание которых основано на использовании процессов микро- и нанотехнологии, а также гетерогенных органо-неорганических композиций.*

**Ключевые слова:** микросистема, микроигла, трансдермальный перенос, длина микроиглы, диаметр микроиглы, материал, организм, мониторинг, коррекция

### Введение

Укрепление и сохранение здоровья, продление жизни, предупреждение и лечение болезней человека, а также облегчение страданий от физических и психических недугов представляют собой неполный перечень проблем, рассматриваемых медицинской как системой научных знаний и практической деятельности [1]. Современный уровень решений задач такого класса опирается на широкое использование систем мониторинга [2] и коррекции состояния организма, при этом повышается востребованность развития неинвазивных или малоинвазивных процедур [3], среди которых необходимо выделить процедуры, выполняемые трансдермально, что можно объяснить их доминирующим числом по сравнению с другими видами медицинских вмешательств. По данным исследований ВОЗ, в период до пандемии, вызванной распространением коронавируса, в мире ежегодно проводилось 16 млрд инъекций [4]. Отдельный сегмент занима-

ет инъекционная косметология, число услуг которой непрерывно растет; так, например, в России в 2018 г. было проведено 6,7 млн таких процедур [5].

Использование микроигл для трансдермального мониторинга и коррекции состояния организма — одно из наиболее перспективных направлений развития медицины. К основным преимуществам трансдермальных процедур, проводимых с использованием массивов микроигл, относятся:

- неинвазивность или малоинвазивность;
- возможность длительного и равномерного введения терапевтических доз препарата;
- повышение комплаенса за счет уменьшения частоты использования лекарственных средств;
- снижение локальной высокой концентрации препарата в крови (сразу после его введения), повышающей риск возникновения побочных эффектов;
- быстрое удаление системы при необходимости остановки процесса введения вещества;



— возможность исключения присутствия медицинского работника, обусловленная простотой использования системы;

— исключение влияния на перорально вводимый препарат кислой среды желудка.

Основной недостаток таких процедур по сравнению обычными инъекциями связан с меньшим объемом переносимого вещества в течение ограниченного интервала времени.

Все сказанное выше определяет широкую востребованность разработки миниатюрных систем и технологий, уменьшающих период восстановления рогового слоя после трансдермальных вмешательств. Впервые техническое решение, описывающее группу полых или сплошных выступов длиной от 5 до 100 мкм, предназначенных для перфорации кожного покрова, было предложено в работе [6]. Массовое производство микроустройств, основанных на использовании таких искусственных микронеоднородностей (выступов), служащих для различных применений, стало возможно только через несколько десятилетий, благодаря совершенствованию технологий микрообработки. Основной рабочий элемент изделий такого типа — микроигла (название ранее использовалось для обозначения стеклянных микропипеток и микроэлектродов [7], применявшихся для исследования клеток и имевших диаметр наконечника порядка 1—2 мкм [8]). Очевидно, что полноценно заменить иглы традиционных размеров можно только путем применения массивов микроигл (МИ), которые при объединении на гибком основании принято называть "пластырем из микроигл"; фактически это интеллектуальные гибридные биоаналитический и фармакологический "слой".

Портативные микросистемы на основе МИ могут оснащаться модулями связи, предназначенными для передачи сигналов управления или информации о состоянии организма [9]. В этом случае они будут выполнять функцию интерфейса в сис-

теме элементов, объединяющихся для создания сети, которую часто определяют как "Интернет людей" [10].

## 1. Типы МИ и особенности их применения

Первоочередная рабочая функция МИ как элемента системы мониторинга и контроля состояния организма заключается в нарушении целостности рогового слоя в целях обеспечения переноса материи — вещества или энергии поля (например, электромагнитного, электрического, теплового) в прямом (через кожу внутрь организма) или обратном направлении (рис. 1).

Малоинвазивность использования МИ объясняется их габаритными размерами. Длина МИ должна быть больше толщины рогового слоя в области их предполагаемого использования, но меньше, чем глубина расположения кровеносных сосудов и нервных окончаний. В большинстве случаев длина МИ, транспортирующих вещество, относится к интервалу 0,4...1 мм (редко до 2 мм); при меньшей длине существенно уменьшается вероятность прокалывания рогового слоя, а при большей увеличиваются болевые ощущения, вызываемые при их применении.

С точки зрения процесса переноса вещества МИ могут выполнять как активную функцию, заключающуюся в их непосредственном присутствии при проведении медицинской процедуры, так и пассивную, ограниченную только перфорацией кожного покрова. Пассивное участие в процессе транспортировки уменьшает число требований, предъявляемых к МИ, что обуславливает возможность применения наиболее дешевой технологии их изготовления — сплошных с выпуклой поверхностью, изготовленных из однородного материала или имеющих конструкцию из нескольких слоев (в том числе одного или нескольких нанесенных на основание покрытий [11]). После использования

сплошные МИ извлекают, а в перфорированный участок кожи вводят вещество, предназначенное для дальнейшего проникновения внутрь организма за счет капиллярных явлений (рис. 2, а) [12], или устанавливают устройство, которое путем создания разрежения собирает интерстициальную жидкость (ИСЖ), служащую источником биомаркеров. Все остальные типы МИ используются активно, обеспечивая более высокую скорость движения вещества, процесс введения которого проиллюстрирован на рис. 2, б—д [13].

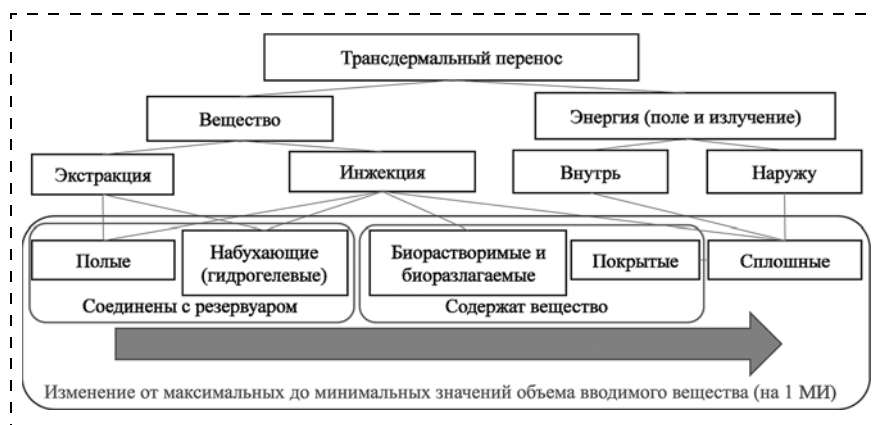
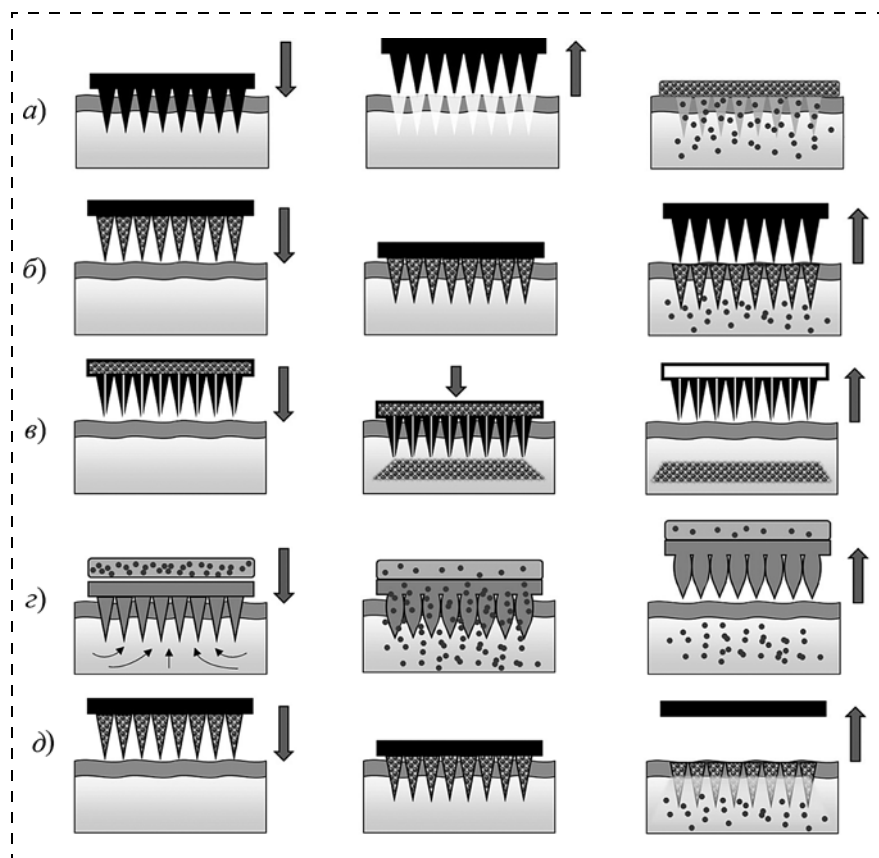


Рис. 1. Трансдермальный перенос различными типами МИ



**Рис. 2. Трансдермальное введение вещества с помощью МИ [13]:**

*a* — сплошных; *б* — покрытых; *в* — полых; *г* — набухающих (гидрогелевых); *д* — биоразборимых и биоразлагаемых

Технологичность изготовления сплошных МИ определила несколько направлений повышения эффективности их использования. Одно из таких направлений связано с разработкой МИ — фактически гетерогенно интегрированных микросистем, поверхность которых покрыта фармакологическим веществом, предназначенным для доставки внутрь организма, которое после проникновения МИ через кожу постепенно растворяется в ИСЖ (рис. 2, *б*). Покрытые МИ применяют при необходимости трансдермального переноса небольшого (по сравнению с объемом, транспортируемым другими типами МИ) объема фармакологического препарата (ФП) или для исследования аналита, извлеченного из организма. Во втором случае на поверхность МИ могут быть нанесены вещества, предназначенные для селективного захвата аналита из ИСЖ.

Наибольшую скорость переноса вещества обеспечивают полые МИ, которые выполняют только транспортную функцию, позволяя доставлять жидкие лекарственные формы, не требуя их перевода в твердое состояние [14] и соответственно изменения нормативной документации [15], регламентирующей введение фармакологического средства в составе раствора требуемой концентрации. Об-

ем вводимого вещества (или извлекаемой ИСЖ) зависит от размеров соединенного с каналами МИ резервуара (рис. 2, *б*) и интервала времени, ограничивающего проведение процедуры. Скорость перемещения жидкости можно увеличить за счет применения микронасосов [16] или, при извлечении ИСЖ, устройств создания вакуума — локального понижения давления [17]. Недостаток применения микронасосов связан с возможностью возникновения обратного потока перемещаемого вещества, приводящего к болевым ощущениям у пациента [18–21]. Производство полых МИ, требующее формирования сквозных отверстий, остается достаточно трудоемкой технологией. Часто вертикальная ось симметрии отверстия не совпадает с осью симметрии полый МИ, что позволяет упростить технологию получения малого радиуса наконечника и уменьшить вероятность попадания в канал частиц рогового слоя. Такое расположение отверстия, ниже острия МИ, требует соответствующего увеличения длины иглы.

Стремление к упрощению конструкции за счет исключения сквозного отверстия инициировало разработки, связанные с поиском альтернативных решений. Одно из таких решений основано на изготовлении сплошных МИ, имеющих вогнутые поверхности, обеспечивающие перемещение жидкого вещества из резервуара через роговой слой по открытым каналам (рис. 3). После перфорации рогового слоя доставка вещества обеспечивается силами поверхностного натяжения и капиллярными силами [22].

Принцип капиллярного движения лежит в основе перемещения фармакологического средства при применении набухающих МИ, изготовленных из материалов (например, гидрогелей), впитывающих ИСЖ. ИСЖ увеличивает объем МИ, формируя каналы для своего капиллярного перемещения в резервуар, содержащий вводимый препарат в твердом агрегатном состоянии. После растворения препарата по сформированным капиллярным каналам осуществляется его трансдермальный перенос (рис. 4) [23].

Набухающие (гидрогелевые) МИ могут служить для решения задач, связанных с постепенным введением достаточно больших масс (40 мг) веществ в

течение длительного интервала времени (24 ч) [24] или с извлечением проб ИСЖ, используемых для контроля состояния организма [25]. Повысить скорость переноса вещества, проходящего через набухающие МИ, предлагается в работе [26]. Техническое решение заключается в разогреве лазерным лучом тонкой пленки Au или Ag (толщина — ~70 нм), нанесенной на обратную сторону пластыря.

Следует отметить, что все рассмотренные типы МИ можно отнести к извлекаемым МИ. Несмотря на наличие технической возможности, извлекаемые МИ целесообразно использовать однократно, так как их стерилизация и проверка отсутствия механических повреждений после каждого применения в большинстве случаев экономически необосновано. Извлекаемые МИ после использования могут представлять собой биологически опасные объекты, которые требуют организации специальных мер по утилизации [27].

Неизвлекаемые МИ изготавливают из материалов, растворяющихся в ИСЖ или разлагающихся при контакте с ней. Внутри МИ содержится вещество, предназначенное для трансдермальной транспортировки, объем которого зависит от размеров и числа используемых МИ. Увеличение объема вводимого вещества осуществляют за счет соединения МИ с резервуаром. Функцию резервуара может выполнять биоцеллюлоза, заполненная ФП, например рутином [28], или впитывающая ФП, поступающий из внешнего объема (не соединенного с МИ) после прокалывания дермы [29]. Увеличения скорости введения вещества достигают использованием МИ, биоразлагаемый наконечник которых изготовлен из сополимера молочной и гликолевой кислот и вводимого лекарственного средства, а основание — из водорастворимого поливинилпирролидона. Быстрое растворение основания увеличивает площадь поверхности

наконечника, что повышает скорость высвобождения препарата [30].

Основные недостатки МИ такого типа связаны с необходимостью выведения продуктов разложения и возможностью накопления в организме растворяющихся веществ.

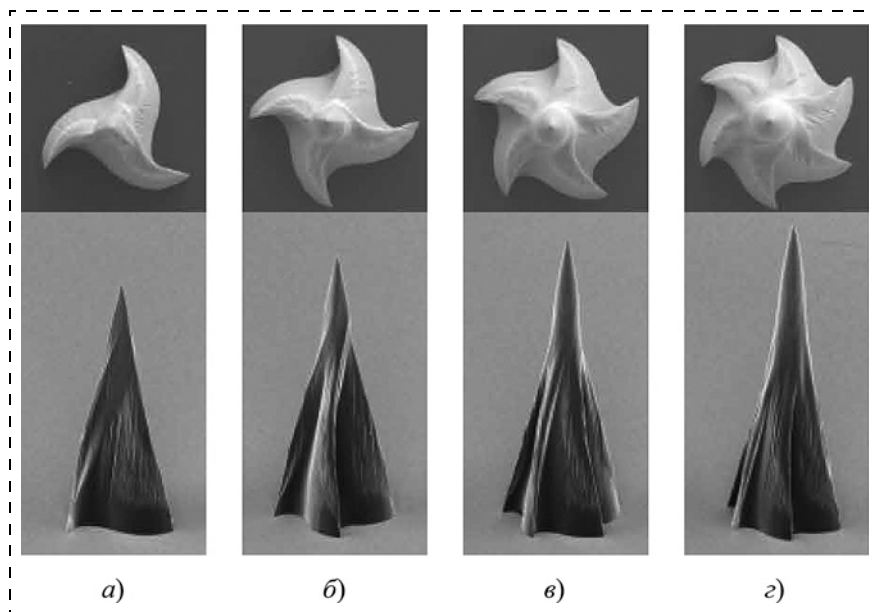


Рис. 3. Вид сверху и фронтальный вид сплошных МИ, имеющих различное число открытых каналов [14]:

*a* — 3; *б* — 4; *в* — 5; *з* — 6

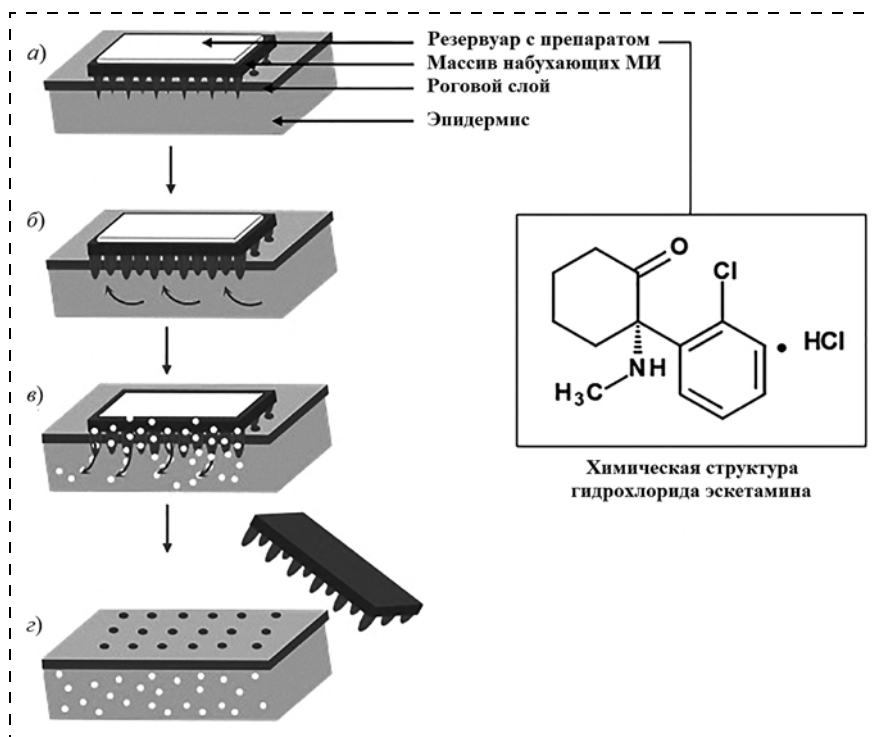


Рис. 4. Применение пластыря на основе набухающих (гидрогелевых) МИ [23]:

*a* — прокалывание рогового слоя массивом; *б* — впитывание ИСЖ; *в* — трансдермальный перенос растворенного препарата; *г* — удаление пластыря

В поликлиниках, больницах и других медицинских центрах различного назначения увеличить эффективность использования МИ можно за счет одновременного применения воздействий оптического или ионизирующего излучения и ионофореза или ультразвука [31].

Использование МИ актуально для трансдермального переноса не только веществ, но и энергии излучений различной природы. В процессах такого характера используют массивы сплошных или покрытых МИ. К ним можно отнести пропускание высокочастотного тока через локальные участки кожи, например, для заживления ран [32], лечения рубцов от угревой сыпи [33], дряблости кожи и очаговых избытков жира [34] (обеспечивается глубина прокалывания кожи лица от 1 до 2 мм и для других областей тела от 3 до 4 мм [35]) или атрофических полос (глубина прокалывания до 2,5 мм [36]). Процедуры такого типа требуют использования игл значительно большей длины по сравнению с теми, которые применяют для транспортировки жидкостей, в связи с чем они не в полной мере соответствуют понятию "микроигла", которое им присвоено исключительно для достижения маркетинговых преимуществ.

Меньшая длина игл (от 450 мкм) рассматривается при моделировании чрескожной электрической стимуляции нервов на постоянном токе, например, для купирования боли в конечностях. В результате расчетов показана большая эффективность использования трансдермальных систем на основе МИ по сравнению с системами на основе плоских электродов, которые в долгосрочной перспективе могут провоцировать ожоги кожи [37]. Технологические возможности позволяют производить МИ, имеющие значительно меньшие размеры (длина —  $33 \pm 4$  мкм, диаметр —  $10 \pm 2$  мкм), из композитного материала на основе PEDOT:PSS

с наполнителем в виде многостенных углеродных нанотрубок [38]. Устройства на их основе не обеспечивают трансдермальный перенос, но могут быть использованы для электрофизиологических исследований, например, в качестве коаксиальных электродов диаметром до 10 мкм, длиной 240 мкм, принимающих сигналы нейронов головного мозга [39].

## 2. Материалы МИ

МИ (без учета вводимого препарата) могут быть изготовлены из различных материалов, которые должны обеспечивать биосовместимость, требуемые прочностные и геометрические характеристики, возможность проведения стерилизации (при планировании многократного использования), химическую инертность к транспортируемому веществу. Обеспечить сочетание заданных свойств можно при использовании кремния, стекла, различных видов керамики и металлов, а также органических полимеров и углеводов [40].

**Кремний.** Этот материал отличается высокой твердостью при вдавливании и хорошими прочностными характеристиками (значение модуля Юнга 109 ГПа практически соответствует аналогичным значениям для меди, титана или серого чугуна) [41—43]. Формирование поверхности МИ из кремния осуществляется путем жидкостного или сухого травления. Эти хорошо проработанные технологии позволяют изготавливать МИ различных форм: полной или усеченной пирамиды (например, восьмиугольной или четырехугольной) или конуса, внутри которых могут быть сформированы каналы для транспортировки жидкости. Высота МИ регулируется в соответствии с заданной глубиной травления. Лучшие образцы кремниевых МИ имеют радиус кривизны вершины менее 1 мкм, обеспечивающий стабильное прокалывание ро-

Таблица 1

Характеристики МИ на основе кремния

Тип МИ	Травление Si	$l$	$D$	$d$	$\Sigma$	$S$	$L$	Источник
Сплошная	Сухое	100	200	$2,5 \pm 1,5$	20	7	500	[42]
Сплошная	Жидкостное	400	—	2	6	—	1500	[44]
Сплошная	Жидкостное	400	—	—	—	—	—	[45]
Покрытая	Жидкостное	—	—	—	—	100	—	[46]
Полая	Сухое	2000	500	—	5	170	2000	[41]
Полая	Сухое	—	—	—	5	—	—	[47]
Полая	Жидкостное	160	—	10	—	—	—	[43]
Полая	Жидкостное	390	—	—	200	100	300	[48]
Полая	Сухое и жидкостное	100	—	80	16	—	1500	[49]

В табл.  $l$  — максимальная длина МИ, мкм;  $D$  — диаметр или ширина основания МИ, мкм;  $d$  — диаметр наконечника МИ, мкм;  $\Sigma$  — число МИ в массиве, шт.;  $S$  — максимальная площадь основания массива МИ, мм<sup>2</sup>;  $L$  — минимальное расстояние между МИ, мкм

Таблица 2

## Характеристики МИ на основе боросиликатного стекла

Тип МИ	$l$ , мкм	$d$ , мкм	Источник
Сплошная	1800	$9,5 \pm 4,5$	[55]
Полая	900	$\sim 70 \pm 26$	[51]
Полая	1000, 3500, 5000	$140 \pm 20$	[52]
Полая	900	$140 \pm 20$	[53]
Полая	800	$55 \pm 25$	[54]

вого слоя. В сочетании с фотолитографией высокого разрешения можно создавать массивы МИ с высокой плотностью, при этом определенные технологические трудности связаны с необходимостью одновременного контроля высоты МИ и расстояния между ними. Такие массивы можно использовать в качестве инденторов при изготовлении форм, служащих для прессования МИ из других материалов [44]. В табл. 1 приведены значения параметров и характеристики массивов МИ, изготовленных из кремния.

Анализ средних значений  $l$ , приведенных в табл. 1, показывает, что за редким исключением они не превышают 400 мкм. Это объясняется тем, что для изготовления МИ используют стандартные (для производства) пластины, имеющие максимальные толщины 775 мкм для диаметра 11,8 дюйма. При таких значениях  $l$  эффективность использования кремниевых МИ существенно снижается. Кроме того, высокая хрупкость Si повышает вероятность отламывания МИ от основы, что в сочетании с недостаточно установленной биосовместимостью ограничивает перспективы их практического применения [50].

**Стекло.** Преимущества стекла как материала для изготовления МИ связаны с его химической инертностью к жидким лекарственным формам, используемым для трансдермального введения, и прозрачностью, позволяющей проводить визуальную оценку процесса переноса вещества [51]. Применяемый способ вытягивания из микротрубки [51–55] позволяет достаточно быстро, без исполь-

зования дорогостоящего оборудования изготовить МИ для проведения лабораторных исследований [13]. В табл. 2 приведены значения параметров и характеристики массивов МИ, изготовленных методом вытягивания из боросиликатного стекла, отличающегося повышенной термической и механической стойкостями.

Трудность обеспечения высокой точности заданной длины МИ и хрупкость стекла ограничивают возможность его применения для создания массивов МИ. Из всех работ, приведенных в табл. 2, только в работе [54] показан массив из семи МИ.

**Керамика.** Высокой механической прочностью обладает керамика, которая, кроме этого по сравнению с большинством полимерных материалов характеризуется большей стабильностью в условиях повышенных температур и высокой влажности воздуха. Пористость керамики можно изменять варьированием технологических режимов ее изготовления [56]. Наиболее часто для изготовления МИ используют: оксид алюминия ( $Al_2O_3$ ) [57–59], диоксид циркония ( $ZrO_2$ ) [57], гидроксипатит [3, 60] и органически модифицированную керамику [61]. Керамические МИ изготавливают путем микроформования [60] с последующим спеканием [57, 58] или фотополимеризации и лазерной абляции [61]. В табл. 3 приведены значения параметров и характеристики массивов МИ, изготовленных из керамики.

Оксид алюминия биологически инертен и химически стабилен, имеет высокую прочность на сжатие и низкую на растяжение. Диоксид циркония по сравнению с оксидом алюминия обладает более высокой вязкостью разрушения и прочностью при изгибе, но меньшей износостойкостью [56].

Гидроксипатит ( $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ) характеризуется хорошей биосовместимостью, биоактивностью, химической стабильностью и высокой прочностью на сжатие. По составу и структуре гидроксипатит сходен с костными тканями человека. Его можно использовать в качестве основы для нанесения желатина при производстве биокерамических МИ, а также добавок, улучшающих физико-механические свойства МИ на основе альги-

Таблица 3

## Характеристики МИ на основе керамики

Тип МИ	Основные компоненты состава	$l$	$D$	$d$	$\Sigma$	$L$	Источник
Сплошная	Оксид алюминия	900	800	—	25	1000	[58]
Сплошная	Оксид алюминия, эпоксидная смола						
Сплошная	Ормокер с покрытием серебра	500	181	$< 10$	25	500	[61]
Полая	Оксид алюминия, эпоксидная смола	500	740	16	9	—	[57]
Полая	Диоксид циркония, эпоксидная смола						
Набухающая	Гидроксипатит, желатин	900	150	10	80	—	[60]



ната натрия и реологические свойства биологических чернил [3, 60].

Органически модифицированная керамика (ормокер) — гибридный органо-неорганический материал, состоящий из матрицы, представляющей собой неорганическую силиконовую сеть ( $-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$ ) со встроенными органическими метакрилатными группами. Взаимодействие между сетью и группами создает устойчивую трехмерную структуру, отличающуюся химической и термической стабильностью [61].

**Металлы.** Электрические, тепловые и физико-механические свойства металлов (особенно стойкость к деформациям изгиба и растяжения) обус-

ловливают их востребованность для изготовления МИ [62–64]. Основа МИ может быть выполнена из меди [65], нержавеющей стали [66–75], титана [76, 77] или никеля [65, 78–80]. Благородные металлы применяют ограниченно, например, золото в качестве чувствительного элемента датчика [11] или покрытия, обеспечивающего биосовместимость [63, 66, 79, 81], серебро в качестве промежуточного проводящего слоя [78, 82]. В табл. 4 приведены значения параметров и характеристики массивов МИ, изготовленных из различных металлов.

Используя технологии микрообработки, например микрофрезерование, из металлов можно получить МИ, имеющие правильную геометрию и вы-

Таблица 4

Характеристики МИ на основе различных металлов

Тип МИ	Материал МИ	$l$	$D$	$d$	$\Sigma$	$S$	$L$	Источник
Сплошная	Ni поверх слоя Cu	150	100	30	900	100	320	[65]
Сплошная	Нержавеющая сталь	1000	200	—	105	—	—	[69]
Сплошная	Нержавеющая сталь	500	200	—	50	144	—	[72]
Сплошная	Нержавеющая сталь	750	200	—	10	144	—	[72]
Сплошная	Нержавеющая сталь	750	200	—	50	144	—	[72]
Сплошная	Нержавеющая сталь	750	500	—	50	144	—	[72]
Сплошная	Нержавеющая сталь	1500	200	—	10	144	—	[72]
Сплошная	Нержавеющая сталь	700	170	10	5	—	1575	[74]
Сплошная	Ti	340	70	—	580	100	—	[76]
Сплошная	T—6Al—4V (поверхность — азотсодержащий наноалмаз)	340	230	$15 \pm 5$	7	—	1000	[77]
Сплошная	Cu (подслой Ni, поверхность — Au)	430	100	3	—	—	—	[63]
Сплошная	Нержавеющая сталь (подслой Au, поверхность — парилён)	550	110	40	15	66	700	[66]
Сплошная	Нержавеющая сталь (подслой Au, поверхность — Pt)	800	200	—	9	—	800	[75]
Сплошная	Нержавеющая сталь (подслой Au, поверхность — Pt)	800	200	—	16	—	800	[75]
Сплошная	Нержавеющая сталь (подслой Au, поверхность — Pt)	800	200	—	36	—	800	[75]
Полая	$\text{Pt}_{57,5}\text{Cu}_{14,7}\text{Ni}_{5,3}\text{P}_{22,5}$ (аморфный)	656	200	—	21	—	—	[62]
Полая	Ni поверх слоя Ag	1800	300	20	9	—	600	[78]
Полая	Ni поверх слоя Ag	1800	—	120	—	—	—	[82]
Полая	Ni поверхность Au	500	300	70	—	—	1000	[79]
Полая	Ni, подслей Ti, сверху Au	650	250	—	49	—	1000	[80]
Полая	Нержавеющая сталь	1100	220	—	25	—	2000	[71]
Полая	Оловянно-свинцовый припой ПОС-61	800	—	40	21	—	—	[83]
Покрытая	Нержавеющая сталь	700	160	—	5	—	—	[70]
Покрытая	Нержавеющая сталь	700	160	—	5	—	—	[73]
Покрытая	Нержавеющая сталь, покрытие — полимер с $\text{NaHCO}_3$	600	$143 \pm 3$	—	49	100	400	[68]
Покрытая	Нержавеющая сталь, покрытие — полиэтиленгликоль	250	80	—	540	—	1000	[67]
Покрытая	Нержавеющая сталь, покрытие — полиэтиленгликоль	2000	300	—	540	—	1200	[67]

Характеристики МИ на основе органических полимеров

Тип МИ	Материал МИ	$l$	$D$	$d$	$\Sigma$	$S$	$L$	Источник
Сплошная	ПЭГДА	582	250	10	100	100	—	[14]
Сплошная	ПЭГДА	775	410	—	24	47	—	[32]
Сплошная	ПЭГДА	1340	—	—	—	—	—	[96]
Сплошная	ПЭГДА	350	100	—	81	36	600	[100]
Сплошная	ПДМС	400	—	6	—	—	500	[44]
Сплошная	Эпоксидная смола	400	—	6	—	—	500	[44]
Сплошная	Фоторезист IP-S	420	100	1	7	—	—	[119]
Сплошная	СМГК, нанесены слои: смесь полидофамина с гидроксипатитом, Au	750	300	—	100	100	—	[11]
Сплошная	Новолачная эпоксидная смола с микро-частицами Fe, нанесены слои: Ti, Au	800	350	4	25	—	1750	[81]
Сплошная	1,4-бутандиол диакрилат	300	—	35	36	36	1000	[120]
Покрытая	ПМК, покрытие — ФП	800	370	—	97	80	400	[101]
Покрытая	ПЭГДА, покрытие — желатин и сахараза с ФП	892	295	—	81	25	—	[98]
Покрытая	ПММА, нанесены слои Ti, Cu и Ni, покрытие — ФП	400	110	15	256	15	250	[107]
Покрытая	Полистирол, нанесен слой полистирола с наночастицами Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , покрытие — флуоресцентный материал	600	300	8	121	—	600	[2]
Покрытая	ПМК, покрытие на основе ПЭГ и лидокаина	1450	465	—	25	—	—	[94]
Полая	ПЭГДА	1780	~700	—	—	—	~1500	[97]
Полая	Фотополимерная смола	1000	1000	100	49	225	—	[108]
Полая	Фотополимерная смола	1125	994	—	49	—	1000	[109]
Полая	Фотополимерная смола	900	800	50	100	—	—	[110]
Полая	Фотополимерная смола	970	920	75	25	225	—	[111]
Полая	Фоторезист IP-S	435	100	1	—	—	—	[121]
Полая	1,4-бутандиол диакрилат	700	—	380	36	36	1000	[120]
Набухающая	Сополимер поливинил-метилового эфира и малеинового ангидрида, ПЭГ, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	600	300	—	121	50	150	[23]
Набухающая		600	300	—	121	—	150	[93]
Набухающая	ПВС, ПВП, лимонная кислота	600	300	—	361	49	50	[24]
Набухающая	ПВП	650	275	—	—	225	—	[26]
Набухающая	ПВС, ПВП, лимонная кислота	730	300	—	121	50	300	[89]
Набухающая	ПЭГДА, винилпирролидон	800	400	100	927	—	800	[95]
Набухающая	ПЭГДА/дифенил(2,4,6-триметилбензоил)фосфин оксид	500	200	40	100	177	1000	[99]
Набухающая	Метакрилат желатина	387	200	—	225	64	496	[105]
Набухающая	Метакрилат желатина	600	300	—	121	100	—	[106]
Набухающая	Фотополимерная смола	1000	500	—	100	12000	—	[112]
Биоразлагаемая	ПВП и глицерин — основание, наконечник — СМГК	600	300	—	100	—	—	[30]
Биоразлагаемая	ПВП, микрочастицы Mg	850	400	<5	225	—	—	[87]
Биоразлагаемая	ПВП	600	200	—	100	49	500	[88]
Биоразлагаемая	ПВП	1000	~350	—	196	100	—	[91]
Биоразлагаемая	ПМК	1450	465	75	36	100	—	[102]

$l$  — длина МИ, мкм;  $D$  — диаметр или ширина основания МИ, мкм;  $d$  — диаметр наконечника МИ, мкм;  $\Sigma$  — число МИ в массиве, шт.;  $S$  — максимальная площадь основания массива МИ, мм<sup>2</sup>;  $L$  — минимальное расстояние между МИ, мкм; ФП — фармакологический препарат

сокую точность воспроизведения размеров. В этом случае производство носит индивидуальный характер, что по сравнению с групповым производством приводит к удорожанию предназначенного для использования массива МИ [84]. Удешевить технологический процесс производства металлических МИ предлагается различными способами: с помощью гальванизации никелем [65, 78–80, 82] или медью [63] либо путем вытягивания из расплава, например, аморфного сплава на основе платины ( $Pt_{57,5}Cu_{14,7}Ni_{5,3}P_{22,5}$ ) [62].

Наиболее часто при изготовлении металлических МИ применяют технологические операции лазерной резки, лазерной абляции, гальванизации, фотолитографии, а также различные распыления и осаждения, направленные на формирование разных покрытий на поверхности основного материала МИ.

**Органические полимеры.** Органические полимеры, используемые при производстве МИ, отличаются низкой себестоимостью производства и простотой утилизации после использования [85, 86], их можно разделить на биоразлагаемые и небiorазлагаемые. В группу биоразлагаемых входят: поливинилпирролидон (ПВП) [24, 26, 30, 87–92], полиэтиленгликоль (ПЭГ) [23, 24, 67, 93, 94] и его производные, например, полиэтиленгликоль диакрилат (ПЭГДА) [14, 32, 95–100], полимолочная кислота (ПМК) [94, 101, 102], поливиниловый

спирт (ПВС) [24, 89, 90, 92, 101, 103], сополимер молочной и гликолевой кислот (СМГК) [11, 30, 68], желатин [60, 98, 104] и его производные [105, 106] и другие. К небiorазлагаемым можно отнести: полидиметилсилоксан (ПДМС) [44, 65, 80], полиметилметакрилат (ПММА) [79, 103, 107], полистирол [2], различные виды фотополимерных смол [108–112] и другие.

Свойство биоразлагаемости МИ в сочетании с биосовместимостью предотвращает возможность негативного влияния на организм материала, из которого они изготовлены (в том числе частей, оставшихся под кожей при нарушении целостности МИ) [50]. Биоразлагаемость МИ — это процесс, которым можно управлять в целях обеспечения ускорения или замедления скорости введения вещества. Замедление ограничивает концентрацию лекарственного препарата в локальной области тела, предотвращая возможность проявления аллергических реакций [113–118].

По сравнению со стеклом и керамикой полимеры отличаются большей ударной вязкостью [64]. Из всех описанных материалов полимеры отличаются меньшей механической прочностью и более низкой твердостью [50].

Наиболее часто для изготовления МИ на основе органических полимеров используют технологические операции микроформования, 3D-печати, распыления, фото- и вытяжной литографии.

Таблица 6

Характеристики МИ на основе углеводов

Тип МИ	Материал МИ	$l$	$D$	$d$	$\Sigma$	$S$	$L$	Источник
Полая	Гиалуроновая кислота, нанесен слой парилена	2000	—	50	9	—	—	[126]
Набухающая	Альгинат натрия, гидроксиапатит	643	602	25	36	45	503	[3]
Набухающая	Метакрилированная гиалуроновая кислота, мальтоза	900	280	—	100	—	300	[25]
Набухающая	Метакрилированная гиалуроновая кислота	800	250	—	100	64	—	[127]
Биоразлагаемая	Гиалуроновая кислота (основание — бактериальная целлюлоза)	472	200	—	225	64	500	[28]
Биоразлагаемая	Гиалуроновая кислота, карбоксиметилцеллюлоза, трегалоза, глицерин (основание с распределенными ТЕМРО-окисленными нановолокнами бактериальной целлюлозы)	250	125	—	1084	—	400	[29]
Биоразлагаемая	Гиалуроновая кислота	1000	2000	20	—	150	2000	[31]
Биоразлагаемая	Гиалуроновая кислота, трипептид коллагена	600	200	—	225	64	500	[125]
Биоразлагаемая	Хитозан	600	300	—	225	64	250	[123]
Биоразлагаемая	Тиолированный хитозан	575	200	—	100	—	—	[124]
Биоразлагаемая	Трегалоза	280	—	—	144	100	—	[92]
Биоразлагаемая	ПВС, сахароза	750	250	215	25	—	—	[103]
Биоразлагаемая	Желатин, крахмал, нанокластеры золота	756	356	10	121	—	591	[104]
Биоразлагаемая	Мальтоза	400	100	6	36	100	1000	[122]

В табл. 5 приведены значения параметров и характеристики массивов МИ, изготовленных из органических полимеров.

**Углеводы.** Углеводы, несмотря на некоторое пересечение с органическими полимерами (одновременно к углеводам и органическим полимерам относятся полисахариды), целесообразно выделить в отдельную группу. Такое разделение объясняется сочетанием низкой стоимости, биосовместимости и биоразлагаемости этих материалов. Для изготовления МИ в основном используют следующие углеводы и их производные: мальтоза [25, 122], трегалоза [29, 92, 101], сахароза [98, 103], фруктоза [92], рафиноза [92], хитозан [123, 124], крахмал [104], альгинат натрия [3, 92], гиалуроновая кислота [28, 29, 31, 125, 126] и ее производные [25, 127], бактериальная целлюлоза [28, 29], карбоксиметилцеллюлоза [29, 46, 92], гидроксипропилметилцеллюлоза [46, 92] и другие. Основной недостаток углеводов связан с тем, что эти материалы характеризуются низкими значениями предела прочности на изгиб [40].

Перечень основных наиболее часто проводимых технологических операций при создании МИ из углеводов соответствует аналогичному перечню, приведенному для органических полимеров. К нему относятся микроформование, 3D-печать, распыление, фото- и вытяжная литография.

В табл. 6 приведены значения параметров и характеристики массивов МИ, изготовленных из углеводов.

## Заключение

Основное преимущество применения МИ заключается в ограничении глубины трансдермального проникновения и, соответственно, в снижении инвазивности терапевтического воздействия. Сначала исследования были направлены на адаптацию известных технологических процессов к решению задачи формирования МИ. К таким процессам можно отнести травление кремния, вытягивание стекла, минимизацию размеров стандартных игл, изготовленных из нержавеющей стали. Широкое применение МИ на основе кремния и стекла сдерживается хрупкостью основных материалов. В свою очередь, создание массивов МИ из нержавеющей стали для массового одноразового применения остается достаточно дорогостоящим процессом, на удешевление которого направлен ряд современных исследований. Наибольший интерес вызывают биосовместимые материалы, характеризующиеся свойствами биорастворимости и биоразлагаемости, а именно — органические полимеры и углеводы. Свойства органических полимеров и углеводов позволяют создавать из них лю-

бые типы МИ. Кроме того, неизвлекаемые МИ не требуют специальной утилизации, а значит становятся более привлекательными для массового неамбулаторного применения. Основное направление совершенствования устройств на основе неизвлекаемых МИ связано со стремлением к увеличению объема переносимого вещества.

С точки зрения извлечения ИСЖ для проведения анализов наиболее привлекательными остаются соединенные с резервуаром полые МИ, однако наблюдается тенденция, связанная с использованием набухающих МИ, которые могут соединяться с накопителем ИСЖ. Кроме того, увеличить эффективность использования неполых МИ можно за счет нанесения на их поверхность или внедрения в состав биомаркеров, служащих для анализа состава ИСЖ.

Стремление к уменьшению расхода металла затрагивает и области, связанные с производством сплошных МИ, используемых в качестве электродов; в этом случае основная тенденция связана с нанесением тонких проводящих покрытий на диэлектрическое основание.

Металлические сплошные МИ остаются наиболее востребованными при проведении косметических процедур. Такие массивы после многократного использования и стерилизации отличаются сохранением достаточной прочности.

Прогрессивным направлением развития МИ являются волноводные конструкции для локализации энергетического, в том числе частотно-селективного, воздействия полем и/или излучением.

*Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда в рамках проекта № 21-19-00719.*

## Список литературы

1. Агаджанян Н. А., Ушаков И. Б., Торшин В. И. и др. Экология человека: Словарь-справочник. М.: ММП "Экоцентр", изд-во "КРЮК", 1997. 208 с.
2. Wang Z., Luan J., Seth A. et al. Microneedle patch for the ultrasensitive quantification of protein biomarkers in interstitial fluid // Nat. Biomed. Eng. 2021. Vol. 5, N. 1. P. 64—76.
3. Wu M., Zhang Y., Huang H. et al. Assisted 3D printing of microneedle patches for minimally invasive glucose control in diabetes // Mater. Sci. Eng. C. 2020. Vol. 117. 111299.
4. WHO calls for worldwide use of "smart" syringes. URL: <https://apps.who.int/mediacentre/news/releases/2015/injection-safety/en/> (дата обращения: 01.02.2023).
5. В 2018 году в России было проведено 6,7 млн косметологических инъекционных процедур. URL: <https://vademec.ru/news/2019/08/12/v-2018-godu-v-rossii-bylo-provedeno-6-7-mln-kosmetologicheskikh-inektsionnykh-protsedur/> (дата обращения: 01.02.2023).
6. Патент US 3964482. Drug delivery device / Gerstel M. S., Place V. A.; опубл. 22.06.1976.
7. Патент SU 612904. Способ изготовления микроигл / Юрин В. М., Плакс А. В.; опубл. 30.06.1978.

8. **Kripke B. R., Ogden T. E.** A technique for beveling fine micropipettes // *Electroencephalogr. Clin. Neurophysiol.* 1974. Vol. 36. P. 323—326.
9. **Хмельницкий И. К., Лучинин В. В., Гареев К. Г. и др.** Облик и основные функциональные элементы интерактивной мультимодальной гибридной конформной микросистемы для оперативного трансдермального медико-биологического мониторинга и коррекции состояния организма // *Нано- и микросистемная техника.* 2021. Т. 23, № 6. С. 294—299.
10. **Лучинин В. В., Бохов О. С., Мандрик И. В. и др.** Конформно интегрируемая электронная компонентная база гибкой печатной электроники для Интернета людей // *Электроника: Наука, Технология, Бизнес.* 2020. № 5 (196). С. 82—89.
11. **Linh V. T. N., Yim S.-G., Mun C.** et al. Bioinspired plasmonic nanoflower-decorated microneedle for label-free intradermal sensing // *Appl. Surf. Sci.* 2021. Vol. 551. 149411.
12. **Faghihi G., Nabavinejad S., Mokhtari F.** et al. Microneedling in androgenetic alopecia; comparing two different depths of microneedles // *J. Cosmet. Dermatol.* 2021. Vol. 20, N. 4. P. 1241—1247.
13. **Larrañeta E., Lutton R. E. M., Woolfson A. D.** et al. Microneedle arrays as transdermal and intradermal drug delivery systems: Materials science, manufacture and commercial development // *Mater. Sci. Eng. R Rep.* 2016. Vol. 104. P. 1—32.
14. **Bae W.-G., Ko H., So J.-Y.** et al. Snake fang—inspired stamping patch for transdermal delivery of liquid formulations // *Sci. Transl. Med.* 2019. Vol. 11, N. 503. eaaw3329.
15. **ГОСТ Р 52623.4—2015.** Технологии выполнения простых медицинских услуг инвазивных вмешательств. URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200119182> (дата обращения: 01.02.2023).
16. **Патент RU 2782876.** Бесклапанный мембранный микрофлюидный насос / Айвазян В. М., Гареев К. Г., Карелин А. М. и др.; опублик. 07.11.2022.
17. **Samant P. P., Niedzwiecki M. M., Raviele N.** et al. Sampling interstitial fluid from human skin using a microneedle patch // *Sci. Transl. Med.* 2020. Vol. 12, N. 571. eaaw0285.
18. **Kim Y.-C., Park J.-H., Prausnitz M. R.** Microneedles for drug and vaccine delivery // *Adv. Drug Deliv. Rev.* 2012. Vol. 64, N. 14. P. 1547—1568.
19. **Bodhale D. W., Nisar A., Afzulpurkar N.** Structural and microfluidic analysis of hollow side-open polymeric microneedles for transdermal drug delivery applications // *Microfluid. Nanofluid.* 2010. Vol. 8, N. 3. P. 373—392.
20. **Burton S. A., Ng C.-Y., Simmers R.** et al. Rapid intradermal delivery of liquid formulations using a hollow microstructured array // *Pharm. Res.* 2011. Vol. 28, N. 1. P. 31—40.
21. **Donnelly R. F., Singh T. R. R., Woolfson A. D.** Microneedle-based drug delivery systems: Microfabrication, drug delivery, and safety // *Drug Deliv.* 2010. Vol. 17, N. 4. P. 187—207.
22. **Young B. A., Herzog F., Friedel P.** et al. Tears of venom: Hydrodynamics of reptilian envenomation // *Phys. Rev. Lett.* 2011. Vol. 106, N. 19. 198103.
23. **Courtenay A. J., McAlister E., McCrudden M. T. C.** et al. Hydrogel-forming microneedle arrays as a therapeutic option for transdermal esketamine delivery // *J. Control. Release.* 2020. Vol. 322. P. 177—186.
24. **McAlister E., Dutton B., Vora L. K.** et al. Directly Compressed Tablets: A Novel Drug-Containing Reservoir Combined with Hydrogel-Forming Microneedle Arrays for Transdermal Drug Delivery // *Adv. Healthcare Mater.* 2021. Vol. 10, N. 3. 2001256.
25. **Zheng M., Wang Z., Chang H.** et al. Osmosis-Powered Hydrogel Microneedles for Microliters of Skin Interstitial Fluid Extraction within Minutes // *Adv. Healthcare Mater.* 2020. Vol. 9, N. 10. 1901683.
26. **Yang S.-J., Jeong J.-O., Lim Y.-M.** et al. Synthesis and characterization of PVP microneedle patch using metal bioelectrodes for novel drug delivery system // *Mater. Des.* 2021. Vol. 201. 109485.
27. **Chen M.-C., Huang S.-F., Lai K.-Y.** et al. Fully embeddable chitosan microneedles as a sustained release depot for intradermal vaccination // *Biomaterials.* 2013. Vol. 34, N. 12. P. 3077—3086.
28. **Fonseca D. F. S., Vilela C., Pinto R. J. B.** et al. Bacterial nanocellulose-hyaluronic acid microneedle patches for skin applications: In vitro and in vivo evaluation // *Mater. Sci. Eng. C.* 2021. Vol. 118. 111350.
29. **Song J. E., Jun S.-H., Park S.-G.** et al. A Semi-Dissolving Microneedle Patch Incorporating TEMPO-Oxidized Bacterial Cellulose Nanofibers for Enhanced Transdermal Delivery // *Polymers.* 2020. Vol. 12, N. 9. 1873.
30. **Park S. C., Kim M. J., Baek S.-K.** et al. Spray-Formed Layered Polymer Microneedles for Controlled Biphasic Drug Delivery // *Polymers.* 2019. Vol. 11, N. 2. 369.
31. **Bok M., Zhao Z.-J., Jeon S.** et al. Ultrasonically and Iontophoretically Enhanced Drug-Delivery System Based on Dissolving Microneedle Patches // *Sci. Rep.* 2020. Vol. 10, N. 1. 2027.
32. **Zhang X., Chen G., Sun L.** et al. Claw-inspired microneedle patches with liquid metal encapsulation for accelerating incisional wound healing // *Chem. Eng. J.* 2021. Vol. 406. 126741.
33. **Tatliparmak A., Aksoy B., Shishehgharkhaneh L. R.** et al. Use of combined fractional carbon dioxide laser and fractional microneedle radiofrequency for the treatment of acne scars: A retrospective analysis of 1-month treatment outcome on scar severity and patient satisfaction // *J. Cosmet. Dermatol.* 2020. Vol. 19, N. 1. P. 115—121.
34. **Alexiades M., Munavalli G. S.** Single Treatment Protocol With Microneedle Fractional Radiofrequency for Treatment of Body Skin Laxity and Fat Deposits // *Lasers Surg. Med.* 2021. Vol. 53, N. 8. P. 1026—1031.
35. **Dayan E., Chia C., Burns A. J.** et al. Adjustable Depth Fractional Radiofrequency Combined With Bipolar Radiofrequency: A Minimally Invasive Combination Treatment for Skin Laxity // *Aesthet. Surg. J.* 2019. Vol. 39, N. Supplement\_3. P. S112—S119.
36. **Seong G. H., Jin E. M., Ryu T. U.** et al. Fractional Radiofrequency Microneedling Combined With Fractional Carbon Dioxide Laser Treatment for Striae Distensae // *Lasers Surg. Med.* 2021. Vol. 53, N. 2. P. 219—226.
37. **Soltanzadeh R., Afsharipour E., Shafai C.** Investigation of transcutaneous electrical nerve stimulation improvements with microneedle array electrodes based on multi physics simulation // *Int. J. Numer. Methods Biomed. Eng.* 2020. Vol. 36, N. 3. e3318.
38. **Zips S., Grob L., Rinklin P.** et al. Fully Printed  $\mu$ -Needle Electrode Array from Conductive Polymer Ink for Bioelectronic Applications // *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 2019. Vol. 11, N. 36. P. 32778—32786.
39. **Idogawa S., Yamashita K., Kubota Y.** et al. Coaxial microneedle-electrode for multichannel and local-differential recordings of neuronal activity // *Sens. Actuators B.* 2020. Vol. 320. 128442.
40. **Xie L., Zeng H., Sun J.** et al. Engineering Microneedles for Therapy and Diagnosis: A Survey // *Micromachines.* 2020. Vol. 11, N. 3. 271.
41. **Li Y., Zhang H., Yang R.** et al. In-plane silicon microneedles with open capillary microfluidic networks by deep reac-



tive ion etching and sacrificial layer based sharpening // *Sens. Actuators A*. 2019. Vol. 292. P. 149–157.

42. **Zainal Abidin H. E., Ooi P. C., Tiong T. Y.** et al. Stress and Deformation of Optimally Shaped Silicon Microneedles for Transdermal Drug Delivery // *J. Pharm. Sci.* 2020. Vol. 109, N. 8. P. 2485–2492.

43. **Li Y., Zhang H., Yang R.** et al. Fabrication of sharp silicon hollow microneedles by deep-reactive ion etching towards minimally invasive diagnostics // *Microsyst. Nanoeng.* 2019. Vol. 5, N. 1. 41.

44. **Hasegawa Y., Yasuda Y., Taniguchi K.** et al. Fabrication method with high-density, high-height microneedle using micro-indentation method for drug delivery system // *Microsyst. Technol.* 2020. Vol. 26, N. 3. P. 765–773.

45. **Sakamoto M., Hasegawa Y., Taniguchi K.** et al. Four-Sided Tip-Separable Micro-Needle Device With Large Barb Formed By Anisotropic Wet Etching For Trans-Dermal Drug Delivery System // *Proceedings of the 2019 20th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems & Eurosensors XXXIII (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXXIII)*, June 23–27, 2019. Berlin, Germany. P. 1760–1763.

46. **McGrath M. G., Vrdoljak A., O'Mahony C.** et al. Determination of parameters for successful spray coating of silicon microneedle arrays // *Int. J. Pharm.* 2011. Vol. 415, N. 1–2. P. 140–149.

47. **Bolton C. J. W., Howells O., Blayney G. J.** et al. Hollow silicon microneedle fabrication using advanced plasma etch technologies for applications in transdermal drug delivery // *Lab Chip*. 2020. Vol. 20, N. 15. P. 2788–2795.

48. **Berry C. A., Smith Z. R., Collins S. D.** et al. Dermal ISF Collection Using a Si Microneedle Array // *Proceedings of the 2020 IEEE 33rd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, January 18–22, 2020. Vancouver, Canada. P. 365–368.

49. **Masouleh M. M., Koohsorkhi J., Moghadam R. A.** Direct writing of individual micro/nanofiber patterns suitable for flexible electronics using MEMS-based microneedle // *Microelectron. Eng.* 2020. Vol. 229. 111345.

50. **He X., Sun J., Zhuang J.** et al. Microneedle System for Transdermal Drug and Vaccine Delivery: Devices, Safety, and Prospects // *Dose-Response*. 2019. Vol. 17, N. 4. P. 1–18.

51. **Martanto W., Moore J. S., Kashlan O.** et al. Microinfusion Using Hollow Microneedles // *Pharm. Res.* 2006. Vol. 23, N. 1. P. 104–113.

52. **Gupta J., Felner E. I., Prausnitz M. R.** Minimally Invasive Insulin Delivery in Subjects with Type 1 Diabetes Using Hollow Microneedles // *Diabetes Technol. Ther.* 2009. Vol. 11, N. 6. P. 329–337.

53. **Gupta J., Felner E. I., Prausnitz M. R.** Rapid Pharmacokinetics of Intradermal Insulin Administered Using Microneedles in Type 1 Diabetes Subjects // *Diabetes Technol. Ther.* 2011. Vol. 13, N. 4. P. 451–456.

54. **Wang P. M., Cornwell M., Hill J.** et al. Precise Micro-injection into Skin Using Hollow Microneedles // *J. Invest. Dermatol.* 2006. Vol. 126, N. 5. P. 1080–1087.

55. **Ayittay P. N., Walker J. S., Rice J. J.** et al. Glass microneedles for force measurements: a finite-element analysis model // *Pflug. Arch. Eur. J. Physiol.* 2009. Vol. 457, N. 6. P. 1415–1422.

56. **Ita K.** Ceramic microneedles and hollow microneedles for transdermal drug delivery: Two decades of research // *J. Drug Deliv. Sci. Technol.* 2018. Vol. 44. P. 314–322.

57. **Olhero S. M., Lopes E., Ferreira J. M. F.** Fabrication of ceramic microneedles — The role of specific interactions between processing additives and the surface of oxide particles in Epoxy Gel Casting // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2016. Vol. 36, N. 16. P. 4131–4140.

58. **Gholami S., Mohebi M.-M., Hajizadeh-Saffar E.** et al. Fabrication of microporous inorganic microneedles by centrifugal casting method for transdermal extraction and delivery // *Int. J. Pharm.* 2019. Vol. 558. P. 299–310.

59. **Verhoeven M., Bystrova S., Winnubst L.** et al. Applying ceramic nanoporous microneedle arrays as a transport interface in egg plants and an ex-vivo human skin model // *Microelectron. Eng.* 2012. Vol. 98. P. 659–662.

60. **Yu W., Jiang G., Liu D.** et al. Transdermal delivery of insulin with bioceramic composite microneedles fabricated by gelatin and hydroxyapatite // *Mater. Sci. Eng. C*. 2017. Vol. 73. P. 425–428.

61. **Gittard S. D., Narayan R. J., Jin C.** et al. Pulsed laser deposition of antimicrobial silver coating on Ormocer® microneedles // *Biofabrication*. 2009. Vol. 1, N. 4. 041001.

62. **Hu Z., Meduri C. S., Ingrole R. S. J.** et al. Solid and hollow metallic glass microneedles for transdermal drug-delivery // *Appl. Phys. Lett.* 2020. Vol. 116, N. 20. 203703.

63. **Aksit A., Rastogi S., Nadal M. L.** et al. Drug delivery device for the inner ear: ultra-sharp fully metallic microneedles // *Drug Deliv. Transl. Res.* 2021. Vol. 11. P. 214–226.

64. **Waghule T., Singhvi G., Dubey S. K.** et al. Microneedles: A smart approach and increasing potential for transdermal drug delivery system // *Biomed. Pharmacother.* 2019. Vol. 109. P. 1249–1258.

65. **Bai W. Q., Li Y. G., Yang C. S.** et al. Fabrication of Metal Micro Needle Array by LIGA Process // *Adv. Mater. Res.* 2012. Vol. 418–420. P. 1911–1914.

66. **Satti A. T., Park J., Park J.** et al. Fabrication of Parylene-Coated Microneedle Array Electrode for Wearable ECG Device // *Sensors*. 2020. Vol. 20, N. 18. 5183.

67. **Tort S., Mutlu Agardan N. B., Han D.** et al. In vitro and in vivo evaluation of microneedles coated with electrosprayed micro/nanoparticles for medical skin treatments // *J. Microencapsul.* 2020. Vol. 37, N. 7. P. 517–527.

68. **Ullah A., Khan H., Choi H. J.** et al. Smart Microneedles with Porous Polymer Coatings for pH-Responsive Drug Delivery // *Polymers*. 2019. Vol. 11, N. 11. 1834.

69. **Martanto W., Davis S. P., Holiday N. R.** et al. Transdermal Delivery of Insulin Using Microneedles in Vivo // *Pharm. Res.* 2004. Vol. 21, N. 6. P. 947–952.

70. **Kim Y.-C., Quan F.-S., Compans R. W.** et al. Formulation and coating of microneedles with inactivated influenza virus to improve vaccine stability and immunogenicity // *J. Control. Release*. 2010. Vol. 142, N. 2. P. 187–195.

71. **Rajabi M., Roxhed N., Shafagh R. Z.** et al. Flexible and Stretchable Microneedle Patches with Integrated Rigid Stainless Steel Microneedles for Transdermal Biointerfacing // *PLoS One*. 2016. Vol. 11, N. 12. e0166330.

72. **Gupta J., Gill H. S., Andrews S. N.** et al. Kinetics of skin resealing after insertion of microneedles in human subjects // *J. Control. Release*. 2011. Vol. 154, N. 2. P. 148–155.

73. **Kim S.-J., Shin J.-H., Noh J.-Y.** et al. Development of the novel coating formulations for skin vaccination using stainless steel microneedle // *Drug Deliv. Transl. Res.* 2016. Vol. 6, N. 5. P. 486–497.

74. **Koutsonanos D. G., Martin M. D. P., Zarnitsyn V. G.** et al. Transdermal Influenza Immunization with Vaccine-Coated Microneedle Arrays // *PLoS One*. 2009. Vol. 4, N. 3. e4773.

75. **Mo J., Liu J., Huang S.** et al. Determination of Transdermal Rate of Metallic Microneedle Array through an Impedance Measurements-Based Numerical Check Screening Algorithm // *Micromachines*. 2022. Vol. 13, N. 5. 718.

76. **Ameri M., Kadkhodayan M., Nguyen J.** et al. Human Growth Hormone Delivery with a Microneedle Transdermal System: Preclinical Formulation, Stability, Delivery and PK of

Therapeutically Relevant Doses // *Pharmaceutics*. 2014. Vol. 6, N. 2. P. 220–234.

77. **Skoog S. A., Miller P. R., Boehm R. D.** et al. Nitrogen-incorporated ultrananocrystalline diamond microneedle arrays for electrochemical biosensing // *Diam. Relat. Mater.* 2015. Vol. 54. P. 39–46.

78. **Lee K., Lee H. C., Lee D.-S.** et al. Drawing Lithography: Three-Dimensional Fabrication of an Ultrahigh-Aspect-Ratio Microneedle // *Adv. Mater.* 2010. Vol. 22, N. 4. P. 483–486.

79. **Mansoor I., Liu Y., Häfeli U. O.** et al. Fabrication of hollow microneedle arrays using electrodeposition of metal onto solvent cast conductive polymer structures // *Proceedings of the 2013 Transducers & Eurosensors XXVII: The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSensors XXVII)*, June 16–20, 2013. Barcelona, Spain. P. 373–376.

80. **Miller P. R., Moorman M., Boehm R. D.** et al. Fabrication of Hollow Metal Microneedle Arrays Using a Molding and Electroplating Method // *MRS Adv.* 2019. Vol. 4, N. 24. P. 1417–1426.

81. **Chen Z., Ye R., Yang J.** et al. Rapidly Fabricate Microneedle Arrays Using Magnetorheological Drawing Lithography for Transdermal Drug Delivery // *ACS Biomater. Sci. Eng.* 2019. Vol. 5, N. 10. P. 5506–5513.

82. **Li C. G., Lee C. Y., Lee K.** et al. An optimized hollow microneedle for minimally invasive blood extraction // *Biomed. Microdevices*. 2013. Vol. 15, N. 1. P. 17–25.

83. **Karelin A. M., Orekhov Y. D., Luchinin V. V.** et al. Development of a Modular Reconfigurable Mold for Prototyping of Hollow Microneedles // *Proceedings of the 2022 Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (ElConRus)*, January 25–28, 2022. St. Petersburg, Russia. P. 1531–1533.

84. **García-López E., Siller H. R., Rodríguez C. A.** Study of the fabrication of AISI 316L microneedle arrays // *Procedia Manuf.* 2018. Vol. 26. P. 117–124.

85. **Donnelly R. F., Singh T. R. R., Morrow D. I. J.** et al. Microneedle-Mediated Transdermal and Intradermal Drug Delivery. John Wiley & Sons, Ltd.: Hoboken, NJ, USA, 2012. 196 p.

86. **Hong X., Wei L., Wu F.** et al. Dissolving and biodegradable microneedle technologies for transdermal sustained delivery of drug and vaccine // *Drug Des. Devel. Ther.* 2013. Vol. 7. P. 945–952.

87. **Lopez-Ramirez M. A., Soto F., Wang C.** et al. Built-In Active Microneedle Patch with Enhanced Autonomous Drug Delivery // *Adv. Mater.* 2019. Vol. 32, N. 1. 1905740.

88. **Lin S., Lin H., Yang M.** et al. A two-dimensional MXene potentiates a therapeutic microneedle patch for photonic implantable medicine in the second NIR biowindow // *Nanoscale*. 2020. Vol. 12, N. 18. P. 10265–10276.

89. **Tekko I. A., Chen G., Domínguez-Robles J.** et al. Development and characterisation of novel poly (vinyl alcohol)/poly (vinyl pyrrolidone)-based hydrogel-forming microneedle arrays for enhanced and sustained transdermal delivery of methotrexate // *Int. J. Pharm.* 2020. Vol. 586. 119580.

90. **Cordeiro A. S., Tekko I. A., Jomaa M. H.** et al. Two-Photon Polymerisation 3D Printing of Microneedle Array Templates with Versatile Designs: Application in the Development of Polymeric Drug Delivery Systems // *Pharm. Res.* 2020. Vol. 37, N. 9. 174.

91. **Caffarel-Salvador E., Kim S., Soares V.** et al. A microneedle platform for buccal macromolecule delivery // *Sci. Adv.* 2021. Vol. 7, N. 4. eabe2620.

92. **McGrath M. G., Vucen S., Vrdoljak A.** et al. Production of dissolvable microneedles using an atomised spray process: Ef-

fect of microneedle composition on skin penetration // *Eur. J. Pharm. Biopharm.* 2014. Vol. 86, N. 2. P. 200–211.

93. **Kearney M.-C., McKenna P. E., Quinn H. L.** et al. Design and Development of Liquid Drug Reservoirs for Microneedle Delivery of Poorly Soluble Drug Molecules // *Pharmaceutics*. 2019. Vol. 11, N. 11. 605.

94. **Camović M., Bišćević A., Brčić I.** et al. Coated 3D Printed PLA Microneedles as Transdermal Drug Delivery Systems // *Proceedings of the International Conference on Medical and Biological Engineering (CMBEBIH 2019)*, May 16–18, 2019. Banja Luka, Bosnia and Herzegovina. P. 735–742.

95. **Lim S. H., Kathuria H., Amir M. H. B.** et al. High resolution photopolymer for 3D printing of personalised microneedle for transdermal delivery of anti-wrinkle small peptide // *J. Control. Release*. 2021. Vol. 329. P. 907–918.

96. **Dardano P., Calìo A., Di Palma V.** et al. A Photolithographic Approach to Polymeric Microneedles Array Fabrication // *Materials*. 2015. Vol. 8, N. 12. P. 8661–8673.

97. **Dardano P., De Martino S., Battisti M.** et al. One-Shot Fabrication of Polymeric Hollow Microneedles by Standard Photolithography // *Polymers*. 2021. Vol. 13, N. 4. 520.

98. **Gao Y., Hou M., Yang R.** et al. Transdermal delivery of therapeutics through dissolvable gelatin/sucrose films coated on PEGDA microneedle arrays with improved skin permeability // *J. Mater. Chem. B*. 2019. Vol. 7, N. 47. P. 7515–7524.

99. **Kundu A., Arnett P., Bagde A.** et al. DLP 3D Printed "Intelligent" Microneedle Array (iμNA) for Stimuli Responsive Release of Drugs and Its in Vitro and ex Vivo Characterization // *J. Microelectromech. Syst.* 2020. Vol. 29, N. 5. P. 685–691.

100. **Chandbadshah S. B. V. J., Mannayee G.** Structural analysis and simulation of solid microneedle array for vaccine delivery applications // *Mater. Today: Proc.* 2022. Vol. 65. P. 3774–3779.

101. **Choi I.-J., Cha H.-R., Hwang S. J.** et al. Live Vaccinia Virus-Coated Microneedle Array Patches for Smallpox Vaccination and Stockpiling // *Pharmaceutics*. 2021. Vol. 13, N. 2. 209.

102. **Luzuriaga M. A., Berry D. R., Reagan J. C.** et al. Biodegradable 3D printed polymer microneedles for transdermal drug delivery // *Lab Chip*. 2018. Vol. 18, N. 8. P. 1223–1230.

103. **Ye R., Yang J., Li Y.** et al. Fabrication of Tip-Hollow and Tip-Dissolvable Microneedle Arrays for Transdermal Drug Delivery // *ACS Biomater. Sci. Eng.* 2020. Vol. 6, N. 4. P. 2487–2494.

104. **Zhang Y., Wu M., Tan D.** et al. A dissolving and glucose-responsive insulin-releasing microneedle patch for type 1 diabetes therapy // *J. Mater. Chem. B*. 2021. Vol. 9, N. 3. P. 648–657.

105. **Fonseca D. F., Costa P. C., Almeida I. F.** et al. Swellable Gelatin Methacryloyl Microneedles for Extraction of Interstitial Skin Fluid toward Minimally Invasive Monitoring of Urea // *Macromol. Biosci.* 2020. Vol. 20, N. 10. 2000195.

106. **Zhu J., Zhou X., Kim H.-J.** et al. Gelatin Methacryloyl Microneedle Patches for Minimally Invasive Extraction of Skin Interstitial Fluid // *Small*. 2020. Vol. 16, N. 16. 1905910.

107. **Choi S.-O., Kim Y. C., Park J.-H.** et al. An electrically active microneedle array for electroporation // *Biomed. Microdevices*. 2010. Vol. 12. P. 263–273.

108. **Economidou S. N., Uddin M. J., Marques M. J.** et al. A novel 3D printed hollow microneedle microelectromechanical system for controlled, personalized transdermal drug delivery // *Addit. Manuf.* 2021. Vol. 38. 101815.

109. **Yadav V., Sharma P. K., Murty U. S.** et al. 3D printed hollow microneedles array using stereolithography for efficient transdermal delivery of rifampicin // *Int. J. Pharm.* 2021. Vol. 605. 120815.

110. **Yeung C., Chen S., King B.** et al. A 3D-printed microfluidic-enabled hollow microneedle architecture for transdermal drug delivery // *Biomicrofluidics*. 2019. Vol. 13, N. 6. 064125.

111. **Mathew E., Pitzanti G., Gomes dos Santos A. L.** et al. Optimization of Printing Parameters for Digital Light Processing 3D Printing of Hollow Microneedle Arrays // *Pharmaceutics*. 2021. Vol. 13, N. 11. 1837.

112. **Sadeqi A., Kiaee G., Zeng W.** et al. Hard polymeric porous microneedles on stretchable substrate for transdermal drug delivery // *Sci. Rep.* 2022. Vol. 12, N. 1. 1853.

113. **Lee J. W., Choi S.-O., Felner E. I.** et al. Dissolving Microneedle Patch for Transdermal Delivery of Human Growth Hormone // *Small*. 2011. Vol. 7, N. 4. P. 531–539.

114. **Ling M.-H., Chen M.-C.** Dissolving polymer microneedle patches for rapid and efficient transdermal delivery of insulin to diabetic rats // *Acta Biomater.* 2013. Vol. 9, N. 11. P. 8952–8961.

115. **Edens C., Collins M. L., Goodson J. L.** et al. A microneedle patch containing measles vaccine is immunogenic in non-human primates // *Vaccine*. 2015. Vol. 33, N. 37. P. 4712–4718.

116. **Edens C., Dybdahl-Sissoko N. C., Weldon W. C.** et al. Inactivated polio vaccination using a microneedle patch is immunogenic in the rhesus macaque // *Vaccine*. 2015. Vol. 33, N. 37. P. 4683–4690.

117. **Sullivan S. P., Koutsonanos D. G., del Pilar Martin M.** et al. Dissolving polymer microneedle patches for influenza vaccination // *Nat. Med.* 2010. Vol. 16, N. 8. P. 915–920.

118. **Sullivan S. P., Murthy N., Prausnitz M. R.** Minimally invasive protein delivery with rapidly dissolving polymer microneedles // *Adv. Mater.* 2008. Vol. 20, N. 5. P. 933–938.

119. **Aksit A., Arteaga D. N., Arriaga M.** et al. In-vitro perforation of the round window membrane via direct 3-D printed microneedles // *Biomed. Microdevices*. 2018. Vol. 20. 47.

120. **Gareev K. G., Khmelnitskiy I. K., Mandrik I. V.** et al. Microfluidic System for Drug Delivery Based on Microneedle Array and IPMC Valveless Pump // *Proceedings of the 2021 IEEE*

*Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus)*, January 26–29, 2021. St. Petersburg and Moscow, Russia. P. 1744–1747.

121. **Szeto B., Aksit A., Valentini C.** et al. Novel 3D-printed hollow microneedles facilitate safe, reliable, and informative sampling of perilymph from guinea pigs // *Hear. Res.* 2021. Vol. 400. 108141.

122. **Abdul Jalal M. I., Ooi K. S., Foo K. C.** et al. Transdermal Maltose-Based Microneedle Patch as Adjunct to Enhance Topical Anesthetic before Intravenous Cannulation of Pediatric Thalassemic Patients Receiving Blood Transfusion: A Randomized Controlled Trial Protocol // *J. Clin. Med.* 2022. Vol. 11, N. 18. 5291.

123. **Castilla-Casadio D. A., Carlton H., Gonzalez-Nino D.** et al. Design, characterization, and modeling of a chitosan microneedle patch for transdermal delivery of meloxicam as a pain management strategy for use in cattle // *Mater. Sci. Eng. C*. 2021. Vol. 118. 111544.

124. **Habib R., Azad A. K., Akhlaq M.** et al. Thiolated Chitosan Microneedle Patch of Levosulpiride from Fabrication, Characterization to Bioavailability Enhancement Approach // *Polymers*. 2022. Vol. 14, N. 3. 415.

125. **Wan T., Pan Q., Ping Y.** Microneedle-assisted genome editing: A transdermal strategy of targeting NLRP3 by CRISPR-Cas9 for synergistic therapy of inflammatory skin disorders // *Sci. Adv.* 2021. Vol. 7, N. 11. eabe2888.

126. **Terashima S., Tatsukawa C., Takahashi T.** et al. Fabrication of hyaluronic acid hollow microneedle array // *Jpn. J. Appl. Phys.* 2020. Vol. 59, N. SI. S11J03.

127. **Chew S. W. T., Shah A. H., Zheng M.** et al. A self-adhesive microneedle patch with drug loading capability through swelling effect // *Bioeng. Transl. Med.* 2020. Vol. 5, N. 2. e10157.

**O. A. Testov**, Specialist in Electronics, **V. M. Aivazyán**, Junior Researcher, **I. K. Khmelnitskiy**, Ph. D., Leading Researcher, khmelnitskiy@gmail.com, **V. V. Luchinin**, D. Sc., Principal Researcher, **K. G. Gareev**, Ph. D., Senior Researcher, **A. M. Karelin**, Engineer, **S. E. Parfenovich**, Engineer, **D. O. Testov**, Engineer, **E. E. Kholodkova**, Student  
St. Petersburg State Electrotechnical University "LETI" named after V. I. Ulyanov (Lenin),  
St. Petersburg, 197022, Russian Federation

*Corresponding author:*

**Khmelnitskiy Ivan K.**, Ph. D., Leading Researcher, St. Petersburg State Electrotechnical University "LETI" named after V. I. Ulyanov (Lenin), St. Petersburg, 197022, Russian Federation, e-mail: khmelnitskiy@gmail.com

## Microneedles — Heterogeneous Intelligent Microsystems for Transdermal Monitoring and Correction of the Body State

*Received on February 02, 2023*

*Accepted on February 18, 2023*

*The use of microneedles for discrete and continuous monitoring and correction of the body state is a progressive direction in personalized medicine. The desire to minimize the consequences of invasive diagnostic methods and increase the effectiveness of drug therapeutic effects determines the intellectualization of microneedles, their designs and technologies of use. Microneedles and their arrays are presented as complex functional microsystems, the creation of which is based on the use of micro- and nanotechnology processes, as well as heterogeneous organic-inorganic compositions.*

**Keywords:** *microsystem, microneedle, transdermal transfer, microneedle length, microneedle diameter, material, organism, monitoring, correction*

For citation:

**Testov O. A., Aivazyan V. M., Khmelnitskiy I. K., Luchinin V. V., Gareev K. G., Karelin A. M., Parfenovich S. E., Testov D. O., Kholodkova E. E.** Microneedles — Heterogeneous Intelligent Microsystems for Transdermal Monitoring and Correction of the Body State, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2023, vol. 25, no. 3, pp. 124–141.

DOI: 10.17587/nmst.25.124-141

## References

1. **Agadzhanyan N. A., Ushakov I. B., Torshin V. I.** et al. *Ekologiya cheloveka: Slovar'-spravochnik*. Moscow, MMP "Ecocenter", izd-vo "KRUK", 1997, 208 p. (in Russian).
2. **Wang Z., Luan J., Seth A.** et al. Microneedle patch for the ultrasensitive quantification of protein biomarkers in interstitial fluid, *Nat. Biomed. Eng.*, 2021, vol. 5, no. 1, pp. 64–76.
3. **Wu M., Zhang Y., Huang H.** et al. Assisted 3D printing of microneedle patches for minimally invasive glucose control in diabetes, *Mater. Sci. Eng. C*, 2020, vol. 117, 111299.
4. **WHO** calls for worldwide use of "smart" syringes. URL: <https://apps.who.int/mediacentre/news/releases/2015/injection-safety/en/> (accessed on 01.02.2023).
5. V 2018 godu v Rossii bylo provedeno 6.7 mln kosmetologicheskikh inektsionnykh protsedur. URL: <https://vademec.ru/news/2019/08/12/v-2018-godu-v-rossii-bylo-provedeno-6-7-mln-kosmetologicheskikh-inektsionnykh-protsedur/> (accessed on 01.02.2023) (in Russian).
6. **Patent US 3964482.** Drug delivery device / Gerstel M. S., Place V. A.; publ. 22.06.1976.
7. **Patent SU 612904.** Sposob izgotovleniya mikroigl / Yurin V. M., Plaks A. V.; publ. 30.06.1978 (in Russian).
8. **Kripke B. R., Ogden T. E.** A technique for beveling fine micropipettes, *Electroencephalogr. Clin. Neurophysiol.*, 1974, vol. 36, pp. 323–326.
9. **Khmelnitskiy I. K., Luchinin V. V., Gareev K. G.** et al. Oblik i osnovnye funktsional'nye elementy interaktivnoy mul'timodal'noy gibridnoy konformnoy mikrosistemy dlya operativnogo transdermal'nogo mediko-biologicheskogo monitoringa i korrektsii sostoyaniya organizma, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2021, vol. 23, no. 6, pp. 294–299 (in Russian).
10. **Luchinin V. V., Bokhov O. S., Mandrik I. V.** et al. Konformno integrirovannaya elektronnaya komponentnaya baza gibkoy pechatnoy elektroniki dlya Interneta lyudey, *Elektronika: nauka, tekhnologiya, biznes*, 2020, no. 5 (196), pp. 82–89 (in Russian).
11. **Linh V. T. N., Yim S.-G., Mun C.** et al. Bioinspired plasmonic nanoflower-decorated microneedle for label-free intradermal sensing, *Appl. Surf. Sci.*, 2021, vol. 551, 149411.
12. **Faghihi G., Nabavinejad S., Mokhtari F.** et al. Microneedling in androgenetic alopecia; comparing two different depths of microneedles, *J. Cosmet. Dermatol.*, 2021, vol. 20, no. 4, pp. 1241–1247.
13. **Larrañeta E., Lutton R. E. M., Woolfson A. D.** et al. Microneedle arrays as transdermal and intradermal drug delivery systems: Materials science, manufacture and commercial development, *Mater. Sci. Eng. R Rep.*, 2016, vol. 104, pp. 1–32.
14. **Bae W.-G., Ko H., So J.-Y.** et al. Snake fang-inspired stamping patch for transdermal delivery of liquid formulations, *Sci. Transl. Med.*, 2019, vol. 11, no. 503, eaaw3329.
15. **GOST R 52623.4–2015.** Tekhnologii vypolneniya prostykh meditsinskikh uslug invazivnykh vmeshatel'stv. URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200119182> (accessed on 01.02.2023) (in Russian).
16. **Patent RU 2782876.** Besklapannyy membrannyi mikrofluidnyy nasos / Aivazyan V. M., Gareev K. G., Karelin A. M. et al.; publ. 07.11.2022 (in Russian).
17. **Samant P. P., Niedzwiecki M. M., Raviele N.** et al. Sampling interstitial fluid from human skin using a microneedle patch, *Sci. Transl. Med.*, 2020, vol. 12, no. 571, eaaw0285.
18. **Kim Y.-C., Park J.-H., Prausnitz M. R.** Microneedles for drug and vaccine delivery, *Adv. Drug Deliv. Rev.*, 2012, vol. 64, no. 14, pp. 1547–1568.
19. **Bodhale D. W., Nisar A., Afzulpurkar N.** Structural and microfluidic analysis of hollow side-open polymeric microneedles for transdermal drug delivery applications, *Microfluid. Nanofluid.*, 2010, vol. 8, no. 3, pp. 373–392.
20. **Burton S. A., Ng C.-Y., Simmers R.** et al. Rapid intradermal delivery of liquid formulations using a hollow microstructured array, *Pharm. Res.*, 2011, vol. 28, no. 1, pp. 31–40.
21. **Donnelly R. F., Singh T. R. R., Woolfson A. D.** Microneedle-based drug delivery systems: Microfabrication, drug delivery, and safety, *Drug Deliv.*, 2010, vol. 17, no. 4, pp. 187–207.
22. **Young B. A., Herzog F., Friedel P.** et al. Tears of venom: Hydrodynamics of reptilian envenomation, *Phys. Rev. Lett.*, 2011, vol. 106, no. 19, 198103.
23. **Courtenay A. J., McAlister E., McCrudden M. T. C.** et al. Hydrogel-forming microneedle arrays as a therapeutic option for transdermal esketamine delivery, *J. Control. Release*, 2020, vol. 322, pp. 177–186.
24. **McAlister E., Dutton B., Vora L. K.** et al. Directly Compressed Tablets: A Novel Drug-Containing Reservoir Combined with Hydrogel-Forming Microneedle Arrays for Transdermal Drug Delivery, *Adv. Healthcare Mater.*, 2021, vol. 10, no. 3, 2001256.
25. **Zheng M., Wang Z., Chang H.** et al. Osmosis-Powered Hydrogel Microneedles for Microliters of Skin Interstitial Fluid Extraction within Minutes, *Adv. Healthcare Mater.*, 2020, vol. 9, no. 10, 1901683.
26. **Yang S.-J., Jeong J.-O., Lim Y.-M.** et al. Synthesis and characterization of PVP microneedle patch using metal bioelectrodes for novel drug delivery system, *Mater. Des.*, 2021, vol. 201, 109485.
27. **Chen M.-C., Huang S.-F., Lai K.-Y.** et al. Fully embeddable chitosan microneedles as a sustained release depot for intradermal vaccination, *Biomaterials*, 2013, vol. 34, no. 12, pp. 3077–3086.
28. **Fonseca D. F. S., Vilela C., Pinto R. J. B.** et al. Bacterial nanocellulose-hyaluronic acid microneedle patches for skin applications: In vitro and in vivo evaluation, *Mater. Sci. Eng. C*, 2021, vol. 118, 111350.
29. **Song J. E., Jun S.-H., Park S.-G.** et al. A Semi-Dissolving Microneedle Patch Incorporating TEMPO-Oxidized Bacterial Cellulose Nanofibers for Enhanced Transdermal Delivery, *Polymers*, 2020, vol. 12, no. 9, 1873.
30. **Park S. C., Kim M. J., Baek S.-K.** et al. Spray-Formed Layered Polymer Microneedles for Controlled Biphasic Drug Delivery, *Polymers*, 2019, vol. 11, no. 2, 369.
31. **Bok M., Zhao Z.-J., Jeon S.** et al. Ultrasonically and Iontophoretically Enhanced Drug-Delivery System Based on Dissolving Microneedle Patches, *Sci. Rep.*, 2020, vol. 10, no. 1, 2027.
32. **Zhang X., Chen G., Sun L.** et al. Claw-inspired microneedle patches with liquid metal encapsulation for accelerating

incisional wound healing, *Chem. Eng. J.*, 2021, vol. 406, 126741.

33. **Tathiparmak A., Aksoy B., Shishhegarkhaneh L. R.** et al. Use of combined fractional carbon dioxide laser and fractional microneedle radiofrequency for the treatment of acne scars: A retrospective analysis of 1-month treatment outcome on scar severity and patient satisfaction, *J. Cosmet. Dermatol.*, 2020, vol. 19, no. 1, pp. 115–121.

34. **Alexiades M., Munavalli G. S.** Single Treatment Protocol With Microneedle Fractional Radiofrequency for Treatment of Body Skin Laxity and Fat Deposits, *Lasers Surg. Med.*, 2021, vol. 53, no. 8, pp. 1026–1031.

35. **Dayan E., Chia C., Burns A. J.** et al. Adjustable Depth Fractional Radiofrequency Combined With Bipolar Radiofrequency: A Minimally Invasive Combination Treatment for Skin Laxity, *Aesthet. Surg. J.*, 2019, vol. 39, no. Supplement\_3, pp. S112–S119.

36. **Seong G. H., Jin E. M., Ryu T. U.** et al. Fractional Radiofrequency Microneedling Combined With Fractional Carbon Dioxide Laser Treatment for Striae Distensae, *Lasers Surg. Med.*, 2021, vol. 53, no. 2, pp. 219–226.

37. **Soltanzadeh R., Afsharipour E., Shafai C.** Investigation of transcutaneous electrical nerve stimulation improvements with microneedle array electrodes based on multiphysics simulation, *Int. J. Numer. Methods Biomed. Eng.*, 2020, vol. 36, no. 3, e3318.

38. **Zips S., Grob L., Rinklin P.** et al. Fully Printed  $\mu$ -Needle Electrode Array from Conductive Polymer Ink for Bioelectronic Applications, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2019, vol. 11, no. 36, pp. 32778–32786.

39. **Idogawa S., Yamashita K., Kubota Y.** et al. Coaxial microneedle-electrode for multichannel and local-differential recordings of neuronal activity, *Sens. Actuators B*, 2020, vol. 320, 128442.

40. **Xie L., Zeng H., Sun J.** et al. Engineering Microneedles for Therapy and Diagnosis: A Survey, *Micromachines*, 2020, vol. 11, no. 3, 271.

41. **Li Y., Zhang H., Yang R.** et al. In-plane silicon microneedles with open capillary microfluidic networks by deep reactive ion etching and sacrificial layer based sharpening, *Sens. Actuators A*, 2019, vol. 292, pp. 149–157.

42. **Zainal Abidin H. E., Ooi P. C., Tiong T. Y.** et al. Stress and Deformation of Optimally Shaped Silicon Microneedles for Transdermal Drug Delivery, *J. Pharm. Sci.*, 2020, vol. 109, no. 8, pp. 2485–2492.

43. **Li Y., Zhang H., Yang R.** et al. Fabrication of sharp silicon hollow microneedles by deep-reactive ion etching towards minimally invasive diagnostics, *Microsyst. Nanoeng.*, 2019, vol. 5, no. 1, 41.

44. **Hasegawa Y., Yasuda Y., Taniguchi K.** et al. Fabrication method with high-density, high-height microneedle using micro-indentation method for drug delivery system, *Microsyst. Technol.*, 2020, vol. 26, no. 3, pp. 765–773.

45. **Sakamoto M., Hasegawa Y., Taniguchi K.** et al. Four-Sided Tip-Separable Micro-Needle Device With Large Barb Formed By Anisotropic Wet Etching For Trans-Dermal Drug Delivery System, *Proceedings of the 2019 20th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems & Eurosensors XXXIII (TRANSDUCERS & EUROSensors XXXIII)*, June 23–27, 2019. Berlin, Germany, pp. 1760–1763.

46. **McGrath M. G., Vrdoljak A., O'Mahony C.** et al. Determination of parameters for successful spray coating of silicon microneedle arrays, *Int. J. Pharm.*, 2011, vol. 415, no. 1–2, pp. 140–149.

47. **Bolton C. J. W., Howells O., Blayney G. J.** et al. Hollow silicon microneedle fabrication using advanced plasma etch technologies for applications in transdermal drug delivery, *Lab Chip*, 2020, vol. 20, no. 15, pp. 2788–2795.

48. **Berry C. A., Smith Z. R., Collins S. D.** et al. Dermal ISF Collection Using a Si Microneedle Array, *Proceedings of the 2020 IEEE 33rd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, January 18–22, 2020. Vancouver, Canada, pp. 365–368.

49. **Masouleh M. M., Koohsorkhi J., Moghadam R. A.** Direct writing of individual micro/nanofiber patterns suitable for flexible electronics using MEMS-based microneedle, *Microelectron. Eng.*, 2020, vol. 229, 111345.

50. **He X., Sun J., Zhuang J.** et al. Microneedle System for Transdermal Drug and Vaccine Delivery: Devices, Safety, and Prospects, *Dose-Response*, 2019, vol. 17, no. 4, pp. 1–18.

51. **Martanto W., Moore J. S., Kashlan O.** et al. Microinfusion Using Hollow Microneedles, *Pharm. Res.*, 2006, vol. 23, no. 1, pp. 104–113.

52. **Gupta J., Felner E. I., Prausnitz M. R.** Minimally Invasive Insulin Delivery in Subjects with Type 1 Diabetes Using Hollow Microneedles, *Diabetes Technol. Ther.*, 2009, vol. 11, no. 6, pp. 329–337.

53. **Gupta J., Felner E. I., Prausnitz M. R.** Rapid Pharmacokinetics of Intradermal Insulin Administered Using Microneedles in Type 1 Diabetes Subjects, *Diabetes Technol. Ther.*, 2011, vol. 13, no. 4, pp. 451–456.

54. **Wang P. M., Cornwell M., Hill J.** et al. Precise Microinjection into Skin Using Hollow Microneedles, *J. Invest. Dermatol.*, 2006, vol. 126, no. 5, pp. 1080–1087.

55. **Ayittay P. N., Walker J. S., Rice J. J.** et al. Glass microneedles for force measurements: a finite-element analysis model, *Pflug. Arch. Eur. J. Physiol.*, 2009, vol. 457, no. 6, pp. 1415–1422.

56. **Ita K.** Ceramic microneedles and hollow microneedles for transdermal drug delivery: Two decades of research, *J. Drug Deliv. Sci. Technol.*, 2018, vol. 44, pp. 314–322.

57. **Olhero S. M., Lopes E., Ferreira J. M. F.** Fabrication of ceramic microneedles — The role of specific interactions between processing additives and the surface of oxide particles in Epoxy Gel Casting, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2016, vol. 36, no. 16, pp. 4131–4140.

58. **Gholami S., Mohebi M.-M., Hajizadeh-Saffar E.** et al. Fabrication of microporous inorganic microneedles by centrifugal casting method for transdermal extraction and delivery, *Int. J. Pharm.*, 2019, vol. 558, pp. 299–310.

59. **Verhoeven M., Bystrova S., Winnubst L.** et al. Applying ceramic nanoporous microneedle arrays as a transport interface in egg plants and an ex-vivo human skin model, *Microelectron. Eng.*, 2012, vol. 98, pp. 659–662.

60. **Yu W., Jiang G., Liu D.** et al. Transdermal delivery of insulin with bioceramic composite microneedles fabricated by gelatin and hydroxyapatite, *Mater. Sci. Eng. C*, 2017, vol. 73, pp. 425–428.

61. **Gittard S. D., Narayan R. J., Jin C.** et al. Pulsed laser deposition of antimicrobial silver coating on Ormocer® microneedles, *Biofabrication*, 2009, vol. 1, no. 4, 041001.

62. **Hu Z., Meduri C. S., Ingrole R. S. J.** et al. Solid and hollow metallic glass microneedles for transdermal drug-delivery, *Appl. Phys. Lett.*, 2020, vol. 116, no. 20, 203703.

63. **Aksit A., Rastogi S., Nadal M. L.** et al. Drug delivery device for the inner ear: ultra-sharp fully metallic microneedles, *Drug Deliv. Transl. Res.*, 2021, vol. 11, pp. 214–226.

64. **Waghule T., Singhvi G., Dubey S. K.** et al. Microneedles: A smart approach and increasing potential for transdermal drug

delivery system, *Biomed. Pharmacother.*, 2019, vol. 109, pp. 1249–1258.

65. **Bai W. Q., Li Y. G., Yang C. S.** et al. Fabrication of Metal Micro Needle Array by LIGA Process, *Adv. Mater. Res.*, 2012, vol. 418–420, pp. 1911–1914.

66. **Satti A. T., Park J., Park J.** et al. Fabrication of Parylene-Coated Microneedle Array Electrode for Wearable ECG Device, *Sensors*, 2020, vol. 20, no. 18, 5183.

67. **Tort S., Mutlu Agardan N. B., Han D.** et al. In vitro and in vivo evaluation of microneedles coated with electrosprayed micro/nanoparticles for medical skin treatments, *J. Microencapsul.*, 2020, vol. 37, no. 7, pp. 517–527.

68. **Ullah A., Khan H., Choi H. J.** et al. Smart Microneedles with Porous Polymer Coatings for pH-Responsive Drug Delivery, *Polymers*, 2019, vol. 11, no. 11, 1834.

69. **Martanto W., Davis S. P., Holiday N. R.** et al. Transdermal Delivery of Insulin Using Microneedles in Vivo, *Pharm. Res.*, 2004, vol. 21, no. 6, pp. 947–952.

70. **Kim Y.-C., Quan F.-S., Compans R. W.** et al. Formulation and coating of microneedles with inactivated influenza virus to improve vaccine stability and immunogenicity, *J. Control. Release*, 2010, vol. 142, no. 2, pp. 187–195.

71. **Rajabi M., Roxhed N., Shafagh R. Z.** et al. Flexible and Stretchable Microneedle Patches with Integrated Rigid Stainless Steel Microneedles for Transdermal Biointerfacing, *PLoS One*, 2016, vol. 11, no. 12, e0166330.

72. **Gupta J., Gill H. S., Andrews S. N.** et al. Kinetics of skin resealing after insertion of microneedles in human subjects, *J. Control. Release*, 2011, vol. 154, no. 2, pp. 148–155.

73. **Kim S.-J., Shin J.-H., Noh J.-Y.** et al. Development of the novel coating formulations for skin vaccination using stainless steel microneedle, *Drug Deliv. Transl. Res.*, 2016, vol. 6, no. 5, pp. 486–497.

74. **Koutsonanos D. G., Martin M. D. P., Zarnitsyn V. G.** et al. Transdermal Influenza Immunization with Vaccine-Coated Microneedle Arrays, *PLoS One*, 2009, vol. 4, no. 3, e4773.

75. **Mo J., Liu J., Huang S.** et al. Determination of Transdermal Rate of Metallic Microneedle Array through an Impedance Measurements-Based Numerical Check Screening Algorithm, *Micromachines*, 2022, vol. 13, no. 5, 718.

76. **Ameri M., Kadkhodayan M., Nguyen J.** et al. Human Growth Hormone Delivery with a Microneedle Transdermal System: Preclinical Formulation, Stability, Delivery and PK of Therapeutically Relevant Doses, *Pharmaceutics*, 2014, vol. 6, no. 2, pp. 220–234.

77. **Skoog S. A., Miller P. R., Boehm R. D.** et al. Nitrogen-incorporated ultrananocrystalline diamond microneedle arrays for electrochemical biosensing, *Diam. Relat. Mater.*, 2015, vol. 54, pp. 39–46.

78. **Lee K., Lee H. C., Lee D.-S.** et al. Drawing Lithography: Three-Dimensional Fabrication of an Ultrahigh-Aspect-Ratio Microneedle, *Adv. Mater.*, 2010, vol. 22, no. 4, pp. 483–486.

79. **Mansoor I., Liu Y., Häfeli U. O.** et al. Fabrication of hollow microneedle arrays using electrodeposition of metal onto solvent cast conductive polymer structures, *Proceedings of the 2013 Transducers & Eurosensors XXVII: The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXVII)*, June 16–20, 2013. Barcelona, Spain, pp. 373–376.

80. **Miller P. R., Moorman M., Boehm R. D.** et al. Fabrication of Hollow Metal Microneedle Arrays Using a Molding and Electroplating Method, *MRS Adv.*, 2019, vol. 4, no. 24, pp. 1417–1426.

81. **Chen Z., Ye R., Yang J.** et al. Rapidly Fabricate Microneedle Arrays Using Magnetorheological Drawing Lithography

for Transdermal Drug Delivery, *ACS Biomater. Sci. Eng.*, 2019, vol. 5, no. 10, pp. 5506–5513.

82. **Li C. G., Lee C. Y., Lee K.** et al. An optimized hollow microneedle for minimally invasive blood extraction, *Biomed. Microdevices*, 2013, vol. 15, no. 1, pp. 17–25.

83. **Karelin A. M., Orekhov Y. D., Luchinin V. V.** et al. Development of a Modular Reconfigurable Mold for Prototyping of Hollow Microneedles, *Proceedings of the 2022 Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (ElConRus)*, January 25–28, 2022. St. Petersburg, Russia, pp. 1531–1533.

84. **García-López E., Siller H. R., Rodríguez C. A.** Study of the fabrication of AISI 316L microneedle arrays, *Procedia Manuf.*, 2018, vol. 26, pp. 117–124.

85. **Donnelly R. F., Singh T. R. R., Morrow D. I. J.** et al. Microneedle-Mediated Transdermal and Intradermal Drug Delivery. John Wiley & Sons, Ltd.: Hoboken, NJ, USA, 2012, 196 p.

86. **Hong X., Wei L., Wu F.** et al. Dissolving and biodegradable microneedle technologies for transdermal sustained delivery of drug and vaccine, *Drug Des. Devel. Ther.*, 2013, vol. 7, pp. 945–952.

87. **Lopez-Ramirez M. A., Soto F., Wang C.** et al. Built-In Active Microneedle Patch with Enhanced Autonomous Drug Delivery, *Adv. Mater.*, 2019, vol. 32, no. 1, 1905740.

88. **Lin S., Lin H., Yang M.** et al. A two-dimensional MXene potentiates a therapeutic microneedle patch for photonic implantable medicine in the second NIR biowindow, *Nanoscale*, 2020, vol. 12, no. 18, pp. 10265–10276.

89. **Tekko I. A., Chen G., Dominguez-Robles J.** et al. Development and characterisation of novel poly (vinyl alcohol)/poly (vinyl pyrrolidone)-based hydrogel-forming microneedle arrays for enhanced and sustained transdermal delivery of methotrexate, *Int. J. Pharm.*, 2020, vol. 586, 119580.

90. **Cordeiro A. S., Tekko I. A., Jomaa M. H.** et al. Two-Photon Polymerisation 3D Printing of Microneedle Array Templates with Versatile Designs: Application in the Development of Polymeric Drug Delivery Systems, *Pharm. Res.*, 2020, vol. 37, no. 9, 174.

91. **Caffarel-Salvador E., Kim S., Soares V.** et al. A microneedle platform for buccal macromolecule delivery, *Sci. Adv.*, 2021, vol. 7, no. 4, eabe2620.

92. **McGrath M. G., Vucen S., Vrdoljak A.** et al. Production of dissolvable microneedles using an atomised spray process: Effect of microneedle composition on skin penetration, *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, 2014, vol. 86, no. 2, pp. 200–211.

93. **Kearney M.-C., McKenna P. E., Quinn H. L.** et al. Design and Development of Liquid Drug Reservoirs for Microneedle Delivery of Poorly Soluble Drug Molecules, *Pharmaceutics*, 2019, vol. 11, no. 11, 605.

94. **Camović M., Bišćević A., Brčić I.** et al. Coated 3D Printed PLA Microneedles as Transdermal Drug Delivery Systems, *Proceedings of the International Conference on Medical and Biological Engineering (CMBEBIH 2019)*, May 16–18, 2019. Banja Luka, Bosnia and Herzegovina, pp. 735–742.

95. **Lim S. H., Kathuria H., Amir M. H. B.** et al. High resolution photopolymer for 3D printing of personalised microneedle for transdermal delivery of anti-wrinkle small peptide, *J. Control. Release*, 2021, vol. 329, pp. 907–918.

96. **Dardano P., Calìo A., Di Palma V.** et al. A Photolithographic Approach to Polymeric Microneedles Array Fabrication, *Materials*, 2015, vol. 8, no. 12, pp. 8661–8673.

97. **Dardano P., De Martino S., Battisti M.** et al. One-Shot Fabrication of Polymeric Hollow Microneedles by Standard Photolithography, *Polymers*, 2021, vol. 13, no. 4, 520.



98. Gao Y., Hou M., Yang R. et al. Transdermal delivery of therapeutics through dissolvable gelatin/sucrose films coated on PEGDA microneedle arrays with improved skin permeability, *J. Mater. Chem. B*, 2019, vol. 7, no. 47, pp. 7515–7524.
99. Kundu A., Arnett P., Bagde A. et al. DLP 3D Printed "Intelligent" Microneedle Array (iμNA) for Stimuli Responsive Release of Drugs and Its in Vitro and ex Vivo Characterization, *J. Microelectromech. Syst.*, 2020, vol. 29, no. 5, pp. 685–691.
100. Chandbadshah S. B. V. J., Mannayee G. Structural analysis and simulation of solid microneedle array for vaccine delivery applications, *Mater. Today: Proc.*, 2022, vol. 65, pp. 3774–3779.
101. Choi I.-J., Cha H.-R., Hwang S. J. et al. Live Vaccinia Virus-Coated Microneedle Array Patches for Smallpox Vaccination and Stockpiling, *Pharmaceutics*, 2021, vol. 13, no. 2, 209.
102. Luzuriaga M. A., Berry D. R., Reagan J. C. et al. Biodegradable 3D printed polymer microneedles for transdermal drug delivery, *Lab Chip*, 2018, vol. 18, no. 8, pp. 1223–1230.
103. Ye R., Yang J., Li Y. et al. Fabrication of Tip-Hollow and Tip-Dissolvable Microneedle Arrays for Transdermal Drug Delivery, *ACS Biomater. Sci. Eng.*, 2020, vol. 6, no. 4, pp. 2487–2494.
104. Zhang Y., Wu M., Tan D. et al. A dissolving and glucose-responsive insulin-releasing microneedle patch for type 1 diabetes therapy, *J. Mater. Chem. B*, 2021, vol. 9, no. 3, pp. 648–657.
105. Fonseca D. F., Costa P. C., Almeida I. F. et al. Swellable Gelatin Methacryloyl Microneedles for Extraction of Interstitial Skin Fluid toward Minimally Invasive Monitoring of Urea, *Macromol. Biosci.*, 2020, vol. 20, no. 10, 2000195.
106. Zhu J., Zhou X., Kim H.-J. et al. Gelatin Methacryloyl Microneedle Patches for Minimally Invasive Extraction of Skin Interstitial Fluid, *Small*, 2020, vol. 16, no. 16, 1905910.
107. Choi S.-O., Kim Y. C., Park J.-H. et al. An electrically active microneedle array for electroporation, *Biomed. Microdevices*, 2010, vol. 12, pp. 263–273.
108. Economidou S. N., Uddin M. J., Marques M. J. et al. A novel 3D printed hollow microneedle microelectromechanical system for controlled, personalized transdermal drug delivery, *Addit. Manuf.*, 2021, vol. 38, 101815.
109. Yadav V., Sharma P. K., Murty U. S. et al. 3D printed hollow microneedles array using stereolithography for efficient transdermal delivery of rifampicin, *Int. J. Pharm.*, 2021, vol. 605, 120815.
110. Yeung C., Chen S., King B. et al. A 3D-printed microfluidic-enabled hollow microneedle architecture for transdermal drug delivery, *Biomicrofluidics*, 2019, vol. 13, no. 6, 064125.
111. Mathew E., Pitzanti G., Gomes dos Santos A. L. et al. Optimization of Printing Parameters for Digital Light Processing 3D Printing of Hollow Microneedle Arrays, *Pharmaceutics*, 2021, vol. 13, no. 11, 1837.
112. Sadeqi A., Kiaee G., Zeng W. et al. Hard polymeric porous microneedles on stretchable substrate for transdermal drug delivery, *Sci. Rep.*, 2022, vol. 12, no. 1, 1853.
113. Lee J. W., Choi S.-O., Felner E. I. et al. Dissolving Microneedle Patch for Transdermal Delivery of Human Growth Hormone, *Small*, 2011, vol. 7, no. 4, pp. 531–539.
114. Ling M.-H., Chen M.-C. Dissolving polymer microneedle patches for rapid and efficient transdermal delivery of insulin to diabetic rats, *Acta Biomater.*, 2013, vol. 9, no. 11, pp. 8952–8961.
115. Edens C., Collins M. L., Goodson J. L. et al. A microneedle patch containing measles vaccine is immunogenic in non-human primates, *Vaccine*, 2015, vol. 33, no. 37, pp. 4712–4718.
116. Edens C., Dybdahl-Sissoko N. C., Weldon W. C. et al. Inactivated polio vaccination using a microneedle patch is immunogenic in the rhesus macaque, *Vaccine*, 2015, vol. 33, no. 37, pp. 4683–4690.
117. Sullivan S. P., Koutsouanos D. G., del Pilar Martin M. et al. Dissolving polymer microneedle patches for influenza vaccination, *Nat. Med.*, 2010, vol. 16, no. 8, pp. 915–920.
118. Sullivan S. P., Murthy N., Prausnitz M. R. Minimally invasive protein delivery with rapidly dissolving polymer microneedles, *Adv. Mater.*, 2008, vol. 20, no. 5, pp. 933–938.
119. Aksit A., Arteaga D. N., Arriaga M. et al. In-vitro perforation of the round window membrane via direct 3-D printed microneedles, *Biomed. Microdevices*, 2018, vol. 20, 47.
120. Gareev K. G., Khmelnitskiy I. K., Mandrik I. V. et al. Microfluidic System for Drug Delivery Based on Microneedle Array and IPMC Valveless Pump, *Proceedings of the 2021 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (ElConRus)*, January 26–29, 2021. St. Petersburg and Moscow, Russia, pp. 1744–1747.
121. Szeto B., Aksit A., Valentini C. et al. Novel 3D-printed hollow microneedles facilitate safe, reliable, and informative sampling of perilymph from guinea pigs, *Hear. Res.*, 2021, vol. 400, 108141.
122. Abdul Jalal M. I., Ooi K. S., Foo K. C. et al. Transdermal Maltose-Based Microneedle Patch as Adjunct to Enhance Topical Anesthetic before Intravenous Cannulation of Pediatric Thalassemic Patients Receiving Blood Transfusion: A Randomized Controlled Trial Protocol, *J. Clin. Med.*, 2022, vol. 11, no. 18, 5291.
123. Castilla-Casadio D. A., Carlton H., Gonzalez-Nino D. et al. Design, characterization, and modeling of a chitosan microneedle patch for transdermal delivery of meloxicam as a pain management strategy for use in cattle, *Mater. Sci. Eng. C*, 2021, vol. 118, 111544.
124. Habib R., Azad A. K., Akhlaq M. et al. Thiolated Chitosan Microneedle Patch of Levosulpiride from Fabrication, Characterization to Bioavailability Enhancement Approach, *Polymers*, 2022, vol. 14, no. 3, 415.
125. Wan T., Pan Q., Ping Y. Microneedle-assisted genome editing: A transdermal strategy of targeting NLRP3 by CRISPR-Cas9 for synergistic therapy of inflammatory skin disorders, *Sci. Adv.*, 2021, vol. 7, no. 11, eabe2888.
126. Terashima S., Tatsukawa C., Takahashi T. et al. Fabrication of hyaluronic acid hollow microneedle array, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2020, vol. 59, no. SI, S11J03.
127. Chew S. W. T., Shah A. H., Zheng M. et al. A self-adhesive microneedle patch with drug loading capability through swelling effect, *Bioeng. Transl. Med.*, 2020, vol. 5, no. 2, e10157.

# СИСТЕМЫ НА КРИСТАЛЛЕ

## SYSTEM ON CHIP

УДК 621.382

DOI: 10.17587/nmst.25.142-148

**С. А. Гамкредидзе**, д-р техн. наук, проф., директор, **Д. Л. Гнатюк**, канд. техн. наук, зав. лаб., **А. В. Зуев**, науч. сотр., **П. П. Мальцев**, д-р техн. наук, проф., глав. науч. сотр., **О. С. Матвеев**, канд. техн. наук, вед. науч. сотр., **А. О. Михалев**, мл. науч. сотр.  
Федеральное государственное автономное научное учреждение Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники имени В. Г. Мокерова Российской академии наук

### СИСТЕМА НА КРИСТАЛЛЕ ДЛЯ ДИАПАЗОНА ЧАСТОТ 57...66 ГГц НА НАНОГЕТЕРОСТРУКТУРАХ НИТРИДА ГАЛЛИЯ

Поступила в редакцию 26.02.2023

*Приведены результаты разработки, изготовления и исследований системы на кристалле — приемо-передающих модулей с встроенными передающей и приемной антеннами для диапазона частот 57...66 ГГц, выделенного для связи и радиолокации космических систем.*

**Ключевые слова:** приемо-передающий модуль, встроенные передающие и приемные антенны, металлокерамический корпус, диапазон частот 57...66 ГГц

В официальных таблицах распределения радиочастот в зарубежных документах, например, United Kingdom Frequency Allocation Table, и российских — "Таблице распределения полос радиочастот между службами радиочастот Российской Федерации" на стр. 135—138 (Постановление Правительства Российской Федерации от 18.09.2019 г. № 1203-47) диапазон частот 57...66 ГГц выделен для связи и радиолокации космических систем. Специалисты ИСВЧПЭ РАН создали монолитные интегральные схемы (МИС) для этого диапазона с использованием широкозонного материала — нитрида галлия, обладающего повышенной устойчивостью к воздействию радиации и перспективного для применения в малых космических аппаратах.

В 2015 году ИСВЧПЭ РАН завершил разработку первого в мире комплекта МИС на нитриде галлия с встроенными приемной и передающей антеннами для диапазона частот 57...64 ГГц [1—4].

Были разработаны следующие бескорпусные МИС:

— малошумящие усилители без антенны 5411УВ01Н и интегрированный с антенной на одном кристалле 5411УВ01АН (АЕНВ.431130.293ТУ);

— усилители мощности без антенны 5411УВ02Н и интегрированный с антенной на одном кристалле 5411УВ02АН (АЕНВ.431120.294ТУ);

— преобразователь сигнала в составе: смесителя, гетеродина, усилителя промежуточной частоты на одном кристалле 5411НС01Н (АЕНВ.431320.295ТУ).

Конструктивно монолитные интегральные схемы выполнены в виде кристаллов со структурами на основе нитрида галлия (AlGaIn/GaN) на подложке сапфира для диапазона частот 57...64 ГГц в бескорпусном исполнении. При этом топологический размер ножки грибообразного затвора СВЧ-транзистора для V-диапазона частот составил 140 нм. Для изготовления экспериментальных образцов МИС использовались отечественные НЕМТ наногетероструктуры AlGaIn/AlN/GaN на подложках сапфира производства ЗАО "Элма-Малахит" (г. Зеленоград).

Электрические параметры МИС приведены в табл. 1. Предельно допустимые и предельные значения параметров режимов эксплуатации должны соответствовать нормам, установленным в табл. 2.

Основой комплекта бескорпусных МИС является однокристалльный преобразователь сигнала 5411НС01Н в составе: генератор, управляемый

Таблица 1  
Электрические параметры МИС при приемке и поставке

Наименование параметра, единица измерения	Значение параметра
Маломощный усилитель	
Коэффициент шума, дБ	не более 6,5
Коэффициент передачи, дБ	не менее 16
КСВН входа и выхода	не более 2
Ток потребления, мА	не более 100
Усилитель мощности	
Коэффициент усиления по мощности, дБ	не менее 20
Выходная мощность, мВт	не менее 100
КСВН входа и выхода	не более 2
Ток потребления, мА	не более 200
Преобразователь сигнала	
Рабочий диапазон частот выходного сигнала промежуточной частоты, ГГц	0,06—2
Коэффициент преобразования, дБ	не менее 4
КСВН входа и выхода	не более 2
Ток потребления, мА	не более 100

напряжением (ГУН), гетеродин (усилитель мощности), смеситель, усилитель промежуточной частоты. Основные параметры: рабочий диапазон частот выходного сигнала промежуточной частоты 0,06...2 ГГц; коэффициент преобразования — не менее 4 дБ; ток потребления — не более 100 мА.

Габаритный чертеж бескорпусной МИС однокристалльного преобразователя сигнала 5411НС01Н приведен на рис. 1.

С усилителя мощности преобразователя сигнала 5411НС01Н сигнал передается на бескорпусную МИС усилителя мощности (УМ) с встроенной антенной 5411УВ02АН с выходной мощностью 100 мВт и током потребления до 200 мА. Габаритный чертеж МИС УМ 5411УВ02АН показан на рис. 2.

На вход смесителя преобразователя сигнала 5411НС01Н сигнал поступает с бескорпусной МИС маломощного усилителя (МШУ) с встроенной

антенной 5411УВ01АН с коэффициентом шума 6,5 дБ, коэффициентом передачи 16 дБ и током потребления до 100 мА. Габаритный чертеж МИС МШУ 5411УВ01АН показан на рис. 3.

Дальнейшие исследования применения бескорпусных МИС на платах показали целесообразность уменьшения расстояния между преобразователем сигнала и антеннами для диапазона частот 57...64 ГГц [5].

Дополнительно были проведены проектирование и изготовление нескольких вариантов по составу узлов преобразователя сигнала и встроенных передающих и приемных антенн [6—8].

В результате сформировали МИС однокристалльного приемопередающего модуля (ППМ) с встроенными передающей и приемной антеннами, состоящего из следующих функциональных узлов:

- генератора, управляемого напряжением (ГУН);
- усилителя мощности (УМ) или гетеродина;
- смесителя (См);
- передающей и приемной антенн (Ан).

В настоящее время в ИСВЧПЭ РАН разработаны и изготовлены следующие макеты для диапазона частот 64...67 ГГц:

— монолитные интегральные схемы (МИС) однокристалльных приемопередающих модулей (ППМ) с встроенными передающей и приемной антеннами;

— приемопередающие модули (ППМ) с МИС и обвязывающими конденсаторами в металлокерамическом корпусе с радиопрозрачной крышкой.

Для макета МИС однокристалльного ППМ на рис. 4—6 приведены:

- схема электрическая функциональная;
- схема электрическая принципиальная;
- габаритный чертеж.

Для исследований выполнена сборка МИС однокристалльного ППМ с антеннами и обвязывающих конденсаторов в металлокерамический корпус МК 5172.44-1 (ТУ ЯЮКЛ.301176.012, размер  $7 \times 7 \times 0,8$  мм, изготовитель АО "НИИПП", г. Томск) с радиопрозрачной керамической крышкой (толщина 0,5 мм, изготовитель АО "Пульсар").

Таблица 2

Предельно-допустимые и предельные режимы эксплуатации МИС

Наименование параметра, единица измерения	Буквенное обозначение параметра	Значение параметра			
		предельно допустимый режим		предельный режим	
		не менее	не более	не менее	не более
Мощность входного импульсного сигнала, Вт	$P_{\text{вх}}$	—	—	—	5
Напряжение питания усилителя мощности, В	$U_n$	15	30	—	30
Напряжение питания маломощного усилителя и преобразователя частоты, В	$U_n$	5	10	—	10

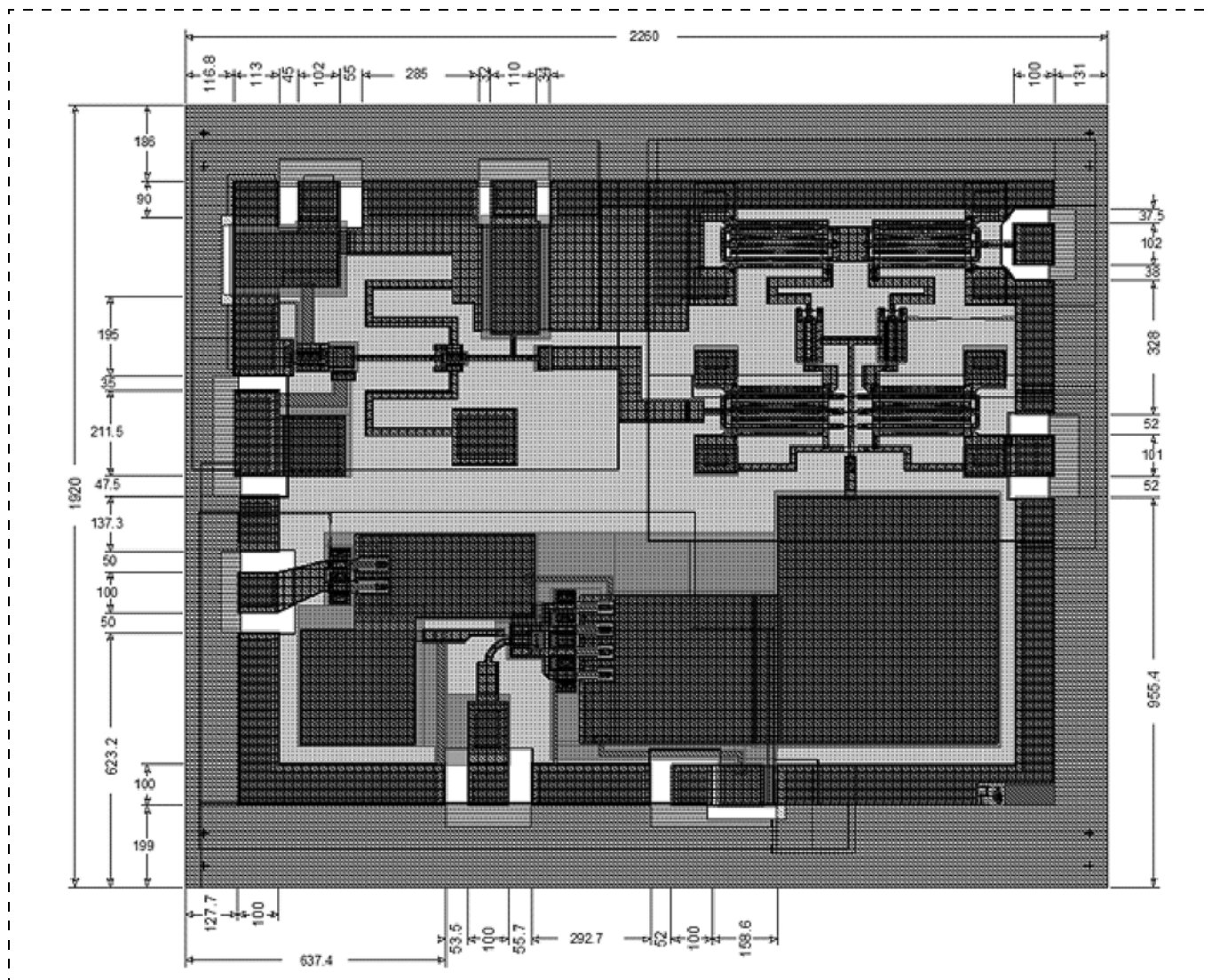


Рис. 1. Габаритный чертеж бескорпусной МИС преобразователя сигнала 5411НС01Н

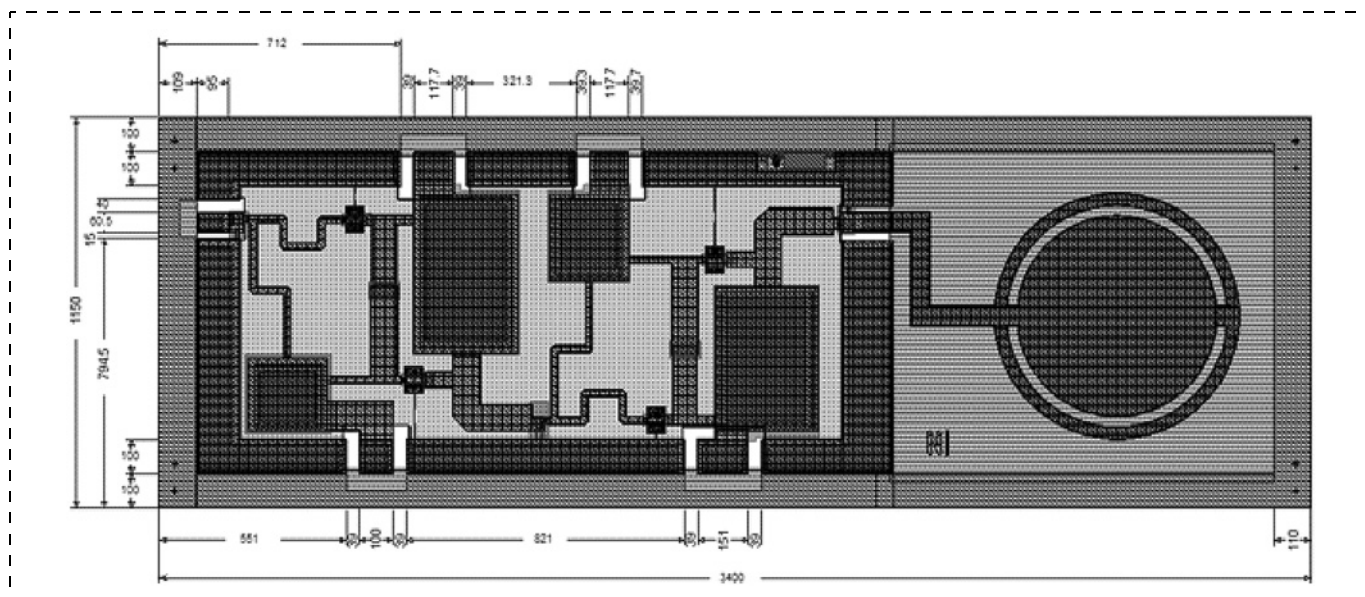


Рис. 2. Габаритный чертеж бескорпусной МИС усилителя мощности с антенной 5411УВ02АН

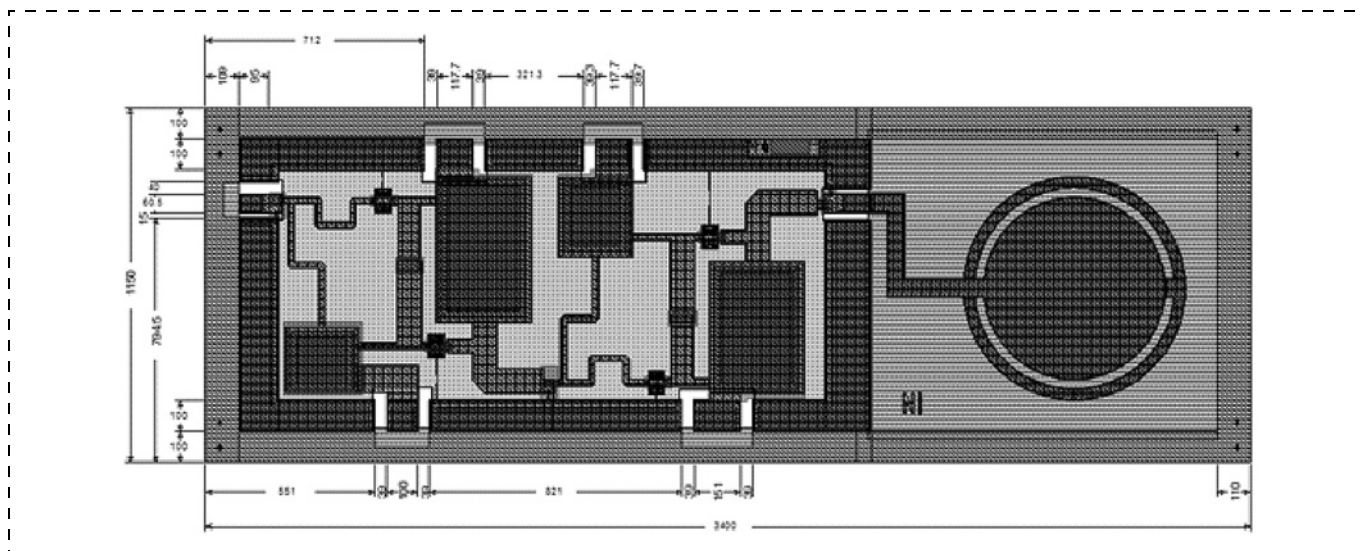


Рис. 3. Габаритный чертеж бескорпусной МИС маломощного усилителя с антенной 5411UB01AH

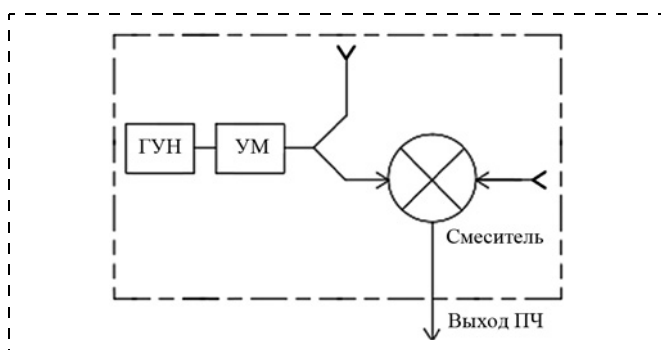


Рис. 4. Схема электрическая функциональная МИС однокристалльного ППМ с встроенными передающей и приемной антеннами

На рис. 7 приведен сборочный чертеж ППМ в корпусе.

В процессе исследований измерены следующие электрические параметры макетов однокристалльного ППМ с встроенными передающей и приемной антеннами в корпусе для диапазона частот 64...67 ГГц:

- ток потребления 45...65 мА;
- выходная мощность более 10 дБм;
- напряжение питания МИС 8 В;
- напряжение питания отрицательной полярности для смещения 5...6 В.

Для измерений использовали аттестованные приборы: анализатор цепей векторный N5247A;

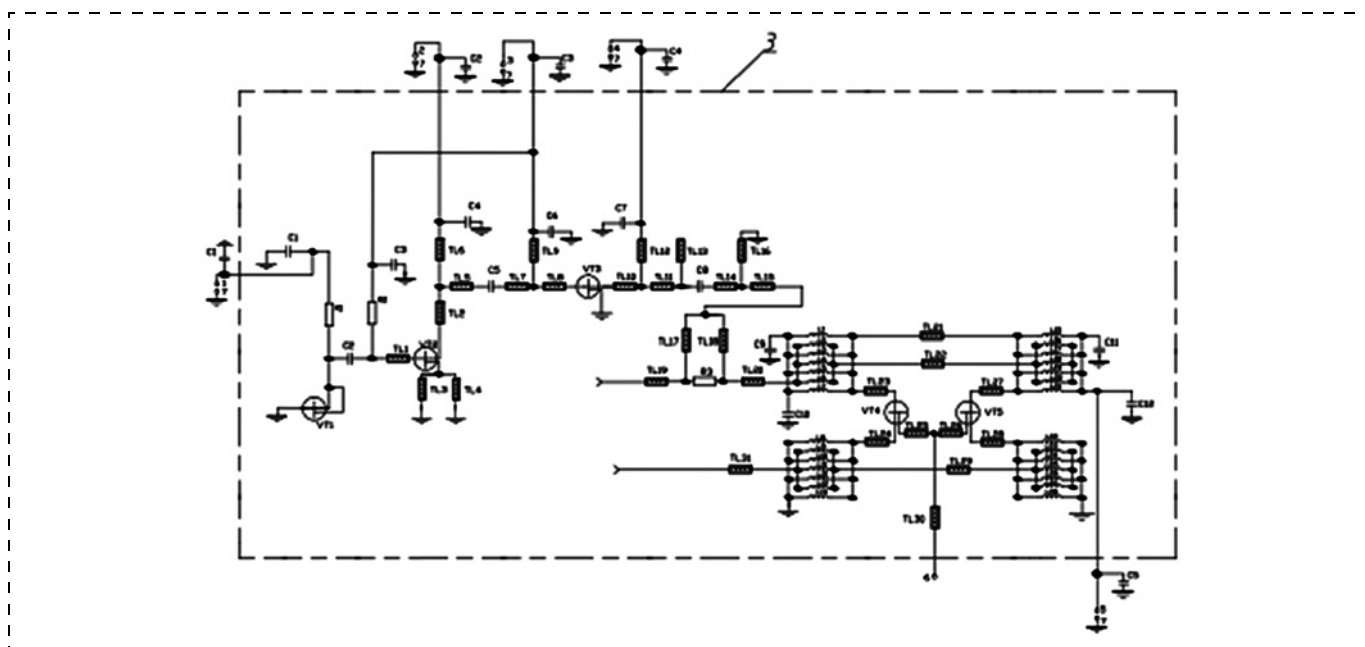


Рис. 5. Схема электрическая принципиальная МИС однокристалльного ППМ с встроенными передающей и приемной антеннами

анализатор сигналов N9010A; антенна рупорная GH-15-25; источник питания UT3003EP.

Измерение основных параметров проводили в соответствии с ГОСТ 20271.1 согласно методам: измерение выходной мощности ППМ по методу III

(п. 3.3), измерения рабочего диапазона частот (п. 7). Измерения проводили в нормальных климатических условиях.

Для измерения параметров макетов ППМ с встроенными антеннами разработана отладочная

плата с использованием корпуса из низкотемпературной керамики с контактными площадками КП 5172.44-1 (изготовитель АО "ЗПП", г. Йошкар-Ола) для подачи напряжений питания и выхода низкочастотного сигнала промежуточной частоты.

Крышка контактирующего устройства имеет круглое отверстие для вывода СВЧ излучения. Съемная крышка крепится к корпусу контактирующего устройства посредством винтов. Внешний вид ППМ с встроенными антеннами в корпусе с радиопрозрачной крышкой в контактирующем устройстве показан на рис. 8 (размер 40 мм × 32 мм). Изготовленные макеты ППМ с встроенными антеннами обладают эффективной изотропно излучаемой мощностью (ЭИИМ) более 10 дБм.

На рис. 9 и 10 приведены примеры зависимости выходной частоты и выходной мощности от напряжения управления для макета ППМ с встроенными антеннами при напряжении питания 8 В для двух случаев: без крышки и с прижатой радиопрозрачной крышкой.

Экспериментально установлено, что на приклеенной радиопрозрачной крышке идет потеря излучения с 18 до 15 дБм при  $U_{\text{пит}} = 8 \text{ В}$ . Примерно такую же потерю мощности излучения наблюдают и на других образцах.

Стандарт IEEE 802.11ad подразумевает наличие диапазона 57,24...65,88 ГГц, разбитого на четыре канала. Скорость передачи данных для IEEE 802.11ad может достигать 7 Гбит/с. Фирма Peraso Inc (PRSO, США) изготовила приемопередатчик PRS1025 с центральными частотами 58,32, 60,48, 62,640, 64,80 ГГц., выполненный в корпусе 7 × 7 × 0,8 мм BGA и имеющий на кристалле встроенные антенны с усилением 8,5 дБ. Система на кристалле, изготов-

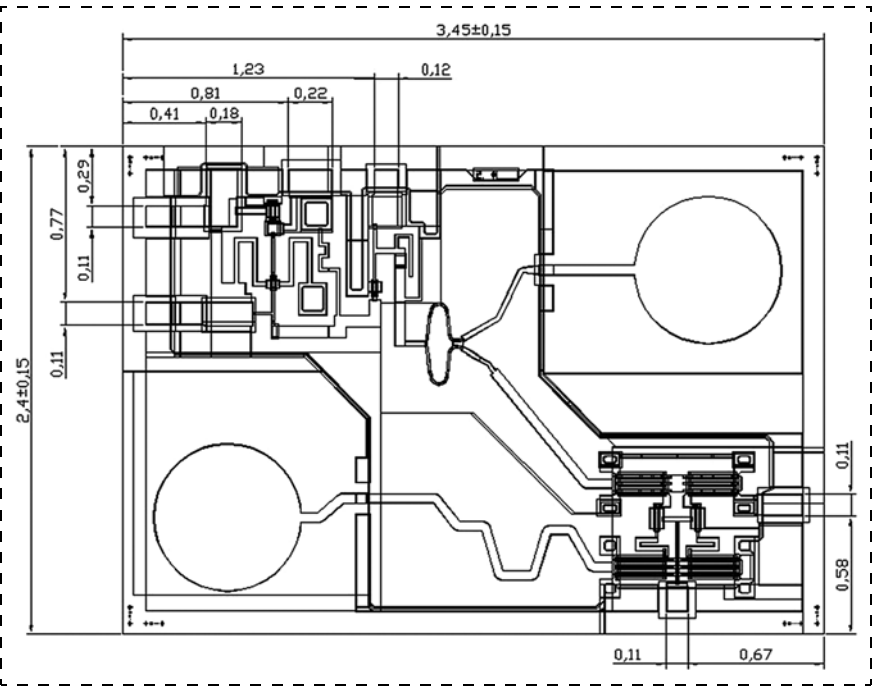


Рис. 6. Габаритный чертеж МИС однокристалльного приемопередающего модуля (ППМ) с встроенными передающей и приемной антеннами

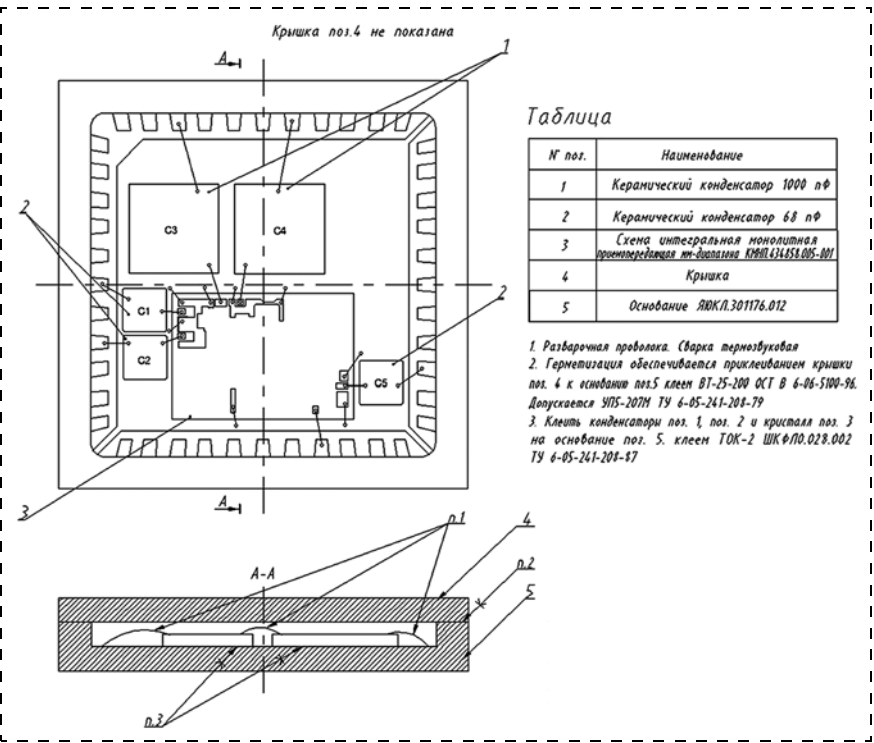


Рис. 7. Сборочный чертеж МИС однокристалльного ППМ с встроенными антеннами и обвязывающими конденсаторами в металлокерамическом корпусе: 1 и 2 — конденсаторы; 3 — кристалл



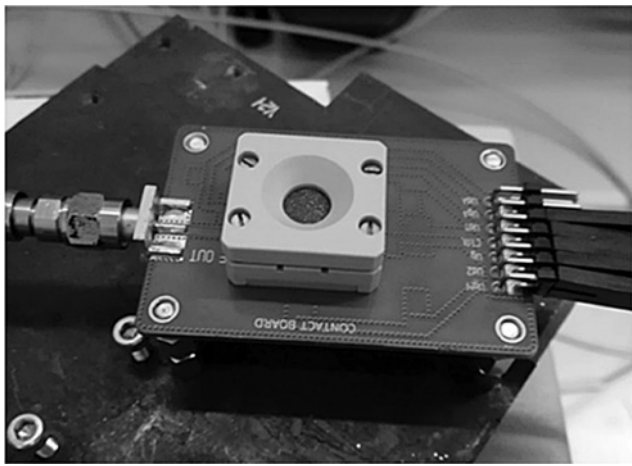


Рис. 8. Фотография отладочной платы для ППМ с использованием корпуса из низкотемпературной керамики с контактными площадками

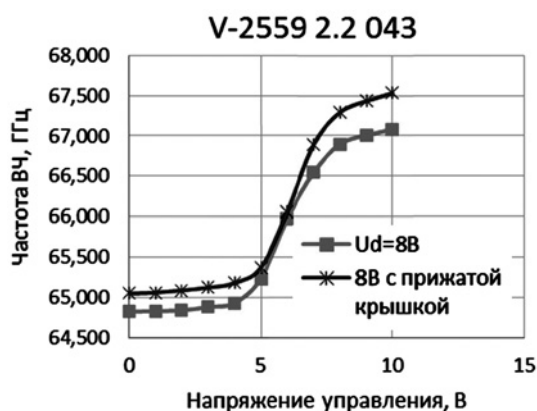


Рис. 9. Зависимости выходной частоты от напряжения управления для макета ППМ при  $U_{\text{уп}} = 8$  В для двух случаев: без крышки и с прижатой радиопрозрачной крышкой

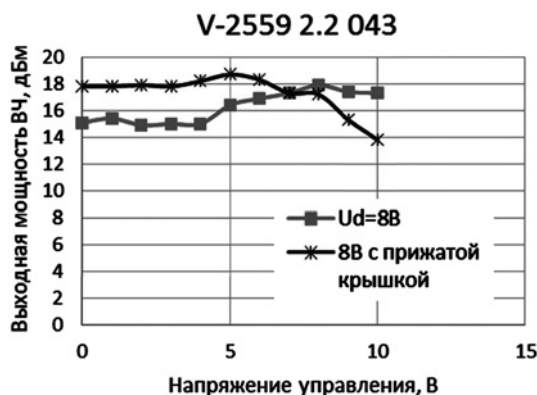


Рис. 10. Зависимости выходной мощности от напряжения управления для макета ППМ при  $U_{\text{уп}} = 8$  В для двух случаев — без крышки и с прижатой радиопрозрачной крышкой

ленная по кремниевой технологии, обеспечивает скорость передачи данных до 1,5 Гбит/с.

## Заключение

В ИСВЧПЭ РАН разработан и изготовлен макет системы на кристалле — приемопередающий модуль (ППМ) с встроенными передающей и приемной антеннами для диапазона частот 64...67 ГГц на радиационностойком широкодиапазонном полупроводнике — нитриде галлия в составе:

- бескорпусная монолитная интегральная схема однокристалльного ППМ с встроенными передающей и приемной антеннами;
- однокристалльный ППМ с обвязывающими конденсаторами в металлокерамическом корпусе с радиопрозрачной керамической крышкой;
- отладочная плата с использованием корпуса из низкотемпературной керамики с контактными площадками для подачи напряжений питания и выхода низкочастотного сигнала промежуточной частоты ППМ.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России (соглашение о предоставлении субсидии № 14.607.21.0087, уникальный идентификатор проекта RFMEFI60715X0087).*

## Список литературы

1. Мальцев П. П., Матвеев О. С., Федоров Ю. В. и др. Монолитная интегральная схема усилителя со встроенной антенной для пятимиллиметрового диапазона длин волн // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 9. С. 12—15.
2. Мальцев П. П., Федоров Ю. В., Крапухин Д. В. и др. Монолитная интегральная схема ГУН V-диапазона // Нано- и микросистемная техника. 2016. Том 18, № 10. С. 645—650.
3. Путинцев Б. Г. Разработка однокристалльных приемопередающих модулей V-диапазона на нитриде галлия // Нано- и микросистемная техника. 2017. Том 19, № 12. С. 729—734.
4. Федоров Ю. В., Бугаев А. С., Павлов А. Ю. и др. Особенности технологии изготовления и разработки СВЧ МИС на основе нитрида галлия для миллиметрового диапазона // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2020. Вып. 1 (544). С. 26—45.
5. Федоров Ю. В., Бугаев А. С., Гнатюк Д. Л. и др. Макетирование приемопередающих модулей 5-миллиметрового диапазона длин волн на базе отечественных монолитных интегральных схем на нитриде галлия // Нано- и микросистемная техника. 2019. Том 21, № 12. С. 702—708.
6. Гнатюк Д. Л., Зуев А. В., Крапухин Д. В. и др. Исследование потерь пропускания в поликристаллическом CVD-алмазе в миллиметровом диапазоне длин волн методом свободного пространства // Письма в ЖТФ. 2021. Том 47, вып. 18. С. 43—46.
7. Гамкрелидзе С. А., Гнатюк Д. Л., Матвеев О. С. и др. Разработка монолитных интегральных схем на гетероструктурах нитрида галлия // Нано- и микросистемная техника. 2022. Том 24, № 2. С. 55—66.
8. Матвеев О. С., Гнатюк Д. Л., Бугаев А. С. и др. Монолитные интегральные схемы на основе нитрида галлия для радиолокации ближнего действия и средств связи в диапазоне частот 22—25 ГГц // Микроэлектроника. 2022. Том 51, № 3. С. 1—7.

**S. A. Gamkrelidze**, Director, e-mail: isvch@isvch.ru, **D. L. Gnatyuk**, Head of Laboratories, **A. V. Zuev**, Researcher, **P. P. Maltsev**, Chief Researcher, **O. S. Matveenko**, Leading Researcher, **A. O. Mikhalev**, Junior Researcher, Institute of Ultra-High-Frequency Semiconductor Electronics of the Russian Academy of Sciences, 117105, Moscow, Russian Federation

*Corresponding author:*

**Artem O. Mikhalev**, Junior Researcher, Institute of Ultra-High-Frequency Semiconductor Electronics of the Russian Academy of Sciences, 117105, Moscow, Russian Federation  
E-mail: m2lkeny@yandex.ru

## System on a Chip on Gallium Nitride Nanoheterostructures for the Frequency Range of 57...66 GHz

Received on February 26, 2023

Accepted on March 03, 2023

*The article presents the results of the design, manufacture and research of a system on a chip: transceiver modules with built-in transmitting and receiving antennas for the frequency range of 57...66 GHz, allocated for the communication and radiolocation of space systems.*

**Keywords:** transceiver module, built-in transmitting and receiving antennas, ceramic-metal case, frequency range of 57...66 GHz

*For citation:*

**Gamkrelidze S. A., Gnatyuk D. L., Zuev A. V., Maltsev P. P., Matveenko O. S., Mikhalev A. O.** System on a Chip on Gallium Nitride Nanoheterostructures for the Frequency Range of 57...66 GHz, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2023, vol. 20, no. 3, pp. 142—148.

DOI: 10.17587/nmst.25.142-148

### References

1. **Maltsev P. P., Matveenko O. S., Fyodorov Yu. V.** et al. Monolitnaya integral'naya skhema usilitelya so vstroennoy antennoy dlya pyatimillimetrovogo diapazona dlin voln, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2014, no. 9, pp. 12—15 (in Russian).
2. **Maltsev P. P., Fyodorov Yu. V., Krapuhin D. V.** et al. Monolitnaya integral'naya skhema GUN V-diapazona, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2016, vol. 18, no. 10, pp. 645—650 (in Russian).
3. **Putincev B. G.** Razrabotka odnokristal'nykh priemopere-dayushchih modulej V-diapazona na nitride galliya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2017, vol. 19, no. 12, pp. 729—734 (in Russian).
4. **Fyodorov Yu. V., Bugaev A. S., Pavlov A. Yu.** et al. Osobennosti tekhnologii izgotovleniya i razrabotki SVCH MIS na osnove nitrida galliya dlya millimetrovogo diapazona, *Elektron-naya tekhnika, Ser. 1, SVCH-tehnika*, 2020, iss. 1 (544), pp. 26—45 (in Russian).
5. **Fyodorov Yu. V., Bugaev A. S., Gnatyuk D. L.** et al. Maketirovanie priemo-peredayushchih modulej 5-millimetrovo-go diapazona dlin voln na baze otechestvennykh monolitnykh integral'nykh skhem na nitride galliya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 12, pp. 702—708 (in Russian).
6. **Gnatyuk D. L., Zuev A. V., Krapuhin D. V.** et al. Issle-dovanie poter' propuskaniya v polikristallicheskom CVD-almazhe v millimetrovom diapazone dlin voln metodom svobodnogo prostranstva, *Pis'ma v ZHTF*, 2021, vol. 47, iss. 18, pp. 43—46 (in Russian).
7. **Gamkrelidze S. A., Gnatyuk D. L., Matveenko O. S.** et al. Razrabotka monolitnykh integral'nykh skhem na geterostrukturakh nitrida galliya, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2022, vol. 24, no. 2, pp. 55—66 (in Russian).
8. **Matveenko O. S., Gnatyuk D. L., Bugaev A. S.** et al. Monolitnye integral'nye skhemy na osnove nitrida galliya dlya radiolokatsii blizhnego dejstviya i sredstv svyazi v diapazone chastot 22—25 GGc, *Mikroelektronika*, 2022, vol. 51, no. 3, pp. 1—7 (in Russian).

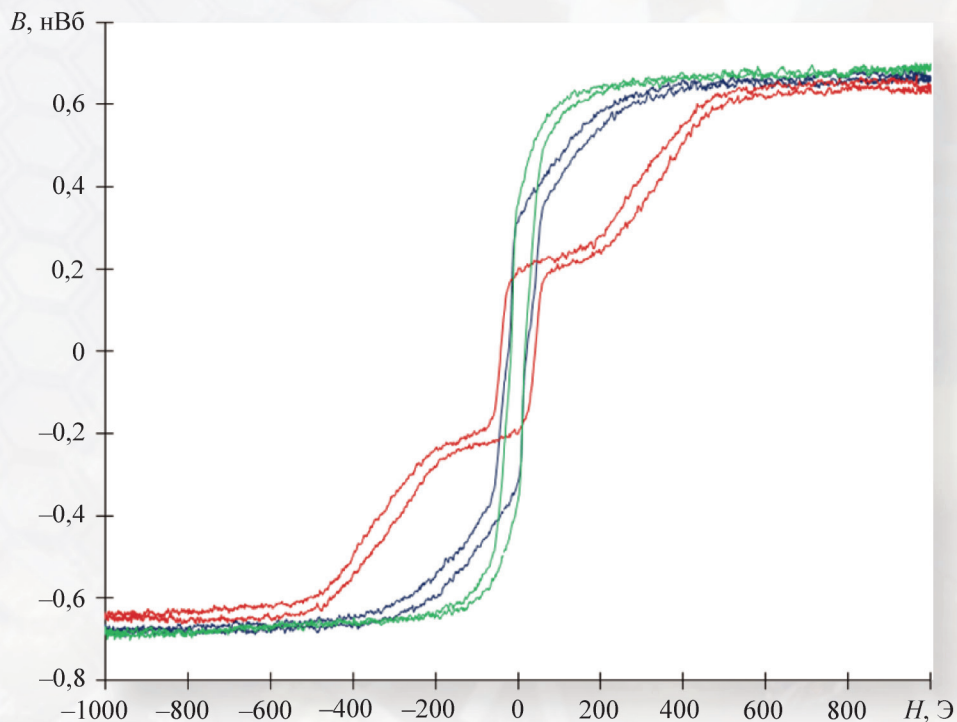
Адрес редакции журнала: 107076, Москва, ул. Матросская Тишина, д. 23, стр. 2, оф. 45. Телефон редакции журнала **8(499) 270-1652**. E-mail: nmst@novtex.ru  
Журнал зарегистрирован в Федеральной службе по надзору за соблюдением законодательства в сфере массовых коммуникаций и охране культурного наследия.  
Свидетельство о регистрации ПИ № 77-18289 от 06.09.04.

Технический редактор *Т. А. Шацкая*.

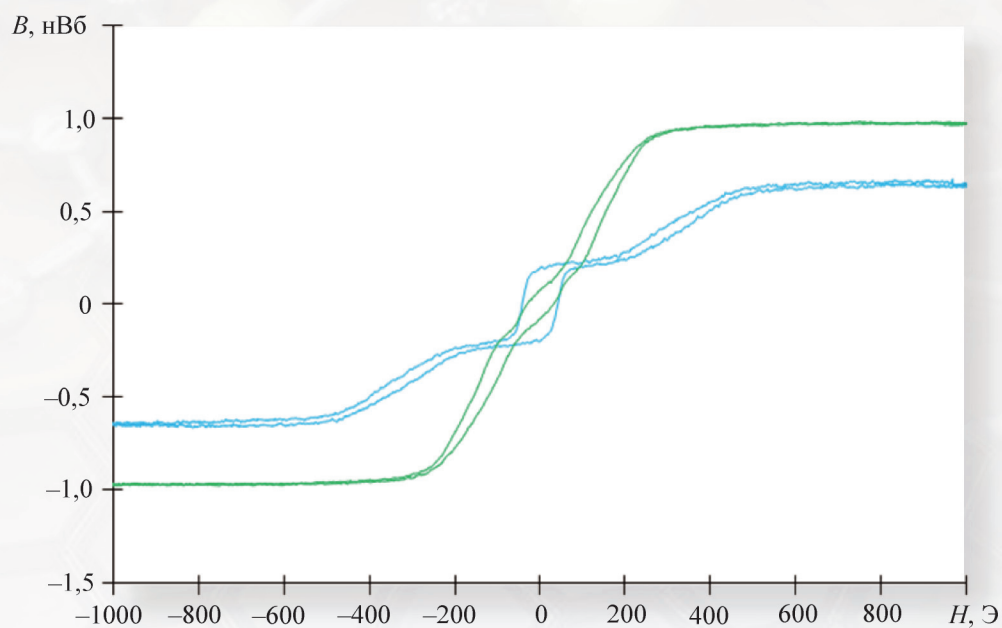
Сдано в набор 14.04.2023. Подписано в печать 16.05.2023. Формат 60×88 1/8. Заказ МС323. Цена договорная  
Оригинал-макет ООО «Авансд солюшнз». Отпечатано в ООО «Авансд солюшнз». 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1. Сайт: [www.aov.ru](http://www.aov.ru)

Рисунки к статье Д. В. Васильева, Д. В. Костюка, Ю. В. Казакова, С. И. Касаткина,  
В. В. Амеличева, Е. П. Орлова, Е. Е. Макаровой

**«ИССЛЕДОВАНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АНТИФЕРРОМАГНИТНЫХ  
НАНОСТРУКТУР НА ОСНОВЕ CoFeB / Ru / CoFe»**



**Рис. 1. Кривые перемангничивания САФ структуры Ta/CoFeB / Ru ( $t$ ) / CoFe / Ta, где зеленая кривая соответствует структуре с толщиной Ru 2,1 нм; красная кривая – 2,3 нм; синяя кривая – 2,5 нм**

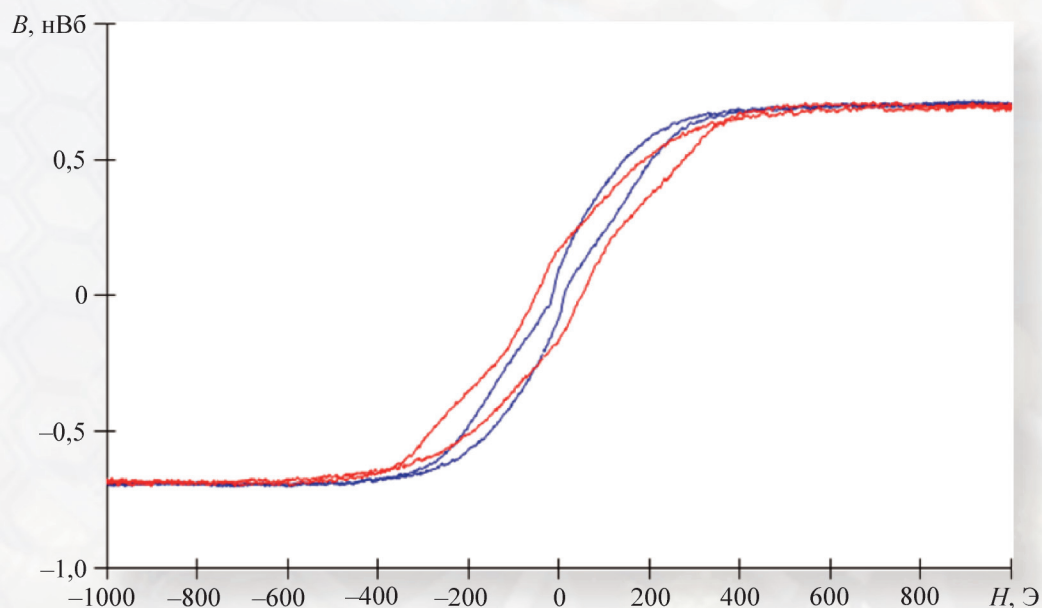


**Рис. 2. Кривые перемангничивания САФ структуры Ta/CoFeB ( $2d$ )/Ru(2,3 нм)/CoFe ( $d$ )/Ta, где зеленая кривая характеризует структуру с толщиной CoFeB в два раза большей толщины CoFe, голубая кривая: толщины ФМ слоев равны;  $d$  – толщина ФМ слоя**

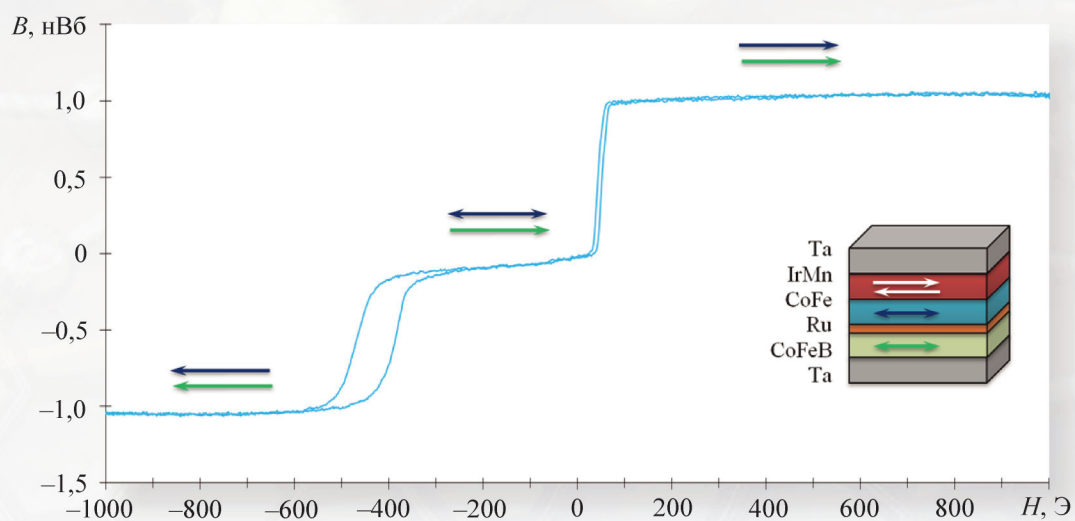


Рисунки к статье Д. В. Васильева, Д. В. Костюка, Ю. В. Казакова, С. И. Касаткина,  
В. В. Амеличева, Е. П. Орлова, Е. Е. Макаровой

# «ИССЛЕДОВАНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АНТИФЕРРОМАГНИТНЫХ НАНОСТРУКТУР НА ОСНОВЕ CoFeB / Ru / CoFe»



**Рис. 3.** Кривые перемангничивания САФ наноструктуры  
Ta / CoFeB (2d) / Ru (2,3 нм) / CoFe (d) / Ta до ТМО (синяя кривая) и после (красная кривая)



**Рис. 4.** Кривая перемангничивания САФ наноструктуры, фиксированной АФ слоем